



HAL
open science

Matériaux bio-sourcés à hautes performances hygrothermiques : caractérisation expérimentale de l'échelle du matériau à l'échelle de la paroi

Florence Collet

► **To cite this version:**

Florence Collet. Matériaux bio-sourcés à hautes performances hygrothermiques : caractérisation expérimentale de l'échelle du matériau à l'échelle de la paroi. Thermique [physics.class-ph]. Université de Rennes 1, 2018. tel-03135436

HAL Id: tel-03135436

<https://hal.science/tel-03135436>

Submitted on 9 Feb 2021

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.

Ecole doctorale SPI (Sciences pour l'Ingénieur)

Habilitation à Diriger des Recherches

présentée par

Florence COLLET

Maître de conférences – Université de Rennes 1

Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique – EA 3913

**Matériaux bio-sourcés à hautes performances hygrothermiques :
caractérisation expérimentale de l'échelle du matériau à l'échelle de la paroi**

Soutenue le 13 mars 2018 devant la commission d'examen composée de :

Luc COURARD , Professeur, Université de Liège	Rapporteur
Christophe LANOS , Professeur, Université de Rennes 1	Examineur
Ton Hoang MAI , Professeur, Université de Reims Champagne Ardenne	Examineur
Patrick SALAGNAC , Professeur, Université de la Rochelle	Examineur, Président
Éric WIRQUIN , Professeur, Université d'Artois, Béthune	Rapporteur
Monika WOLOSZYN , Professeur, Polytech Annecy-Chambéry	Rapporteur

*« Tout seul, on va plus vite.
Ensemble, on va plus loin. »*

Proverbe africain

Résumé

Bilan

J'ai réalisé ma **thèse** au Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM – EA3913) - INSA de Rennes, sous la direction de Jacques MIRIEL (oct. 2000-**déc. 2004**). Les années universitaires 2003-2004 et 2004-2005, j'ai été recrutée en tant qu'**ATER** à l'Université de Rennes 1 (enseignement à l'IUT de Rennes, département Génie Civil - recherche au LGCGM). J'ai obtenu mon poste de **maître de conférences en 2005**.

Je réalise mes travaux de recherche au sein du LGCGM, dans l'équipe Matériaux-Thermo-Rhéologie. **Je pilote l'activité autour des matériaux bio-sourcés**, dans laquelle 6 permanents prennent part. Ainsi, j'ai notamment **rédigé et présenté cette thématique lors de l'évaluation du laboratoire par l'HCERES** (vague B, campagne 2015-2016). Cette thématique est **reconnue comme point fort dans cette évaluation**, l'HCERES a souligné un **rayonnement très bon et complet à tous les niveaux**.

Mes travaux de recherche s'intéressent aux **matériaux de construction bio-sourcés**. Ils débutent autour des performances énergétiques (enveloppe et système) et du confort des bâtiments, lors du suivi de la résidence Salvatierra à Rennes (sujet initial de ma thèse). Je propose alors d'investir la caractérisation hygrique, thermique et hygrothermique des matériaux. Ces études sont ensuite complétées par des études à l'échelle de la paroi (projet PRIR Ecomatx). En vue d'améliorer la mise en œuvre et les performances multi-physiques et environnementales des matériaux, mes travaux s'étendent alors à la formulation ainsi qu'à la caractérisation mécanique, l'analyse de cycle de vie et désormais la durabilité des matériaux (projets ANR Bétonchanvre et européen ISOBIO).

Ainsi, depuis 2004 (alors ATER), je me suis **investie dans le montage et le portage de projets. J'ai animé et coordonné scientifiquement plusieurs d'entre eux** :

(i) Le projet régional **PRIR Ecomatx** (01/2007-12/2010) « Eco – matériaux appliqués à la construction ; Optimisation de la fabrication et étude du comportement thermique et hydrique du béton de chanvre ». Ce projet a réuni deux laboratoires et trois partenaires industriels. D'un coût total de 565 k€, il a bénéficié d'une aide de 181 k€ que nous avons obtenue auprès de la région Bretagne.

(ii) Le projet **ANR BetonChanvre** « Optimisation des procédés de fabrication du béton de chanvre » (05/2007-11/2010). Ce projet a réuni trois laboratoires et deux partenaires industriels. Il a bénéficié d'une aide de 378 k€ (dont 140 k€ pour le LGCGM).

(iii) Le **projet européen ISOBIO** «Development and Demonstration of Highly Insulating, Construction Materials from Bio-derived Aggregates» [<http://isobioproject.com/>] (02/2015-01/2019). Ce projet regroupe 12 partenaires européens dont 1 coordinateur de projet, 2 laboratoires universitaires et 9 partenaires industriels. Les ressources financières de l'équipe adossées à ce projet sont conséquentes (total de 900 k€ sur 4 ans).

Je suis impliquée dans plusieurs **réseaux à l'échelle locale, nationale et internationale**, au sein desquels non seulement je participe mais j'assure l'**animation** de groupes et j'ai des **responsabilités**. Je suis notamment **secrétaire de deux comités techniques de la Rilem** (TC 236 - Bio- aggregates based Building Materials, 2010-2015 et TC Hygrothermal and Durability of Bio-based materials débuté en mars 2017).

Au cours de mes travaux de recherche, **j'ai encadré** quatre doctorants (deux thèses soutenues et deux en cours), huit étudiants Master-Ingénieur, trois étudiants L2-L3 et un ingénieur d'études. En particulier, j'ai mis en place et défendu au sein de l'équipe le sujet de thèse de Brahim MAZHOUD (sur le développement de composites terre-chanvre) pour être choisi comme **bénéficiaire de la bourse ministère. J'ai également porté le dossier de demande de bourse AMRUGE** pour la thèse de Lydie THIEBLESSON. J'ai inclus le **financement de la thèse de Marie VIEL** lors du montage du projet ISOBIO. Enfin, j'ai obtenu un **financement auprès de la DRIM** pour le stage de Master de Marwa LAARADH-MSALLEM. Pour ces doctorants dont j'ai obtenu le

financement des contrats doctoraux et pour lesquels j'ai assuré/j'assure l'encadrement quotidien, **je n'ai pu être mise directrice de thèse du fait que je n'ai pas l'HDR.**

Durant mes années de recherche, j'ai également contribué à **7 contrats industriels** et **été la responsable scientifique de 4 d'entre eux** (pour un montant total de **124 k€**).

D'un point de vue **production scientifique**, j'ai 19 articles dans des revues internationales, 4 articles dans des revues nationales, 56 communications dans des congrès (37 dans des congrès internationaux et 19 dans des congrès nationaux). **Les étudiants que j'ai encadrés sont co-auteurs de 31 de ces productions** (6 articles dans des revues internationales, 3 articles dans des revues nationales et 22 communications dans des congrès). J'ai également contribué à la rédaction de 3 chapitres dans des ouvrages et été à la direction de l'un d'entre eux. L'expertise développée m'a permis d'être invitée pour donner 6 conférences « **invitée** » et j'ai également réalisé 13 autres présentations pour des workshops ou pour la promotion de la recherche et sa vulgarisation.

Enfin, j'assure la **responsabilité pédagogique du diplôme universitaire (DU) BATIR** (Bâti Ancien et Technologies Innovantes de Restauration) (niveau L2), en collaboration avec ma collègue Annabelle PHELIPOT-MARDELE. Dans un premier temps, il s'est agi de mettre en place cette formation (réalisation du dossier d'habilitation et recherche des intervenants). Désormais, il s'agit de gérer la formation : promotion de la formation, recrutement des stagiaires, gestion de l'organisation, budget.

Perspectives

Mon projet scientifique porte sur plusieurs points : les premiers relatifs à la caractérisation et à la valorisation des performances hygrothermiques des matériaux, les suivants relatifs au développement de matériaux bio-sourcés.

Ainsi, à l'échelle du matériau, l'effet de l'humidité sur les différentes caractéristiques hygrothermiques est souligné. Il est désormais nécessaire de **s'intéresser à l'effet de la température** sur ces mêmes caractéristiques. La caractérisation en régime dynamique présente d'ores et déjà des atouts, ceux-ci doivent être encore **complétés à travers un développement expérimental et l'exploitation d'études numériques associées.**

D'un point de vue hygrique, l'**effet de la vitesse d'air** lors des mesures de **perméabilité à la vapeur** et de **valeur tampon hygrique (MBV)** nécessite d'être investi. En effet, une vitesse d'air trop élevée conduit à une surestimation de la valeur MBV du fait d'un échange en surface favorisé. Ainsi, je souhaite non seulement étudier cet effet mais également établir, si possible, une relation entre la vitesse d'air et l'écart induit sur le MBV. En effet, il n'est pas forcément toujours aisé de réduire la vitesse au voisinage des échantillons. Ce type de relation permettrait alors une correction en fonction des conditions expérimentales. Pour la perméabilité à la vapeur, un round robin test est programmé dans le cadre du comité technique Rilem 275 HDB (Hygrothermal and Durability of Bio-based building materials) dont je suis secrétaire. Ce RRT s'appuie sur la nouvelle norme d'essai, mais intégrera un point d'essai supplémentaire pour validation.

Le comportement hygrothermique particulier des matériaux bio-sourcés se traduit de façon favorable sur le bilan énergétique des bâtiments et sur le confort ressenti. La réglementation thermique actuelle (RT 2012) ne permet pas de prendre en compte ces phénomènes, ce qui défavorise le recours aux matériaux bio-sourcés (les calculs conduisant systématiquement à une surestimation des épaisseurs nécessaires). Un objectif est d'aller vers une **définition de grandeur équivalente pouvant être introduite dans le code RT** et prenant en compte ces phénomènes. Les travaux menés au sein du comité technique Rilem TC 275 HDB (Hygrothermal behaviour and Durability of bio-aggregate based building materials) et du GDR Matériaux de Construction Biosourcés devraient permettre ensuite d'aller vers la définition de cette grandeur.

La thèse de Brahim MAZHOUD a abouti à des formulations de composites à base de terre-chanvre particulièrement intéressantes. Le travail initié dans le cadre du projet ECOMATERRE devrait permettre de **mettre en œuvre ces matériaux dans des bâtiments démonstrateurs**, ce qui permettra d'en démontrer les

performances à l'échelle réelle. Dans tous les cas une collaboration est en cours de mise en place avec l'**entreprise ACEIS** pour exploiter ces travaux et **transcrire ces matériaux à l'échelle industrielle**.

Les matériaux développés avec Marie VIEL dans le cadre du projet ISOBIO ont montré un intérêt thermique et hygrique à l'échelle du matériau. Ils vont être testés en les associant en multi-couche à l'échelle de la paroi. L'objectif est de combiner les performances de chacun : l'un apportant notamment l'effet tampon hygrique et l'autre la résistance thermique. D'autre part, les liants verts développés montrent une sensibilité à l'eau, il est alors nécessaire de **poursuivre leur développement afin de les rendre insolubles**.

Sommaire

Partie 1 : Curriculum Vitae étendu

1	Etat civil	1
2	Cursus académique.....	1
3	Parcours professionnel : dates clés	2
4	Activités de recherche	2
4.1	Laboratoire d'accueil	2
4.2	Historique et thématiques de recherche	2
4.3	Encadrements.....	4
4.3.1	Doctorants (4).....	4
4.3.2	Master-Ingénieurs (8).....	6
4.3.3	Ingénieur d'études (1)	7
4.3.4	Autres (3).....	7
4.4	Activités d'animation – recherche.....	8
4.4.1	Projets PRIR Ecomatx (régional) et ANR Bétonchanvre (national).....	8
4.4.2	Projet européen ISOBIO «Development and Demonstration of Highly Insulating, Construction Materials from Bio-derived Aggregates».....	10
4.4.3	Contrats privés.....	10
4.4.4	Responsabilité de réseaux thématiques.....	12
4.5	Collaborations.....	13
4.5.1	Participation à des réseaux (sans être porteur)	13
4.5.2	Collaborations ponctuelles	13
4.6	Autres activités scientifiques.....	13
4.6.1	Organisation de congrès.....	13
4.6.2	Chairman.....	13
4.6.3	Activités de reviewing et d'expertise	14
4.6.4	Jurys de thèse	14
4.6.5	Jurys de master et de TFE.....	14
4.6.6	Comités de sélection / commissions de recrutement.....	14
4.6.7	Conférences « invité » et workshops	14
4.6.8	Participation à la vulgarisation et à la promotion de la recherche	15
4.6.9	Responsabilités collectives au sein du LGCGM.....	15

5	Production scientifique.....	15
5.1	Revue internationale avec comité de lecture (19).....	15
5.2	Revue nationale avec comité de lecture (4).....	16
5.3	Congrès internationaux avec actes et comité de lecture (33).....	16
5.4	Congrès internationaux avec actes et sans comité de lecture (1).....	18
5.5	Congrès internationaux sans actes et sans comité de lecture (3).....	19
5.6	Congrès nationaux avec actes et comité de lecture (16).....	19
5.7	Congrès nationaux sans actes (3).....	20
5.8	Chapitres d'ouvrage (3 dont 1 en tant que co-éditeur du livre).....	20
5.9	Conférences invité, Keynotes (6).....	20
5.10	Autres : Workshops, Promotion de la recherche, vulgarisation (13).....	20
5.11	Mémoires et rapports d'études.....	21
5.12	Contrats industriels.....	21
6	Activités pédagogiques.....	22
6.1	Service.....	22
6.2	Responsabilités liées aux activités d'enseignement.....	22
6.2.1	Jurys.....	22
6.2.2	Modules et activités pédagogiques.....	23
6.2.3	Co-responsabilité du Diplôme Universitaire (DU) BATIR (Bâti Ancien et Technologies Innovantes de Restauration).....	23

Partie 2 : Synthèse de mes travaux scientifiques - bilans et perspectives

1	Introduction.....	24
2	Matériaux étudiés.....	25
2.1	Présentation générale.....	25
2.2	Matières premières.....	26
2.2.1	Chènevottes commerciales.....	27
2.2.2	Autres granulats bio-sourcés.....	28
2.2.3	Matrices minérales.....	33
2.2.4	Liants agro-sourcés.....	34
2.3	Matériaux étudiés.....	35
2.3.1	Formulations et mises en oeuvre.....	35
2.3.2	Caractéristiques physiques.....	38
3	Propriétés hygriques à l'échelle du matériau.....	39
3.1	Isothermes de sorption.....	39
3.1.1	Méthode expérimentale et modélisation.....	40
3.1.2	Adsorption.....	40

3.1.3	Désorption et hystérésis.....	44
3.1.4	Isothermes de sorption et structure poreuse	45
3.2	Perméabilité à la vapeur et diffusivité hygrique	45
3.2.1	Méthode expérimentale et modélisation.....	45
3.2.2	Résultats	46
3.3	Valeur Tampon Hygrique (Moisture Buffer Value – MBV), profondeur de pénétration	49
3.3.1	Méthode expérimentale.....	49
3.3.2	MBV du chanvre Biofibat® et des composites à matrice minérale - chanvre	49
3.3.3	Effusivité hygrique et Profondeur de pénétration des bétons de chanvre Mur	51
3.3.4	Effet de l’enduit sur la valeur tampon hygrique du béton de chanvre	51
3.3.5	MBV des composites agro-sourcés.....	52
3.4	Bilan et perspectives.....	54
3.4.1	Bilan	54
3.4.2	Perspectives.....	54
4	Propriétés thermiques à l’échelle du matériau	55
4.1	Méthodes expérimentales et modélisation	55
4.1.1	Méthodes expérimentales.....	55
4.1.2	Homogénéisation par méthode auto-cohérente	56
4.2	Effet de la formulation, de la mise en œuvre et de la masse volumique sur la conductivité thermique des matériaux étudiés.....	57
4.2.1	Composites à matrice minérale.....	57
4.2.2	Composites avec liant organique	59
4.3	Effet de l’humidité sur la conductivité thermique des composites	60
4.4	Effet de l’anisotropie sur la conductivité thermique des composites.....	63
4.5	Bilan et perspectives.....	63
4.5.1	Bilan	63
4.5.2	Perspectives.....	64
5	Comportement hygrothermique à l’échelle de la paroi.....	65
5.1	Introduction.....	65
5.2	Comportement hygrothermique en partie courante de la paroi non enduite	66
5.3	Comportement hygrothermique au droit de l’ossature bois pour la paroi non enduite	67
5.4	Comportement hygrothermique en partie courante de la paroi enduite.....	68
5.5	Conclusion et perspectives	68
5.5.1	Paroi test en laboratoire.....	68
5.5.2	Etude in-situ.....	70
6	Caractérisation mécanique à l’échelle du matériau.....	70
6.1	Méthodes.....	70

6.2	Résistance en compression	71
6.3	Modules apparents et élastiques	73
6.4	Bilan et perspectives.....	73
7	Autres caractérisations des matériaux.....	73
7.1	Analyse de cycle de vie	73
7.1.1	Introduction.....	73
7.1.2	Cas de base	74
7.1.3	Etude de sensibilité sur les enduits et l'épaisseur du béton de chanvre	76
7.1.4	Bilan et perspectives.....	77
7.2	Durabilité des matériaux	78
8	Conclusion : Bilan et perspectives	79
8.1	Bilan	79
8.2	Perspectives.....	82
9	Références bibliographiques	84

Annexes

Annexe 1 : [A16] S. Amziane, F. Collet, M. Lawrence, C. Magniont, V. Picandet, M. Sonebi, Recommendation of the RILEM TC 236-BBM: characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity, *Materials and Structures*. 50 (2017). doi:DOI 10.1617/s11527-017-1029-3.

Annexe 2 : [C31] M. Viel, F. Collet, et C. Lanos, « Chemical and hygrothermal characterization of agro-resources' by products as a possible raw building material », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017, p. 620-628.

Annexe 3 : [A2] F. Collet, M. Bart, L. Serres, J. Miriel, Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials, *Construction and Building Materials*. 22 (2008) 1271–1280. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.01.018.

Annexe 4 : [A8] F. Collet, J. Chamoin, S. Prétot, C. Lanos, Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes, *Energy and Buildings*. 62 (2013) 294–303. doi:10.1016/j.enbuild.2013.03.010.....

Annexe 5 : [A9] F. Collet, S. Prétot, Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content, *Construction and Building Materials*. 65 (2014) 612–619. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039.

Annexe 6 : [A14] B. Mazhoud, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, Development and hygric and thermal characterization of hemp-clay composite, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*. (2017) 1–11. doi:http://dx.doi.org/10.1080/19648189.2017.1327894.....

Annexe 7 : [C32] M. Viel, F. Collet, et C. Lanos, « Thermal insulation materials from renewable resources: Thermal and hygric performances », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017.....

Annexe 8 : [A11] F. Collet, S. Prétot, Experimental highlight of hygrothermal phenomena in hemp concrete wall, *Building and Environment*. 82 (2014) 459–466. doi:10.1016/j.buildenv.2014.09.018.....

Annexe 9 : [A17] B. Mazhoud, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, Mechanical properties of hemp-clay and hemp stabilized clay composites, *Construction and Building Materials*. 155 (2017) 1126–1137. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.08.121.

Partie 1 : Curriculum Vitae étendu

1 Etat civil

COLLET Florence (épouse FOUCAULT)

Née le 07/01/1977 à Rennes (35)

Mariée, 2 enfants

Maître de Conférences (60^{ème} section) depuis septembre 2005.

Université de Rennes 1

IUT Génie Civil et Construction Durable

Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique (EA 3913), Equipe Matériaux Thermo Rhéologie

Coordonnées professionnelles :

IUT Génie Civil et Construction Durable

Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique

3, rue du Clos Courtel

BP 90422

35704 Rennes Cedex

Tél. : 02.23.23.40.56

florence.collet@univ-rennes1.fr

2 Coursus académique

2004 : Doctorat de Génie Civil de l'Institut National des Sciences Appliquées (INSA) de Rennes, préparé au sein de l'Equipe Matériaux et Thermique de l'Habitat du Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM – EA 3913).

Travaux cofinancés par l'ADEME et le CEBTP.

Intitulé du mémoire : « **Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de Génie Civil à faibles impacts environnementaux** »

Soutenu le 14 décembre 2004 à l'INSA de Rennes - Mention Très Honorable.

Jury :

Président : Patrick GLOUANNEC, Professeur des Universités, IUP de Lorient

Rapporteur : Guy BASTIAN, Professeur émérite, IUT de Saint-Nazaire

Rapporteur : Jean BRAU, Professeur des Universités, INSA de Lyon

Directeur de thèse : Jacques MIRIEL, Professeur des Universités, IUT de Rennes

Co-encadrant : Marjorie BART, Maître de Conférences, IUT de Rennes

Co-encadrant : Laurent SERRES, Maître de Conférences, IUT de Rennes

Membre invité : Alain GRELAT, Directeur Scientifique, CEBTP de Saint Rémy Lès Chevreuse

**2000 : D.E.A. Aérodynamique et mécanique des fluides, Combustion, Thermique
Option Thermique - Mention AB**

ENSMA - Université de Poitiers (86)

**2000 : Ingénieur ESIP – Université de Poitiers,
Spécialité : Eclairage – Acoustique - Climatisation**

Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers (86)

1997 : DUT Génie Civil - Option Génie Climatique et Equipement du Bâtiment
IUT Génie Civil de Rennes (35)

1995 : Baccalauréat série S – option Physique Chimie – Mention AB

3 Parcours professionnel : dates clés

- Oct. 2000 – Déc 2004 : **Thèse de doctorat** – Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM), équipe Matériaux et Thermique de l’Habitat, INSA de Rennes.
- 2000 – 2003 : **Vacataire**, Université de Rennes 1 , IUT de Rennes - Département Génie Civil Construction Durable (GCCD).
- 2003 - 2005 : **Attachée Temporaire d’Enseignement et de Recherche**, Université de Rennes 1, IUT de Rennes Département GCCD - LGCGM
- Campagne 2005 : **Qualifiée en sections 60 et 62**
- Depuis sept. 2005 : **Maître de Conférences**, Université de Rennes 1, IUT de Rennes - Département Génie Civil Construction Durable Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM)

4 Activités de recherche

4.1 Laboratoire d’accueil

Je réalise mes travaux de recherche au sein du Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM) de Rennes. Ce laboratoire, classé « Equipe d’accueil » (EA 3913), est rattaché à deux établissements de tutelle : l’INSA de Rennes et l’Université de Rennes 1 (IUT de Rennes et Saint Malo). Il regroupe 7 professeurs, 35 maîtres de conférences, environ 35 doctorants et 7.5 personnels BIATSS.

Le LGCGM est structuré en trois équipes de recherche. L’équipe GEO SAX (Géomatériaux et ouvrages sous actions complexes) traite de la modélisation multi-échelle et multi-physique des géomatériaux dans leur environnement ainsi que de la modélisation multi-physique du comportement et de la durabilité des structures. L’équipe PSM (Procédés et Systèmes Mécaniques) travaille sur les matériaux, les procédés de mise en forme et d’assemblage ainsi que sur les systèmes mécaniques. Enfin, l’équipe MTRHEO (Matériaux, Thermo-Rhéologie) s’intéresse à la rhéologie et rhéométrie des fluides complexes, à la rhéologie du béton durci, à la synthèse et durabilité des matériaux minéraux, ainsi qu’à la caractérisation du transfert thermo-hydrrique et à l’énergétique. C’est au sein de l’équipe MTRHEO que je suis intégrée. **J’y pilote l’activité autour des matériaux bio-sourcés**, dans laquelle 6 permanents prennent part à l’heure actuelle. Ainsi, j’ai notamment été en charge de la **rédaction et de la présentation de cette thématique pour l’évaluation par l’HCERES** (vague B, campagne 2015-2016). Cette thématique est **reconnue comme point fort dans l’évaluation du laboratoire par l’HCERES** qui a souligné un rayonnement très bon et complet à tous les niveaux.

4.2 Historique et thématiques de recherche

Mon activité de recherche a débuté en 2000 dans le cadre de mon stage de recherche du DEA Aérodynamique et mécanique des fluides, Combustion, Thermique au Cemagref d’Antony (92), sous la direction de Jean MOUREH. Ce travail portait sur l’aérodynamique des camions frigorifiques avec pour objectif de caractériser expérimentalement et numériquement les performances aérodynamiques et thermiques de nouvelles configurations de soufflage, ceci afin d’améliorer la circulation d’air et le maintien en température des denrées transportées.

Désireuse d’orienter mes recherches autour des performances énergétiques et du confort des bâtiments, j’ai rejoint l’équipe Matériaux et Thermique de l’habitat du Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM) de Rennes (EA 3913) en octobre 2000 pour y réaliser ma **thèse sous la direction de Jacques MIRIEL**. Ces travaux ont été cofinancés par l’ADEME (Agence de l’Environnement et de la Maîtrise de l’Energie) et le CEBTP (Centre d’Etudes du Bâtiment et des Travaux Publics). Ils comprennent deux volets. Le sujet initialement proposé était basé sur la **résidence Salvatierra** à Rennes, seul bâtiment français du programme européen CEPHEUS (Cost Efficient Passive House as EUropean Standards) qui tend à définir un nouveau standard de bâtiments passifs applicable à travers l’Europe. Ainsi, il s’agissait de réaliser le suivi de la construction puis le suivi expérimental ayant pour objectif de mesurer les performances énergétiques de la résidence (enveloppe et systèmes) et d’y évaluer le confort thermique. Ces travaux ont fait l’objet de trois

rapports pour le comité de pilotage dans le cadre du programme européen CEPHEUS [K1]¹, d'un article dans une revue internationale [A1] et de communications en colloques internationaux ou nationaux [C1, C2, C3, D1, F2] mais ne sont finalement pas intégrés à part entière à mon mémoire de thèse. Le deuxième volet, ajouté à mon initiative, porte sur la **caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux** (bauge, béton de chanvre, enduit chaux-chanvre et laine de chanvre). En effet, ces matériaux étaient utilisés dans la construction de la résidence Salvatierra et de deux maisons pilotes à Montholier (39). Il s'est agi d'identifier les paramètres hygriques et thermiques à mesurer, de mettre en place les bancs expérimentaux nécessaires puis de réaliser les campagnes expérimentales et enfin les simulations. Ces travaux ont donné lieu à quatre articles dans des revues internationales [A2, A3, A5, A6] et trois communications dans des congrès [C4, F1, F3].

Les années universitaires 2003-2004 et 2004-2005, j'ai été recrutée en tant qu'**ATER** à l'Université de Rennes 1 (enseignement à l'IUT de Rennes, département Génie Civil - recherche au LGCGM). J'ai obtenu mon poste de maître de conférences en 2005.

Depuis 2004, je m'**investis dans le montage, l'animation et la coordination scientifique de plusieurs projets** : le projet régional **PRIR Ecomatx**, le projet **ANR BetonChanvre**, le **projet européen ISOBIO**. Ces projets sont présentés sections 4.4.1 et 4.4.2 et leurs résultats scientifiques sont détaillés en Partie 2 « Synthèses de mes travaux scientifiques – bilan et perspectives » de ce mémoire.

Sur cette période, j'ai également **encadré quatre doctorants** (deux thèses soutenues et deux en cours), **huit étudiants Master-Ingénieur, trois étudiants L2-L3 et un ingénieur d'études** (voir section 4.3). En particulier, j'ai mis en place le sujet de thèse de Brahim MAZHOUD (sur le développement de composites terre-chanvre) et je l'ai **défendu** au sein de l'équipe pour être choisi comme bénéficiaire de la bourse ministère. J'ai également **porté le dossier** de demande de bourse AMRUGE pour la thèse de Lydie THIEBLESSON. J'ai inclus le **financement de la thèse de Marie VIEL** lors du montage du projet ISOBIO. Enfin, j'ai obtenu un financement auprès de la DRIM pour le stage de Master de Marwa LAARADH-MSALLEM. Pour ces doctorants dont j'ai obtenu le financement des contrats doctoraux et pour lesquels j'ai assuré/j'assure l'encadrement quotidien, **je n'ai pu être mise directrice de thèse du fait que je n'ai pas l'HDR**.

Je suis impliquée dans plusieurs **réseaux** au sein desquels non seulement je participe mais j'assure **l'animation** de groupes et j'ai des **responsabilités**.

Depuis 2005, je suis membre de l'association Construire en Chanvre (CenC). J'ai été à l'initiative de la mise en place de son **collège développement scientifique et technique**, avec Laurent ARNAUD (ENTPE à l'époque) et j'ai représenté ce collège au sein du **conseil d'administration** pendant 2 ans. Je suis vice-présidente de Construire en Chanvre Bretagne depuis 2015. Temporairement (2012-2015), les activités du collège développement scientifique et technique CenC ont été déplacées vers Construction et Bio-ressources (suite à une sollicitation du ministère). J'étais alors copilote de la tâche relative à la caractérisation expérimentale du comportement hygrothermique des matériaux bio-sourcés.

J'ai tissé des liens avec ACROTERRER (André Sauvage) et l'IAUR sur des thématiques autour de la terre crue. Je suis membre du **conseil R&D** et de l'axe procédés du projet ECOMATERRE (section 4.4.4 *iii*).

J'ai été sollicitée par le région Bretagne pour être membre du **comité scientifique Breizh COP**. Ce comité scientifique a pour rôle d'éclairer le comité de pilotage rassemblant les acteurs bretons (l'Etat, les collectivités, les associations, les organismes consulaires...) dans l'élaboration du projet de développement durable de la Bretagne (environnement, aménagement, transport, économie...).

Enfin, je suis également impliquée au sein de comités techniques de la **Rilem** (<https://www.rilem.net/>). J'ai été **secrétaire du Technical Committee TC 236 -BBM** (Bio- aggregates based Building Materials) (2010-2015) et je suis désormais **secrétaire du comité technique TC HDB** (Hygrothermal and Durability of Bio-based materials) dont l'activité a débuté en mars 2017 [<https://www.rilem.net/groupe/hdb-hygrothermal-behaviour-and-durability-of-bio-aggregate-based-building-materials-349>].

Durant mes années de recherche, j'ai également contribué à **7 contrats industriels** et été la responsable scientifique de 4 d'entre eux (pour un montant total de **124 k€**).

¹ Les références [X00] sont données dans ma production scientifique, Partie 1 – section 5

Au bilan, **mes thématiques** de recherche se sont initiées autour des performances énergétiques (enveloppe et système) et du confort des bâtiments. Je me suis alors intéressée à la caractérisation hygrique, thermique et hygrothermique de l'échelle du matériau à l'échelle de la paroi. Ensuite, mes travaux se sont étendus à la formulation en vue d'améliorer la mise en œuvre et les performances multi-physiques et environnementales des matériaux. Mes travaux ont alors également porté sur la caractérisation mécanique, l'analyse de cycle de vie des matériaux et désormais la durabilité des matériaux. **Ma production scientifique**, recensée Partie 1 – section 5, compte 19 articles dans des revues internationales, 4 articles dans des revues nationales, 56 communications dans des congrès (37 dans des congrès internationaux et 19 dans des congrès nationaux). **Les étudiants que j'ai encadrés sont co-auteurs de 31 de ces articles** (6 revues internationales, 3 revues nationales et 22 congrès). J'ai également contribué à la rédaction de 3 chapitres dans des ouvrages et été à la direction d'un ouvrage. L'expertise développée m'a permis d'être invitée pour donner 6 conférences « invitée » et j'ai également réalisé 13 autres présentations pour des workshops ou pour la promotion de la recherche et sa vulgarisation.

Porteuse de la thématique autour des bio-sourcés au sein de notre équipe de recherche, j'ai notamment été en charge de la **rédaction et de la présentation de cette thématique pour l'évaluation par l'HCERES** qui a reconnu cette thématique comme point fort du laboratoire.

4.3 Encadrements

Durant mes travaux de recherche, j'ai co-encadré quatre doctorants (deux thèses soutenues, deux en cours), huit étudiants Master-Ingénieur, un ingénieur d'études et trois étudiants L2-L3. J'ai été à l'initiative et encadrant principal de la plupart de ces travaux.

4.3.1 Doctorants (4)

i. Julien CHAMOIN, « Optimisation des propriétés (physiques, hydriques et mécaniques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation ».

Directeur de thèse : J. MIRIEL

Encadrement : F. COLLET 50%, C. LANOS 30 %, S. PRETOT 20 %.

Cette thèse a bénéficié d'une allocation Ministère « thématique ». Elle s'inscrit dans les thématiques des projets ANR Betonchanvre et PRIR Ecomatx. Il s'agit :

- d'une part, de caractériser les propriétés physiques (porosité, stockage et transfert d'humidité, caractéristiques mécaniques...) des matériaux initialement fabriqués par les partenaires industriels du projet (plusieurs formulations fonction du type d'utilisation) ;
- d'autre part, de développer de nouvelles formulations et d'évaluer leur impact sur l'évolution des propriétés des bétons de chanvre.

Cette thèse a été soutenue le 04 juillet 2013 devant le jury composé de :

Président et Rapporteur : Patrick SALAGNAC, Professeur, Université La Rochelle

Rapporteur : Patrick GLOUANNEC, Professeur, Université Bretagne Sud

Examineur : Laurent ARNAUD, Docteur HDR, directeur ENSAM Cluny

Examineur : Christophe LANOS, Professeur, Université Rennes 1 / examinateur

Co-encadrant de thèse : Florence COLLET, Maître de Conférences, Université Rennes 1

Co-encadrant de thèse : Sylvie PRETOT, Maître de Conférences, Université Rennes 1

Cette thèse a débuté en octobre 2008 et a été soutenue le 04 juillet 2013. En effet durant sa thèse, Julien CHAMOIN a eu des soucis de santé et psychologiques récurrents ayant nécessité le recours à la cellule de soutien de l'université. Ces soucis justifient une durée de thèse longue, le soutien a permis de mener la thèse à son terme. Julien CHAMOIN est désormais **enseignant-chercheur en CDI à l'école d'ingénieurs HEI de Lille**.

Ces travaux ont été valorisés dans **deux articles dans des revues internationales** à comité de lecture reconnues [A8,A12], **deux articles dans des revues nationales** [B1,B2], **quatre communications dans des colloques internationaux** [C11,C23,C24,E3] ainsi que dans **quatre communications dans des conférences nationales** [F4,F7,F8,G1].

ii. **Brahim MAZHOU, « Elaboration et caractérisation mécanique, hygrique et thermique de composites bio-sourcés. ».**

Directeur de thèse : C. LANOS

Encadrement officiel : F. COLLET 50%, C. LANOS 25 %, S. PRETOT 25 %.

L'école doctorale ne prenant pas en compte les encadrements que pour un taux minimal, la répartition est affichée à 25 % pour mes deux collègues, il reste donc 50 % pour moi. Etant à l'initiative de cette thèse, **dans la réalité mon implication est beaucoup plus importante (70 %).**

Cette thèse a bénéficié d'une allocation normale.

Elle a débuté en octobre 2014 et été soutenue le 12/12/2017 devant le jury composé de :

Président et Rapporteur : Sofiane AMZIANE, Professeur, Polytech Clermont-Ferrand, Institut Blaise Pascal

Rapporteur : Mohamed BOUTOUIL, Docteur – HDR, ESITC Caen

Examineur : Gilles ESCADEILLAS, Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse III

Directeur de thèse : Christophe LANOS, Professeur, Université de Rennes 1

Co-encadrant de thèse : Florence COLLET, Docteur, Université de Rennes 1

Co-encadrant de thèse : Sylvie PRETOT, Docteur, Université de Rennes 1

Dans l'esprit d'un matériau qui exploite au mieux les ressources locales, les objectifs du projet sont de développer un mélange terre-chanvre sur les bases suivantes : (i) matrice à base de terre stabilisée (potentiel ajout de liant hydraulique peu dosé, activation thermique et couplage à un liant pouzzolanique...) (ii) Acquisition de résistance rapide pour un démoulage au jeune âge. Il s'agit de caractériser les performances des matériaux développés : mécaniques, hygriques et thermiques.

Ces travaux ont donné lieu à **deux articles dans des revues internationales [A14, A17] différentes communications dans des colloques internationaux [C19, C25, C28, C29] et nationaux [F15](Mazhoud, 2017a)².**

De plus, à l'issue de ces travaux, une collaboration est en cours de mise en place avec l'**entreprise ACEIS** pour exploiter ces travaux et **transcrire ces matériaux à l'échelle industrielle**. Une exploitation est également envisagée dans le cadre de deux projets immobiliers du programme ECOMATERRE.

iii. **Lydie Marcelle THIEBLESSON, «Caractérisation du comportement d'éco-matériaux avec incorporation de déchets de papiers (caractérisation physique, mécanique, hygrothermique)».**

Thèse en cotutelle avec l'Université Félix Houphouët Boigny – Abidjan débutée en janvier 2015.

Directeur de thèse (France) : C. LANOS

Encadrement : F. COLLET 40%, S. PRETOT 30 %, C. LANOS 20 %, H. KOUAKOU 10%.

Suite à une sollicitation de la part de Lydie Marcelle THIEBLESSON en 2013, j'ai été **porteuse du dossier de demande de bourse AMRUGE** (Appui à la Modernisation et à la Réforme des Universités et Grandes Ecoles de la Côte d'Ivoire), financée dans le cadre du Contrat de Désendettement et de Développement de la Côte d'Ivoire. Une fois le financement acquis, je me suis également chargée de **mettre en place la co-tutelle** entre l'université d'Abidjan et l'université de Rennes 1.

L'objectif de cette thèse est de fabriquer des éco-matériaux en exploitant au mieux les ressources locales. L'intérêt écologique de ces matériaux repose : (i) sur une énergie de fabrication moindre par rapport à celle des matériaux élaborés tels que les ciments, métaux... (ii) sur la valorisation de déchets locaux (amidon de manioc) ou sur l'utilisation de ressources renouvelables (fibres végétales : chanvre, lin, riz...) ou recyclables (papier, plastique...), (iii) sur la réduction des distances de transport. Ces éco-matériaux, destinés à être utilisés en cloison intérieure ou en plafond, sont également caractérisés d'un point de vue physique, thermique, hygrique et mécanique.

Ces travaux ont donné lieu à **un article dans une revue internationale [A19], un article dans une revue nationale [B4], deux communications dans des colloques internationaux [C26, C30] et une communication dans un colloque national [F16].**

² Les références (auteurs, date) sont données dans la bibliographie, Partie 2 – section 9

iv. Marie VIEL, « Développement de composites bio-sourcés destinés à l'isolation des bâtiments. »

Directeur de thèse (France) : C. LANOS

Encadrement : F. COLLET 60%, C. LANOS 40 %.

Cette thèse est financée dans le cadre du projet européen ISOBIO (II.4.3), nous l'avons en effet intégrée lors du montage de ce projet. Elle a débuté en octobre 2015.

Il s'agit de développer des composites bio-sourcés destinés à l'isolation des bâtiments. Les produits développés doivent permettre d'atteindre les objectifs fixés en terme de réduction d'emprunte carbone et de performance énergétique dans le cadre du projet ISOBIO. Les ressources biosourcées étudiées sont les sous-produits de la culture du lin et du chanvre ainsi que du maïs, du blé et du colza. La valorisation la plus large possible de ces agro-ressources est particulièrement visée. Il s'agit notamment de développer des liants agro-sourcés en vue de réaliser des composites. Les composites développés sont ensuite caractérisés d'un point de vue hygrothermique et mécanique.

Les publications sur ces travaux de thèse ont été initiés en 2017 avec **3 communications en congrès international [C31, C32, C33]**. Un article est également soumis à la revue *Industrial Crops and Products*.

4.3.2 Master-Ingénieurs (8)

i. Sabine HOFFMANN, « Simulation d'une installation solaire sous TRNSYS et étude du comportement thermique d'un mur en bauge »

Stage ingénieur – Fachschule de Stuttgart (Allemagne)

2001 - 2002 : 6 mois

F. COLLET 60%, L. SERRES 25%, J. MIRIEL 15 %

Ce travail est venu en appui du suivi expérimental de la résidence Salvatierra.

ii. Paul BYRNE, « Simulation de la pompe à chaleur sous TRNSYS »

Stage de Master Recherche – INSA Rennes

2005 : 6 mois

F. COLLET 40%, L. SERRES 40%, J. MIRIEL 20 %

Ce travail s'est fait en complément des mesures et analyses des performances de la résidence Solaris.

Paul BYRNE a ensuite réalisé une thèse au sein du LGCGM. Il est actuellement **maître de conférences** à l'université de Rennes 1 – IUT de Rennes, Département Génie Civil Construction Durable.

iii. Xavier BIHAN, « Evolution de la résistance mécanique en traction et en compression du béton de chanvre et de l'enduit chanvre chaux au cours du temps - Mesure de la perméabilité à la vapeur de matériaux à faibles impacts environnementaux. »

Stage de Master Recherche – INSA Rennes

2006-2007 : 7 mois

F. COLLET 100%

Ce stage s'est déroulé en appui du projet PRIR Ecomatx.

Xavier BIHAN est actuellement agent de représentation **technico-commerciale** de PME françaises innovantes sur le **marché brésilien**, en particulier dans le domaine des matériaux.

iv. Julien CHAMOIN, « Caractérisation hygrothermique de matériaux à base de chanvre »

Stage de Master 2 Pro & Recherche – UBS

2007-2008 : 8 mois

F. COLLET 50%; S. PRETOT 50%

Ce stage s'est déroulé en appui du projet PRIR Ecomatx. Les travaux réalisés ont donné lieu à **1 communication dans un colloque international [C10]**.

Julien CHAMOIN a ensuite réalisé une **thèse** que j'ai également co-encadrée.

v. **Charles GARNIER, « Etude de l'impact environnemental du béton de chanvre. »**

Stage de Master – ENS Cachan

2009-2010 : 5 mois

F. COLLET 40%; S. PRETOT 40%, C. LANOS 20%

Ce stage s'est déroulé en appui du projet ANR BetonChanvre (§4.4.1) et a donné lieu à un **congrès international** [C15]. La poursuite des travaux a donné lieu à un article dans une **revue internationale** [A10].

Charles GARNIER est ensuite devenu **doctorant** au LIMSI (Laboratoire d'Informatique pour la Mécanique et les Sciences de l'Ingénieur) - Orsay

vi. **Georges BONDA KOUEKAM, « Caractérisation hydrique de matériaux à base de chanvre »**

Stage de Master Recherche Mécanique et Génie Civil – INSA Rennes

2011-2012 : 4 mois

F. COLLET 60%; S. PRETOT 40%

J'ai été à l'initiative de ce stage qui s'est déroulé en appui d'un contrat industriel VICAT [L5], **permettant de le financer**. Ce stage n'a pu donner lieu à publication du fait de la confidentialité requise dans le cadre du contrat industriel.

vii. **Brahim MAZHOUD, « Caractérisation hydrique et thermique de matériaux à base de chanvre »**

Stage de Master Recherche Mécanique et Génie Civil – INSA Rennes

2013-2014 : 4 mois (15/02/2014-15/06/2014)

F. COLLET 65%; S. PRETOT 35%

Ce stage de master a donné lieu à un article dans **une revue internationale** à comité de lecture reconnue [A12] et une communication dans **un colloque international** [C21].

Brahim MAZHOUD est ensuite devenu doctorant au sein de notre laboratoire.

viii. **Marwa LAARADH-MSALLEM, « Caractérisation mécanique et thermique de matériaux à base de terre. »**

Stage de Master Recherche Mécanique et Génie Civil – INSA Rennes

2014-2015 : 4 mois (16/02/2015-16/06/2015)

F. COLLET 50%; S. PRETOT 50%

Pour ce stage, **j'ai obtenu un financement** de la DRIM (Direction des Ressources Immobilières de l'université). En effet, la DRIM s'inscrit dans une démarche de développement durable aussi bien pour l'entretien et la restauration que pour le développement du parc immobilier de l'université. Elle s'intéresse aux matériaux alternatifs.

4.3.3 Ingénieur d'études (1)

Anthony BEBIN, ingénieur d'études contractuel

2009-2010 : 6 mois - F. COLLET 60 % ; S. PRETOT 40%

Dans le cadre du projet PRIR Ecomatx, nous avons employé Anthony BEBIN comme ingénieur d'études contractuel. Je l'ai encadré pour l'étalonnage de la métrologie que j'ai mise en place, avec lui, au niveau de la paroi test étudiée.

4.3.4 Autres (3)

i. **Erwan OLIVO, « Evaluation des pertes énergétiques dans la boucle de distribution de l'eau chaude sanitaire de la résidence Salvatierra - Etude d'un scénario de diminution du débit dans cette boucle visant à diminuer ces pertes énergétiques »**

stagiaire de l'IUT de Lorient - Département Génie Thermique et Energie.

2002 : 9 semaines - F. COLLET 100%

Ce travail vient en appui du suivi expérimental de la résidence Salvatierra.

ii. Sabrina GUERIN, « Etude du réseau de VMC double flux de la résidence Salvatierra »

projet de fin d'études - IUT de Rennes, département Génie Civil
2002 : 4 semaines - F. COLLET 100%

Ce travail vient en appui du suivi expérimental de la résidence Salvatierra.

iii. Rilker Franca Rocha, « Amélioration de la résistance à l'eau de liants verts développés dans le cadre du projet ISOBIO par traitement enzymatique »

CEFET de Belo Horizonte /MG semestre 8 (Brésil)
2016-2017 : 3 mois (04/09/17-20/12/2017) - M. VIEL 60%, F. COLLET 40%

Ce stage se déroule en appui du projet ISOBIO et dans le cadre d'un échange avec le CEFET de Belo Horizonte (Brésil).

4.4 Activités d'animation – recherche

Depuis mon poste d'ATER, je m'investis dans le montage, l'animation et la coordination scientifique de projets de recherche et de contrats industriels.

4.4.1 Projets PRIR Ecomatx (régional) et ANR Bétonchanvre (national)

Suite à ma soutenance de thèse, une collaboration avec le LIMATB (anciennement LET2E) de l'Université de Bretagne Sud a été initiée. **J'ai monté** avec Patrick GLOUANNEC (UBS) et Jacques MIRIEL (UR1) deux projets relatifs au béton de chanvre : le projet régional PRIR Ecomatx et le projet national ANR Bétonchanvre. Ces deux projets, rejetés lors de leur premier dépôt en 2005, ont été élus lors de leur deuxième dépôt en 2006. Nous les avons donc menés en appui l'un de l'autre sur la période 2007-2010. J'ai contribué à **l'animation et à la coordination scientifique** de ces projets, avec Jacques MIRIEL puis avec Christophe LANOS lorsque Jacques MIRIEL a été nommé directeur de l'IUT de Rennes en septembre 2008.

Les sections suivantes présentent les deux projets puis les productions qui en sont issues (de nombreuses productions étant relatives aux deux projets à la fois).

i. Projet PRIR Ecomatx « Eco-matériaux appliqués à la construction ; Optimisation de la fabrication et étude du comportement thermique et hydrique du béton de chanvre »

Ce programme de recherche pluridisciplinaire a été développé par deux équipes de recherche bretonnes : l'équipe « Thermique Et Énergétique » du LIMATB de l'UBS (porteur du projet) et l'équipe Matériaux, Thermo-Rhéologie du LGCGM de l'UR1. Il a été mené en collaboration avec trois partenaires industriels représentatifs de la filière béton de chanvre au niveau régional mais également national : la Société SI2C (Société Innovante de Construction en Chanvre) qui met en œuvre le béton de chanvre par projection, la Société EASY CHANVRE qui fabrique des blocs de béton de chanvre et la société Terrachanvre qui produit et commercialise un chanvre fibré.

Ce projet s'est déroulé sur la période de janvier 2007 à décembre 2010. D'un coût total de 565 k€, il a bénéficié d'une aide de 181 k€.

Outre l'aide apportée au développement en région Bretagne de la filière chanvre -Bâtiment, l'objectif de ce projet est de comprendre le comportement thermo-hydrique de tels matériaux afin d'en améliorer la mise en œuvre et de certifier leurs performances. Les caractérisations sont menées sur les compositions de référence (compositions initialement utilisées par les partenaires industriels).

Ce projet comprend deux étapes d'une durée d'environ 18 mois chacune :

- Étape N°1 : Etude du séchage et caractérisation des matériaux des partenaires industriels
 - o Etude des cycles de séchage et de la chimie du matériau, caractérisation physique et mécanique et évolution dans le temps de ces matériaux ;
 - o Détermination des propriétés thermiques et hygriques pour différents taux d'humidité des matériaux béton de chanvre de référence (compositions utilisées par les partenaires industriels).
- Étape N°2 : Étude à l'échelle de la paroi des phénomènes de transferts thermiques et hygriques

o expérimentation en ambiance contrôlée (cellule d'essai climatique) ;
 o développement de modèles numériques de simulation des phénomènes de transfert et de transport dans la paroi et des interactions ambiance/paroi.

Pour ma part, outre le montage et la coordination, ma contribution implique la fabrication des échantillons et la mesure des propriétés hygriques et thermiques des bétons de chanvre à l'échelle du matériau et à l'échelle de la paroi. J'ai notamment mis en place un dispositif expérimental permettant d'étudier la réponse d'un mur (à l'échelle 1) à des sollicitations hygrothermiques (enceinte bi-climatique de grande taille (7x4 m²) dans laquelle une paroi test instrumentée sépare deux ambiances contrôlées). Cet équipement a été mis en place conjointement et de façon jumelle au LIMATB et au LGCGM. Le contenu des travaux scientifiques que j'ai réalisés est détaillé dans le chapitre II, sections 3 et 6.

Lors de ce projet, j'ai encadré **deux stages de Master Recherche** (Xavier BIHAN et Julien CHAMOIN).

ii. ANR Bétonchanvre « Optimisation procédés de fabrication du béton de chanvre »

Ce projet a réuni trois laboratoires (LET2E devenu LIMATB - Lorient, LGCGM-Rennes et Gem-Saint Nazaire) et deux partenaires industriels (SI2C et EASY CHANVRE). Il s'est déroulé sur la période de mai 2007 à novembre 2010. Il a bénéficié d'une aide de 378 k€ (dont 140 k€ pour le LGCGM).

Par rapport au savoir-faire industriel et aux études disponibles dans la littérature lors du dépôt du projet, un des premiers enjeux était de quantifier l'impact des constituants et des procédés de mise en œuvre sur les cinétiques de séchage/prise et les performances finales (mécaniques, thermiques et hygriques) du matériau. En effet, les résultats scientifiques, présents dans la littérature, relatifs aux propriétés mécaniques, thermiques et hydriques du béton de chanvre, peuvent varier de façon importante d'une étude à l'autre et ne sont pas forcément représentatifs du matériau en usage. Les mises en œuvre différentes, et l'hétérogénéité du matériau qui induit des difficultés pour la détermination de ses propriétés nécessite de disposer d'outils de caractérisation adaptés. Dans un deuxième temps, l'objectif était d'améliorer les performances du matériau en intervenant sur les procédés de mise en œuvre et les compositions. En parallèle une analyse du cycle de vie a été menée.

Dans une première phase, environ 150 blocs (dimensions 30cm*30cm*16cm) correspondant à des formulations utilisées par les partenaires industriels ont été fabriqués et expertisés. Dans une seconde phase, plus de 150 blocs complémentaires ont permis de tester de nouvelles formulations et des modifications apportées aux procédés de mise en œuvre par projection.

Outre le montage et la coordination, je me suis impliquée dans la formulation et la fabrication des échantillons, dans la mesure des propriétés hygriques et thermiques des bétons de chanvre et dans l'analyse de cycle de vie. Le contenu des travaux scientifiques que j'ai réalisés sont détaillés dans la partie 2.

Dans le cadre de ce projet, j'ai encadré **une thèse** (Julien CHAMOIN) et **un stage de Master Recherche** (Charles GARNIER).

iii. Valorisation : production scientifique et brevet

Le projet PRIR Ecomatx et le projet ANR Bétonchanvre étant adossés l'un à l'autre, les productions incluent souvent une part des deux projets.

A l'issue des deux projets, la production scientifique comptait : 1 article dans une revue internationale à comité de lecture (soumis), 2 articles dans des revues nationales (soumis), 9 communications dans des congrès internationaux, 12 communications dans des congrès nationaux, 2 conférences de vulgarisation et 4 autres types de communication. Les articles soumis ont été acceptés après la fin de ces projets. **La production s'est poursuivie au-delà de décembre 2010.**

Pour ma part, en tout, j'ai contribué à **5 revues internationales** [A7-11], **2 revues nationales** [B1-2], **11 congrès internationaux** [C9-16][C23-24][E3], **8 congrès nationaux** [F4-10][G3] et **1 autre type de communication** (Participation au séminaire scientifique « Construire en Chanvre », Ministère de l'agriculture, 16-17 septembre 2008 Paris). La référence [G3] correspondant au colloque ANR Bilan MatPro.

Enfin, la lance de projection développée dans le cadre de l'ANR Bétonchanvre a également conduit au **dépôt d'un brevet** par la société SI2C.

4.4.2 Projet européen ISOBIO «Development and Demonstration of Highly Insulating, Construction Materials from Bio-derived Aggregates»

Les collaborations initiées avec l'université de Bath au sein des comités techniques Rilem dont je suis secrétaire m'ont permis de contribuer au montage puis à l'animation scientifique du **projet européen ISOBIO** [<http://isobioproject.com/>] dont je suis **co-responsable pour l'UR1** avec Christophe LANOS.

Ce projet regroupe 11 partenaires européens dont 1 laboratoire privé - coordinateur du projet, 2 laboratoires universitaires et 9 partenaires industriels. Il a été initié en février 2015 pour une durée de 4 ans. Les ressources financières de l'équipe adossées à ce projet sont conséquentes (total de 900 k€ sur 4 ans). Ce projet permet de financer 1.5 technicien et d'accueillir 2 doctorants (Marie VIEL dont le financement a été intégré lors du montage du projet et Valentin COLSON qui bénéficie d'une bourse CIFRE avec la CAVAC, partenaire du projet). J'ai réalisé le **recrutement de ces quatre personnes** avec Christophe LANOS et **j'encadre la thèse de Marie VIEL**.

Ce projet européen est dédié au développement d'une nouvelle génération de matériaux isolants pour la construction reposant sur la combinaison de granulats d'origine végétale présentant une faible empreinte carbone avec des liants innovants. Ce projet est organisé en dix workpackages. La première étape porte sur la caractérisation des matières premières et le développement de liants. Ensuite, il s'agit de développer les composites à l'échelle du laboratoire puis de les transposer à l'échelle industrielle. Les matériaux développés sont caractérisés à l'échelle du matériau (mécanique, hygrique, thermique) puis à l'échelle de la paroi (comportement hygrothermique). Enfin, ces matériaux seront mis en œuvre et testés dans deux bâtiments démonstrateurs (un en Angleterre et un en Espagne).

Je contribue à 6 des 10 workpackages, sur la caractérisation des matières premières, le développement et la caractérisation du liant, le développement et la caractérisation des composites (échelle matériau et paroi), la communication. Mon implication sur 2015 et 2016 est de 9,95 homme.mois (3.55 en 2015 et 6.41 en 2016). Je participe à la coordination du projet, ainsi qu'à la rédaction des rapports (six-weekly reports, quaterly reports, deliverables, milestone reports). J'ai également contribué à l'organisation de la réunion des 12 mois du projet et à l'organisation du workshop qui a accueilli plus de 40 personnes le 04/02/2016 à Rennes.

Le contenu scientifique des travaux développés au cours de ce projet est présenté dans la synthèse des travaux. A l'heure actuelle, ma production scientifique associée à ce projet compte **4 communications en congrès internationaux** [C27][C31-C33] et **1 communication en colloque national** [F14].

4.4.3 Contrats privés

L'expertise développée m'a permis de prendre part et de diriger différents programmes de Recherche et Développement ou conventions d'études. Il peut s'agir de prestations ponctuelles mais aussi de partenariat durable. Les prestations finalisées s'élèvent à un total de **105 556 €**. A l'heure actuelle, nous réalisons un contrat (Lafarge) d'un montant total de **28 270 €** dont 18 150 € seront facturés en 2017.

Ces fonds sont utilisés pour l'**achat de consommables**, l'**entretien d'équipements** mais également pour le **financement de déplacements** (congrès, réunions) et de l'**activité scientifique**.

i. Résidence Salvatierra (octobre 2000 à novembre 2003 - 38 112 €)

Sur la période allant d'octobre 2000 à novembre 2003, j'ai participé au suivi de la résidence Salvatierra. Cette résidence s'inscrit dans le cadre du programme européen CEPHEUS. Il s'agissait *(i)* de réaliser le **suivi de chantier** en participant aux réunions hebdomadaires, *(ii)* d'**instrumenter** l'enveloppe et les équipements permettant ensuite de réaliser le suivi des **performances énergétiques** de la résidence (relevés hebdomadaires) et *(iii)* de réaliser une **enquête de satisfaction** en trois volets auprès des résidents. J'ai participé aux **réunions du comité de pilotage** et assuré la **rédaction des rapports** [K1]. Enfin, j'ai également fait une **présentation auprès des résidents** concernant les performances de la résidence et les « bonnes pratiques » à avoir en tant qu'usager. J'ai été l'acteur principal du LGCGM pour ce contrat.

ii. Maison de l'enfance de Rostrenen (2005 - 2 700 €)

En 2005, nous avons réalisé, pour la maison de l'enfance de Rostrenen, une **étude thermique réglementaire associée à une étude thermique en régime dynamique**, ainsi qu'une approche technico-économique des systèmes de chauffage et ventilation [L1].

iii. Terrachanvre (2011 - 2 100 €)

Notre laboratoire est **réfèrent pour l'association Construire en Chanvre**. Ainsi, en 2011, la société Terrachanvre nous a sollicités pour la caractérisation de deux formulations de bétons de chanvre (utilisant les chènevottes Terrachanvre et de la chaux Batichanvre L de Saint Astier) en vue de leur **validation** par l'association Construire en Chanvre [L4].

iv. Vicat (2010 - 4 090 € ; 2011 - 4 884 € ; 2013 - 43 470 €)

Nous avons réalisé plusieurs prestations de recherche pour le **groupe VICAT**. En 2010, l'étude porte sur des **enduits** constitués d'un mélange de chaux et de ciment naturel couplé à une charge végétale de type chènevotte. L'objectif est d'évaluer les performances mécaniques de tels enduits en réalisant des tests de compression [L3]. La même année, nous avons également étudié trois types de **béton de chanvre** d'un point de vue thermique. L'étude porte sur la conductivité après stabilisation à (23°C ; 50%) et après stabilisation à 23°C en chambre sèche [L2]. En 2011, nous avons réalisé **l'analyse de cycle de vie** d'un mur en béton de chanvre réalisé à l'aide d'un liant commercial VICAT : le ciment naturel prompt. Le système comprend le mur en béton de chanvre avec ossature bois et enduit intérieur et extérieur. L'objectif de cette étude est de fournir un résultat dont le format se rapproche des fiches de déclaration environnementale pour les matériaux de construction [L5]. Enfin, en 2012-2013, une nouvelle étude porte sur la **caractérisation hygrique et thermique de sept formulations** de béton de chanvre destinées à une application mur. Ce contrat d'une durée de dix mois a pour objectif de caractériser les performances de ces sept formulations afin d'identifier les plus pertinentes d'un point de vue performance hygrothermique en phase d'usage du bâtiment [L6]. Je suis la **responsable scientifique** des contrats liés aux propriétés hygrothermiques et à l'analyse de cycle de vie (montant total 48 354 €).

v. Agrochanvre (2016 – 1 300 €)

Le LGCGM étant laboratoire réfèrent Construire en Chanvre, la société Agrochanvre nous a confié la caractérisation de ses chènevottes en vue de l'obtention du label Chanvre Bâtiment. L'étude porte sur les mesures de la masse volumique apparente (et de la teneur en eau correspondante), de la granulométrie, du taux de poussière et de la conformité en couleur [L7]. Je suis la **responsable scientifique** de ce contrat.

vi. Lift Face (2016 – 8 900 €)

La société Lift Face réalise ses propres mélanges pour la réalisation d'enduits isolants. Suite à ma présentation lors des 1ères rencontres régionales Construire en Chanvre Bretagne, la société Lift Face nous a contactés pour réaliser la caractérisation de ses **enduits isolants**. Cette prestation s'est déroulée en deux étapes. Dans un premier temps, deux types d'enduit ont été caractérisés. Ensuite, après développement de nouvelles formulations par la société Lift Face, une nouvelle campagne de caractérisation a été réalisée [L8]. Je suis la **responsable scientifique** de ce contrat.

vii. Lafarge (2017 - 18 150 € ; 2018 - 5 060 € ; 2019 - 5 060 €)

La société Lafarge France nous a sollicités afin de réaliser le suivi du comportement hygrothermique d'un **bâtiment en colombage rénové avec du béton de chanvre**. L'instrumentation porte sur huit parois : le plancher bas, le plancher haut, la paroi sud au droit du béton de chanvre, la paroi sud au droit de l'ossature du colombage, la paroi sud au niveau du soubassement anciennement rénové, la paroi sud au niveau du soubassement actuellement rénové, la paroi nord au sein du béton de chanvre, la paroi nord au droit de l'ossature du colombage. Les ambiances intérieure et extérieure sont également instrumentées. Je suis **co-responsable** de ce contrat avec Christophe LANOS.

4.4.4 Responsabilité de réseaux thématiques

i. Réseau international : Rilem, secrétaire de 2 comités techniques (TC 236 – BBM et TC HDB)

A l'échelle internationale, je suis investie dans les comités techniques de la Rilem. J'ai été **secrétaire du TC 236 - BBM (Bio- aggregates based Building Materials) de la Rilem** (2010-2015) (http://www.rilem.org/gene/main.php?base=8750&gp_id=257). L'objectif de ce comité technique était de définir des méthodes de mesure adaptées aux granulats végétaux et aux composites constitués de ces matières premières. Ce comité intègre une trentaine de membres de neuf nationalités différentes. J'étais **rapporteuse** sur les travaux relatifs à la masse volumique et à la conductivité thermique. Les travaux menés au sein de ce groupe ont donné lieu à des **recommandations sur la caractérisation des granulats bio-sourcés**, présentées lors de la **conférence invitée à l'ICBBM 2015** [I4] et publiées dans la **revue internationale Materials And Structure** [A16]. Les travaux sur les propriétés mécaniques des bétons de chanvre ont donné lieu à une communication dans une **conférence internationale** [C22] ainsi qu'à un article dans **une revue internationale reconnue** [A13]. Ces travaux ont également donné lieu à la rédaction d'un **ouvrage State of The Art**, présenté en mars 2016 lors de la Rilem Week à Paris. Je suis **co-éditeur de cet ouvrage** paru en février 2017 aux éditions springer pour lequel j'ai rédigé le chapitre 6 (24 pages)[H3] (<http://link.springer.com/10.1007/978-94-024-1031-0>).

Suite au TC 236 - BBM, nous avons monté un nouveau comité technique s'intéressant au comportement hygrothermique et à la durabilité des matériaux bio-sourcés. Le **TC 275 HDB (Hygrothermal behaviour and Durability of Bio-aggregate based building materials)** compte à l'heure actuelle 25 membres de 7 nationalités différentes, dont le chair est Sofiane AMZIANE et je suis la **secrétaire** (http://www.rilem.org/gene/main.php?base=8750&gp_id=349).

ii. Réseaux nationaux : Construire en Chanvre, Construction et Bio-ressources

A l'échelle nationale, depuis 2005, je suis impliquée au sein de l'association Construire en Chanvre. Avec Laurent ARNAUD, désormais directeur de l'ENSAM Cluny, j'ai **mis en place le collège Développement Scientifique et Technique (DST)** dont j'ai été la **représentante au sein du conseil d'administration**. Cette association rassemble des adhérents de différentes origines (producteurs, entreprises de mise en œuvre, maîtres d'ouvrage, maîtres d'œuvre, fabricants, chercheurs, distributeurs...). Il s'agit de faire évoluer et acquérir des savoir-faire et des connaissances ainsi que de former de nouveaux professionnels. Le collège DST définit les méthodes d'essais unifiées dédiées à l'identification du comportement mécanique et thermique du béton de chanvre.

Désormais, l'association se restructure par région, je suis **vice-présidente** de l'association **Construire en Chanvre Bretagne**.

Au sein de la plateforme **Construction et Bioressources**, j'étais membre du groupe de travail sur le comportement hygrothermique des matériaux bio-sourcés qui a été mis en place en 2012 (C&B a cessé ses activités fin 2014). L'objectif était d'approfondir les connaissances du comportement hygrothermique des parois constituées de matériaux biosourcés, afin de bien l'appréhender et de pouvoir **intégrer dans les futures réglementations**. J'étais **copilote** de la tâche relative à la caractérisation expérimentale du comportement hygrothermique des matériaux bio-sourcés.

iii. Réseaux régionaux : en lien avec l'IAUR

A l'échelle régionale, je me suis également investie dans des groupes de travail mis en place par l'IAUR (Institut d'Aménagement et d'Urbanisme de Rennes). Les collaborations initiées avec l'IAUR m'ont conduit à **obtenir un financement pour un stage de Master** sur la période février à juin 2015 (financement obtenu auprès du service de ressources immobilières de l'Université de Rennes 1). La poursuite du travail a permis de répondre à un Appel à Manifestation d'Intérêt à travers « l'AMI Terre crue ». Au sein de cet AMI, devenu le projet ECOMATERRE, je suis membre de l'axe procédés et du **Conseil à la Recherche et au Développement**. Ce programme de recherche a pour objectif de développer des matériaux innovants à base de terre crue, en vue d'une utilisation dans des constructions contemporaines. Le CRD a pour rôle de coordonner, d'animer et de réguler les moyens mis à la disposition des équipes. L'appel à projet a été lancé en janvier 2016, la première réunion a eu lieu en avril 2016. Les travaux de thèse de Brahim MAZHOUED étant commencés au

moment du démarrage du projet, je n'ai pas sollicité de financement à ce moment-là. Par contre, la présentation des travaux lors du séminaire ECOMATERRE du 17/11/2017 a permis de montrer l'intérêt des matériaux développés. La collaboration avec la société ACEIS pour une transposition à l'échelle industrielle s'est alors mise en place et nous avons été sollicités par les architectes responsables de deux des trois programmes immobiliers du projet ECOMATERRE pour utiliser ces matériaux dans leurs bâtiments.

4.5 Collaborations

4.5.1 Participation à des réseaux (sans être porteur)

A l'échelle régionale, j'ai participé au groupe de travail n°3 du **Forum Local de l'Amélioration Thermique** (2008-2009). Ce forum, mis en place à l'initiative de la Mission Environnement de la ville de Rennes, s'intégrait dans le programme européen Belief. Ce groupe de travail, piloté par le CETE de l'ouest, s'intéressait à « Comment bien concevoir une opération de réhabilitation thermique ? ».

J'ai également pris part à la mise en place de la plateforme **Ecobatys**, notamment sur la période 2011-2012. Ce centre intègre quatre espaces : un espace recherche, un espace valorisation de l'entreprise, un espace formation et un espace information communication. Le volet recherche était dédié à l'acquisition de matériel ainsi qu'à l'exposition des travaux de recherche à destination du grand public. Les collaborations avec Ecobatys ont été formalisées via une **convention de partenariat**. En effet, elles m'ont permis d'aboutir à un suivi expérimental in-situ du comportement hygrothermique des parois en paille du bâtiment (travail initié en janvier 2015 pour deux ans).

Je participe au réseau « **Plan Bâtiment Durable breton** » initié en 2013 et piloté par le Conseil régional. Ce plan a pour objectif d'assurer à tous les bretons un habitat sain et économe, et de soutenir l'activité de la filière du bâtiment. L'organisation s'appuie sur différents groupes de travail et d'action. Pour ma part, je participe au **groupe d'action n°7** : Lien avec la recherche (environ 3 à 4 réunions par an). J'ai, dans ce cadre, donné une **conférence** lors de la journée « Comment construire différemment ? Des matériaux locaux, bas carbone et performants » du 04/10/2016 [I6].

4.5.2 Collaborations ponctuelles

Lors du congrès ECTP à Pau en 2008, j'ai rencontré **Vladislav LANG** de l'University of West Bohemia, Czech Republic. Nous avons mené une campagne comparative de mesures de conductivité thermique à la sonde fil et au hot disk [43].

En 2010, j'ai collaboré avec **Laurent MARMORET** (Maître de conférences à l'Université de Picardie Jules Verne, Laboratoire des Technologies Innovantes - LTI). L'objectif était de réaliser une étude comparative des résultats obtenus au LTI sur des laines minérales et des laines de chanvre avec ceux obtenus sur une laine de chanvre durant mes travaux de thèse [A5][A6].

J'ai également collaboré ponctuellement avec le GRESPI de l'université de Reims dans le cadre de la **thèse de A.D. TRAN LE**, mes résultats expérimentaux permettant d'alimenter ses études numériques.

4.6 Autres activités scientifiques

4.6.1 Organisation de congrès

Membre du **comité d'organisation** des « **XXVIIèmes rencontres AUGC** » (colloque national), responsabilité de la gestion du site WEB (développé par Sophie MOISSETTE, partie en congé maternité), secrétariat (mailing avec les auteurs et les membres du comité scientifique).

Membre du **comité scientifique** d'ICBBM (**International Conference on Bio-based Building Materials**), **deux éditions** à Clermont Ferrand : 2015 et 2017.

4.6.2 Chairman

J'ai été chairman lors de plusieurs conférences :

- congrès international **COBEE 2012** (Conference on Building Energy and Environment), Boulder, Colorado, USA, session Th-T12 : Building Material and Envelope.

- congrès international **ICBBM 2015** (International Conference on Bio-based Building Materials), Clermont-Ferrand, France, session D4 Hygrothermal properties.
- congrès international **ICOME 2016** (Conference on Building Energy and Environment), La Rochelle, France, session S3B Hygroscopic et Bio - Materials / composites session
- congrès international **ICBBM 2017**, Clermont-Ferrand, France, sessions C3 et B7 Hygrothermal properties.

4.6.3 Activités de reviewing et d'expertise

J'ai réalisé 21 **reviews pour des revues internationales** : principalement Construction and Building Material (15), mais aussi Energy and Buildings, Building and Environment, Materials and Structures, Applied Thermal Engineering et Biosystem engineering.

J'ai également rapporté en tant qu'**expert externe** pour le comité d'évaluation du programme « Ville et Bâtiments durables 2012» de l'**ANR**.

4.6.4 Jurys de thèse

(i) J'ai participé au jury de thèse de **Julien CHAMOIN** que j'ai co-encadré, le 04/07/2013.

(ii) J'ai participé au jury de thèse de **Cédric FLAMENT** au LGCgE (Laboratoire Génie Civil et géo-Environnement) de Béthune – Université d'Artois (62), **en tant qu'invité** le 12/12/2013. **N'ayant pas l'HDR, je n'ai pu être rapportrice**. Cette thèse intitulée « Valorisation des boues de lavage de granulats dans le but de concevoir un matériau de construction type écomatériaux » a été réalisée sous la direction de Vincent DUBOIS et Eric WIRQUIN.

(i) J'ai participé au jury de thèse de **Brahim MAZHOUD** que j'ai co-encadré, le 12/12/2017.

4.6.5 Jurys de master et de TFE

J'ai participé aux jurys des huit masters que j'ai encadrés : Sabine HOFFMANN, Paul BYRNE, Xavier BIHAN, Julien CHAMOIN, Charles GARNIER, Georges BONDA KOUKAM , Brahim MAZHOUD, Marwa LAARADH-MSALLEM.

J'ai également été invitée en tant qu'**expert externe** à la soutenance de TFE de Méryl LAGOUIN à l'**ENTPE** le 13/09/2017, « Impact de la nature du liant et des granulats végétaux sur les propriétés hygrothermiques de bétons légers ».

4.6.6 Comités de sélection / commissions de recrutement

J'ai été membre des 9 comités de sélection/commissions de recrutement suivants :

- 2007, IUT Génie Civil de Rennes : poste MCF 0553
- 2008, IUT Génie Civil de Rennes : poste d'enseignant du second degré 0833
- 2009, IUT Génie Civil de Rennes : poste MCF 0875
- 2011, Université Claude Bernard – Lyon 1 : poste MCF 1885
- 2011, INSA de Rennes : concours ITRF technicien recherche et formation BAP B et C
- 2013, IUT Génie civil de Rennes : 2 postes ATER (ATERIUTR1 et ATERIUTR9)
- 2015 : Université Paul Sabatier de Toulouse, IUT A : poste MCF 0630
- 2017 : Université Toulouse III – Paul Sabatier, IUT de Tarbes : poste 60 MCF 0000

4.6.7 Conférences « invité » et workshops

La reconnaissance de mes travaux m'a conduite à donner **six conférences « invitée »** [I1-6] et **quatre conférences dans des workshops ou journées d'études** [J4-6, J9].

4.6.8 Participation à la vulgarisation et à la promotion de la recherche

Je prends part à la vulgarisation et à la promotion de la recherche.

J'ai participé à la manifestation « **A la découverte de la Recherche** ». Avec mon collègue Laurent SERRES, nous sommes ainsi intervenus dans deux lycées en 2009 et un en 2011 en proposant une conférence intitulée « Vers des bâtiments respectueux de l'environnement : de l'étude des matériaux à la simulation du comportement thermique ». Cette conférence était accompagnée d'une activité autour de la simulation thermique dynamique.

J'ai été invitée lors de la 11ème édition des **Rencontres Thématiques de Chimie** de l'ENSCR le 13 novembre 2014. J'ai présenté une conférence plénière intitulée « Le chanvre, un matériau plein de ressources pour le bâtiment ».

J'ai réalisé avec Bruno BELENFANT, architecte à Nozay (44) et membre de l'association Construire en Chanvre Bretagne, une **vidéo de vulgarisation** sur le béton de chanvre et ses caractéristiques hygrothermiques. Cette vidéo, réalisée avec un journaliste du moniteur, est parue le 05/11/2015 (<http://www.lemoniteur.fr/article/la-filiere-chanvre-s-organise-dans-les-pays-de-la-loire-30426173>).

J'ai été interviewée par Nicolas GUILLAS, journaliste à **Sciences Ouest**, pour la rédaction de l'article « un mur végétal superisolant » dans le cadre de la réalisation du dossier « BTP, l'innovation est dans les murs », paru en octobre 2016.

Pour l'édition 2016 de la **fête de la science**, j'ai été interviewée sur le **plateau de l'espace des sciences** à l'INSA de Rennes le 14/10/2016. J'ai également réalisé une **animation** à la manifestation « mon voisin, un chercheur », à Acigné le 15/10/2016. Ces interventions portaient sur les travaux réalisés dans le cadre du projet européen ISOBIO.

4.6.9 Responsabilités collectives au sein du LGCGM

Les changements de statuts de l'INSA ont engendré la nécessité de réécrire les statuts du laboratoire. J'ai contribué à la **rédaction de ces nouveaux statuts** (sur la période 2011-2012).

D'autre part, je siège au **conseil de laboratoire** en tant que membre élu depuis le 04 avril 2013.

5 Production scientifique

5.1 Revues internationales avec comité de lecture (19)

- [A1] F. Collet, L. Serres, J. Miriel, M. Bart, Study of thermal behaviour of clay wall facing south, *Building and Environment*. 41 (2006) 307–315. doi:10.1016/j.buildenv.2005.01.024.
- [A2] F. Collet, M. Bart, L. Serres, J. Miriel, Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials, *Construction and Building Materials*. 22 (2008) 1271–1280. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.01.018.
- [A3] F. Collet, M. Bart, L. Serres, J. Miriel, Porous structure and hygric properties of cob, *Journal of Porous Media*. 13 (2010) 111–124.
- [A4] A.D. Tran Le, C. Maalouf, T.H. Mai, E. Wurtz, F. Collet, Transient hygrothermal behaviour of a hemp concrete building envelope, *Energy and Buildings*. 42 (2010) 1797–1806. doi:10.1016/j.enbuild.2010.05.016.
- [A5] L. Marmoret, F. Collet, H. Beji, Moisture adsorption in glass wool products., *High Temperatures–High Pressures*. 40 (2011) 31–46.
- [A6] F. Collet, F. Achchaq, K. Djellab, L. Marmoret, H. Beji, Water vapor properties of two hemp wools manufactured with different treatments, *Construction and Building Materials*. 25 (2011) 1079–1085. doi:10.1016/j.conbuildmat.2010.06.069.
- [A7] F. Collet, S. Prétot, Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete, *Construction and Building Materials*. 36 (2012) 58–65. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.04.139.
- [A8] F. Collet, J. Chamoin, S. Prétot, C. Lanos, Comparison of the hygric behaviour of three hemp

- concretes, *Energy and Buildings*. 62 (2013) 294–303. doi:10.1016/j.enbuild.2013.03.010.
- [A9] F. Collet, S. Prétot, Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content, *Construction and Building Materials*. 65 (2014) 612–619. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039.
- [A10] S. Prétot, F. Collet, C. Garnier, Life cycle assessment of a hemp concrete wall: Impact of thickness and coating, *Building and Environment*. 72 (2014) 223–231. doi:10.1016/j.buildenv.2013.11.010.
- [A11] F. Collet, S. Prétot, Experimental highlight of hygrothermal phenomena in hemp concrete wall, *Building and Environment*. 82 (2014) 459–466. doi:10.1016/j.buildenv.2014.09.018.
- [A12] B. Mazhoud, F. Collet, S. Prétot, J. Chamoin, Hygric and thermal properties of hemp-lime plasters, *Building and Environment*. 96 (2016) 206–216. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.buildenv.2015.11.013.
- [A13] C. Niyigena, S. Amziane, A. Chateauneuf, L. Arnaud, L. Bessette, F. Collet, C. Lanos, G. Escadeillas, M. Lawrence, C. Magniont, S. Marceau, S. Pavia, U. Peter, V. Picandet, M. Sonebi, P. Walker, Variability of the mechanical properties of hemp concrete, *Materials Today Communications*. 7 (2016) 122–133. doi:10.1016/j.mtcomm.2016.03.003.
- [A14] B. Mazhoud, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, Development and hygric and thermal characterization of hemp-clay composite, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*. (2017) 1–11. doi:http://dx.doi.org/10.1080/19648189.2017.1327894.
- [A15] Y. Aït Oumeziane, S. Moissette, M. Bart, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, Influence of hysteresis on the transient hygrothermal response of a hemp concrete wall, *Journal of Building Performance Simulation*. 10 (2017) 256–271. doi:10.1080/19401493.2016.1216166.
- [A16] S. Amziane, F. Collet, M. Lawrence, C. Magniont, V. Picandet, M. Sonebi, Recommendation of the RILEM TC 236-BBM: characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity, *Materials and Structures*. 50 (2017). doi:DOI 10.1617/s11527-017-1029-3.
- [A17] B. Mazhoud, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, Mechanical properties of hemp-clay and hemp stabilized clay composites, *Construction and Building Materials*. 155 (2017) 1126–1137. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.08.121.
- [A18] F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, Hemp-Straw Composites: Thermal And Hygric Performances, *Energy Procedia*. 139 (2017) 294–300. doi:10.1016/j.egypro.2017.11.211.
- [A19] L.M. Thieblisson, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, H. Kouakou, O. Boffoue, Elaboration and Characterization Of Eco-Materials Made From Recycled Or Bio-Based Raw Materials, *Energy Procedia*. 139 (2017) 468–474. doi:10.1016/j.egypro.2017.11.239.

5.2 Revues nationales avec comité de lecture (4)

- [B1] J. Chamoin, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, Réduction du pouvoir absorbant de chènevottes par traitement imperméabilisant, *Matériaux & Techniques*. 99 (2011) 633–641. doi:10.1051/mattech/2011125.
- [B2] P. Glouannec, F. Collet, C. Lanos, P. Mounanga, T. Pierre, P. Poullain, S. Prétot, J. Chamoin, A. Zaknourne, Propriétés physiques de bétons de chanvre, *Matériaux & Techniques*. 99 (2011) 657–665. doi:10.1051/mattech/2011047.
- [B3] F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, Performance hydrique de bétons de chanvre: effet de l'enduit sur leur capacité de régulateurs hydriques, *Annales Du Bâtiment et Des Travaux Publics*. (2013) 26.
- [B4] L. Thieblisson, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, H. Kouakou, Faisabilité et caractérisation thermique et hydrique de composites réalisés à partir d'éco-matériaux, *Annales Du Bâtiment et Des Travaux Publics*. (2017).

5.3 Congrès internationaux avec actes et comité de lecture (33)

- [C1] F. Collet, M. Bart, J. Miriel, et L. Serres, « Bâtiments à très faibles besoins énergétiques et forte qualité environnementale : la Résidence Salvatierra à Rennes (France) », Vème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois (CIFQ) – Thermique des systèmes, Lyon, France, 2001, p. 479-486.

- [C2] F. Collet, J. Miriel, M. Bart, et L. Serres, « Enjeux des bâtiments à forte qualité environnementale - Suivi énergétique et étude du confort thermique d'un immeuble d'habitation », Forum International sur les Energies Renouvelables (FIER), Tétouan, Maroc, 2002, p. 417-422.
- [C3] F. Collet, L. Serres, M. Bart, et J. Miriel, « Bâtiments à très faibles besoins énergétiques et fortes qualités environnementales - Bilan du suivi expérimental de la résidence Salvatierra », VIème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois (CIFQ) – Thermique des systèmes, Québec, Canada, 2003.
- [C4] F. Collet, M. Bart, S. Moissette, et L. Serres, « Conductivité thermique de matériaux à faibles impacts environnementaux – Modélisation par méthode auto-cohérente », VIIème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois (CIFQ) – Thermique des systèmes, Saint Malo, France, 2005, p. 449-454.
- [C5] L. Serres, F. Collet, et S. Prétot, « Utilisation de TRNSYS pour créer un simulateur destiné à l'enseignement de la thermique du bâtiment », VIIème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois (CIFQ) – Thermique des systèmes, Saint Malo, France, 2005, p. 193-197.
- [C6] F. Collet, P. Byrne, et L. Serres, « Simulation thermique d'un bâtiment. Optimisation de l'enveloppe et des équipements en terme de confort et de besoins énergétiques annuels », VIIIème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois (CIFQ) – Thermique des systèmes, Montréal, Canada, 2007, p. art 10-02.
- [C7] J. Miriel, P. Byrne, L. Serres, et F. Collet, « Etude comparative simulée des performances d'installations de ventilation par rafraîchissement adiabatique indirect et par puits canadien d'une résidence pour personnes âgées », VIIIème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois (CIFQ) – Thermique des systèmes, Montréal, Canada, 2007, p. art 04-10.
- [C8] J. Miriel, P. Byrne, L. Serres, et F. Collet, « Comparative study of the performances of a buried-pipe ventilation system and an indirect evaporative cooler operating in a care home for old people », Clima 2007 Wellbeing Indoors, Helsinki, Finlande, 2007, p. 1405.
- [C9] A. Zaknourne, P. Chauvelon, P. Glouannec, P. Salagnac, et F. Collet, « Experimental study of hemp concrete block drying », 16th International Drying Symposium (IDS 2008), Hyderabad, Inde, 2008, vol. B, p. 894-900.
- [C10] J. Chamoin, F. Collet, et S. Prétot, « Mesure de la perméabilité à la vapeur de bétons de chanvre projetés et moulés », IXème Colloque Interuniversitaire Franco-Québécois (CIFQ) – Thermique des systèmes, Lille, France, 2009.
- [C11] F. Collet, S. Prétot, J. Chamoin, et C. Lanos, « Hydric characterization of sprayed hempcrete », 4th International Building Physics Conference, Istanbul, Turkey, 2009.
- [C12] T. Colinart, P. Glouannec, P. Chauvelon, P. Le Bideau, F. Collet, et C. Lanos, « Etude et modélisation du comportement thermo-hydrigue d'une paroi en béton de chanvre », Conférence Francophone, IBPSA France, Moret sur Loing, France, 2010.
- [C13] Y. A. Aït Oumeziane, M. Bart, S. Moissette, C. Lanos, S. Prétot, et F. Collet, « Hygrothermal behaviour of a hemp concrete wall: influence of sorption isotherm modelling », 9th Nordic Symposium on Building Physics-NSB 2011, Tampere, Finland, 2011, vol. 2, p. 567-574.
- [C14] F. Collet et S. Prétot, « Effect of coating on moisture buffering of hemp concrete », 2nd International conference on building energy and environment (COBEE 2012), Boulder, Colorado, USA, 2012.
- [C15] C. Garnier, S. Prétot, et F. Collet, « Life assessment of hemp concrete wall manufactured by spraying », 2nd International conference on building energy and environment (COBEE 2012), Boulder, Colorado, USA, 2012.
- [C16] S. Prétot et F. Collet, « Experimental Study of Hygrothermal Behavior of a Hemp Concrete Wall (without and with coating) », 2nd International conference on building energy and environment (COBEE 2012), Boulder, Colorado, USA, 2012.
- [C17] F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Effect of plastering on moisture buffering of hemp concrete », SCC Paris 2013, Paris, 2013.
- [C18] F. Collet et S. Prétot, « Effect of Temperature on Moisture Buffering of Hemp Concrete », 10th Nordic Symposium on Building Physics, Lund, Sweden, 2014.

- [C19] F. Collet, S. Prétot, B. Mazhoud, L. Bessette, et C. Lanos, « Comparing hemp composites made with mineral or organic binder on thermal, hygric and mechanical point of view », First International Conference on Bio-based Building Materials, ICBBM 2015, Clermont-Ferrand, France, 2015.
- [C20] Y. Aït Oumeziane, M. Bart, S. Moissette, C. Lanos, F. Collet, et S. Prétot, « Hysteresis phenomenon in hemp concrete », First International Conference on Bio-based Building Materials, ICBBM 2015, Clermont-Ferrand, France, 2015.
- [C21] B. Mazhoud, F. Collet, et S. Prétot, « Effect of temperature on thermal and hygric properties of hemp-lime plasters », First International Conference on Bio-based Building Materials, ICBBM 2015, Clermont-Ferrand, France, 2015.
- [C22] C. Niyigena et al., « RRT3: Statistical analysis of hemp concrete mechanical properties variability », First International Conference on Bio-Based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, Clermont-Ferrand, France, 2015.
- [C23] S. Prétot, F. Collet, C. Lanos, et J. Chamoin, « Formulation of binder to improve mechanical properties of hemp concrete at early stage - Effect on thermal and hygric properties in use », First International Conference on Bio-based Building Materials, ICBBM 2015, Clermont-Ferrand, France, 2015.
- [C24] F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, et J. Chamoin, « Effect of binder composition on physical properties of hemp concrete », CONMAT'15, Whistler, Canada, 2015.
- [C25] B. Mazhoud, F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Characterization and comparison of thermal and hygric properties of hemp-clay composite and hemp-lime concrete », International Conference On Materials and Energy, ICOME 2016, La Rochelle, France, 2016.
- [C26] L. Thieblisson, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, et H. Kouakou, « Elaboration and characterization of eco-materials made from recycled bio-based raw materials », International Conference On Materials and Energy, ICOME 2016, La Rochelle, France, 2016.
- [C27] F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Hemp-straw composites: thermal and hygric performances », ICOME, La Rochelle, France, 2016.
- [C28] B. Mazhoud, F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Characterization of mechanical properties of hemp-clay composite », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017, p. 329-337.
- [C29] B. Mazhoud, M. Viel, F. Collet, Phelipot-Mardelé, C. Lanos, et S. Prétot, « Is hemp lime concrete a mix of hemp and lime ? », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017, p. 422-431.
- [C30] L. Thieblisson, F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Hygric and thermal characterization of composites coupling recycled or bio-based raw materials and starch », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017, p. 409-415.
- [C31] M. Viel, F. Collet, et C. Lanos, « Chemical and hygrothermal characterization of agro-resources' by products as a possible raw building material », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017, p. 620-628.
- [C32] M. Viel, F. Collet, et C. Lanos, « Thermal insulation materials from renewable resources: Thermal and hygric performances », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017.
- [C33] M. Viel, J. Priou, Q. Sourisseau, Y. Lecieux, F. Collet, et C. Lanos, « Compressibility models of agro-ressources' by-product », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017.

5.4 Congrès internationaux avec actes et sans comité de lecture (1)

- [D1] F. Collet, J. Miriel, L. Serres, et J. Schmouker, « Analyse des performances d'un bâtiment à faibles besoins énergétiques, Perception du confort global : Cas de la résidence Salvatierra à Rennes (France) », XIème Conférence Internationale sur l'Efficacité, le Confort, la Maîtrise de l'énergie et la Protection de l'environnement, Bucarest, Roumanie, 2004.

5.5 Congrès internationaux sans actes et sans comité de lecture (3)

- [E1] L. Serres, F. Collet, et J. Miriel, « Enseignement du comportement thermique des bâtiments en régime variable grâce à TRNSED », 5èmes journées TRNSYS francophones, Sophia Antipolis, France, 2003, p. 193-197.
- [E2] F. Collet, S. Prétot, P. Salagnac, et P. Glouannec, « Thermal Properties of Hempcrete: Variations versus Density and Water Content », 18th European Conference on Thermophysical Properties, Pau, France, 2008.
- [E3] J. Chamoin, F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Moisture diffusivity of hemp concrete from experimental and numerical methods », 7th international conference on diffusion in solids and liquids (DSL 2011), Algarve, Portugal, 2011.

5.6 Congrès nationaux avec actes et comité de lecture (16)

- [F1] F. Collet, M. Bart, L. Serres, et J. Miriel, « Caractérisation hydrique de matériaux naturels », XXIèmes Rencontres Universitaires de Génie Civil, La Rochelle, France, 2003, p. 397-404.
- [F2] F. Collet, J. Miriel, J. Schmouker, et L. Serres, « Perception du confort global-Méthodologie d'une enquête de satisfaction », IVème Conférence IPBSA France, Toulouse, France, 2004.
- [F3] F. Collet, « Comparaison hydrique et thermique de matériaux naturels à des matériaux de construction usuels », XXIIIèmes rencontres universitaires de Génie Civil, Grenoble, France, 2005.
- [F4] J. Chamoin, F. Collet, et S. Prétot, « Optimisation de bétons de chanvre projeté et moulé – Caractérisation du matériau de référence », XXVIèmes rencontres universitaires de Génie Civil, Nancy, France, 2008.
- [F5] F. Collet et S. Prétot, « Caractérisation hydrique de béton de chanvre projeté. Possibilité de mesure en régime dynamique ? », XXVIIèmes rencontres universitaires de Génie Civil, Saint Malo, France, 2009.
- [F6] S. Prétot, F. Collet, P. Glouannec, et V. Lang, « Variation des propriétés thermiques de bétons de chanvre en fonction de la formulation », Congrès français de thermique-Efficacité énergétique, Vannes, 2009, vol. 2, p. 865-870.
- [F7] J. Chamoin, F. Collet, et S. Prétot, « Perméabilité à l'humidité de matériaux à base de chaux et de chanvre », XXVIIIèmes rencontres universitaires de Génie Civil, La Bourboule, France, 2010.
- [F8] P. Glouannec, F. Collet, C. Lanos, P. Mounanga, T. Pierre, P. Poullain, S. Prétot, J. Chamoin, A. Zaknoute, « Influence de la formulation et du procédé de mise en œuvre sur les propriétés thermique, mécanique et hydrique du béton de chanvre », Colloque Matériaux - Génie civil et habitat du futur, Nantes, France, 2010.
- [F9] C. Lanos, P. Glouannec, P. Mounanga, F. Collet, T. Pierre, P. Poullain, S. Prétot, « Construire et réhabiliter : vers quelles solutions d'isolation ? », Colloque Matériaux - Génie civil et habitat du futur, Nantes, France, 2010.
- [F10] F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Etude expérimentale du comportement hygrothermique d'une paroi en blocs de béton de chanvre avec ossature en bois », XXIXe Rencontres Universitaires de Génie Civil, Tlemcen, Algérie, 2011, p. 258-267.
- [F11] S. Prétot, F. Collet, et C. Lanos, « Caractérisation hydrique d'un béton de chanvre moulé - Mesure de la capacité hydrique tampon », Transfert 2012, Lille, France, 2012.
- [F12] F. Collet et S. Prétot, « Variation de la capacité hydrique tampon de bétons de chanvre en fonction de la formulation », Ecobat Sciences et techniques 1ère édition, Paris, France, 2012.
- [F13] F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Performance hydrique de bétons de chanvre : effet de l'enduit sur leur capacité de régulateurs hydriques », XXXIe Rencontres Universitaires de Génie Civil, Cachan, France, 2013.
- [F14] F. Collet, S. Prétot, et lanos, « Composites chanvre-paille : performances hygriques et thermiques », XXXIVe Rencontres Universitaires de Génie Civil, Liège, Belgique, 2016.
- [F15] B. Mazhoud, F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Elaboration et caractérisation thermique et hygrique de composite bio-sourcé à base d'argile », XXXIVe Rencontres Universitaires de Génie Civil, Liège, Belgique, 2016.

- [F16] L. Thieblesson, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, et H. Kouakou, « Elaboration et caractérisation thermohydrrique de matériaux issus de ressources locales recyclées ou biosourcées », XXXIV Rencontres Universitaires de Génie Civil, Liège, Belgique, 2016.

5.7 Congrès nationaux sans actes (3)

- [G1] J. Chamoin, F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Etude d'un mode de traitement de la chénevoite afin de réduire le temps de séchage du béton de chanvre », Le chanvre dans tous ses états : de la plante au composite, Poitiers, France, 2010.
- [G2] P. Glouannec, F. Collet, C. Lanos, P. Mounanga, T. Pierre, P. Poullain, « Caractérisation de différentes compositions de bétons de chanvre », Le chanvre dans tous ses états : de la plante au composite, Poitiers, France, 2010.
- [G3] P. Glouannec et F. Collet, «BETON de CHANVRE Programme MAPR 2006 (mai 2007-janv 2011)», ANR Colloque bilan Mat et Pro - éditions 2005 à 2008, Nantes, France, 2013.

5.8 Chapitres d'ouvrage (3 dont 1 en tant que co-éditeur du livre)

- [H1] C. Lanos, F. Collet, G. Lenain, Y. Hustache, Chapter 4: Formulation and implementation, in: Bio-aggregate-based Building Materials: Applications to Hemp Concretes, John Wiley & Sons Inc, Amziane Sofiane and Arnaud Laurent, 2013.
- [H2] C. Lanos, F. Collet, G. Lenain, Y. Hustache, Chapitre 4 : Formulation et mise en œuvre, in: Les Bétons À Base de Granulats D'origines Végétales : Application Au Béton de Chanvre, Hermes Science Publications, Amziane Sofiane et Arnaud Laurent, 2013.
- [H3] F. Collet, Chapter 6: Hygric and Thermal Properties of Bio-aggregate Based Building Materials, 24 pages, in: Bio-Aggregate-Based Building Materials: Rilem State of the Art Report, Springer Netherlands Dordrecht, Amziane Sofiane and Collet Florence, 2017.

5.9 Conférences invité, Keynotes (6)

- [I1] F. Collet et C. Lanos, « Produits en chanvre pour le bâtiment », Rencontres du Cluster Eco-Habitat, Lezay, France, 11-mars-2011.
- [I2] F. Collet, « Effect of Rendering on Moisture Buffering of Hemp Concrete », UK-European Workshop on Renewable Construction Materials Research and Practice, Rhyl, North Wales, 05-déc-2012.
- [I3] F. Collet, « Comportement hygrothermique des matériaux bio-sourcés: exemple du béton de chanvre », IBPSA, La Rochelle, France, 27-mai-2015.
- [I4] F. Collet et V. Picandet, « Characterisation testing of hemp shiv for obtaining : Initial water content, Water absorption, Dry bulk density, Particle Size Distribution, Thermal conductivity », First International Conference on Bio-based Building Materials, ICBBM 2015, Clermont Ferrand, France, 22-juin-2015.
- [I5] F. Collet, « Développement de composites bio-sourcés pour l'isolation des bâtiments », Journées Condorcet 2016, Gembloux, Belgique, 05-juill-2016.
- [I6] F. Collet, V. Picandet, et C. Lubert, « Béton de chanvre : Etat des connaissances actuelles et projets pour l'avenir. Formulation, caractéristiques mécaniques et hygrométriques », Journée du plan bâtiment durable breton « Comment construire différemment ? Des matériaux locaux, bas carbone et performants », Lorient, France, 04-oct-2016.

5.10 Autres : Workshops, Promotion de la recherche, vulgarisation (13)

- [J1] F. Collet et L. Serres, « A la découverte de la Recherche 2009 : Vers des bâtiments respectueux de l'environnement : de l'étude des matériaux à la simulation du comportement thermique », A la découverte de la Recherche 2009, Lycée Pierre Mendès France, Saint Grégoire, mars-2009.
- [J2] F. Collet, « Vers des bâtiments respectueux de l'environnement : de l'étude des matériaux à la simulation du comportement thermique », Vivexpo Rennes, Rennes, France, 20-nov-2009.
- [J3] F. Collet et L. Serres, « A la découverte de la Recherche 2011 : Vers des bâtiments respectueux de l'environnement : de l'étude des matériaux à la simulation du comportement thermique », A la découverte de la Recherche 2011, Lycée Pierre Mendès France, Saint Grégoire, mars-2011.

- [J4] F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Comportement hygrothermique des bétons de chanvre », Journée d'études, Reims, Reims, France, 01-juill-2011.
- [J5] F. Collet, S. Prétot, Y. Aït Oumeziane, S. Moissette, M. Bart, et C. Lanos, « Comportement hygrothermique de parois en béton de chanvre », Journée technique Construction en Chanvre, C&B, Sens, France, 14-juin-2012.
- [J6] F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Comportement hygrothermique des bétons de chanvre : de l'échelle du matériau à l'échelle de la paroi », C&B, Sens, France, nov-2012.
- [J7] F. Collet, « Le chanvre, un matériau plein de ressources pour le bâtiment », 11ème édition des Rencontres Thématiques de Chimie, Rennes, France, 13-nov-2014.
- [J8] « La filière chanvre dans les pays de la Loire », vidéo <http://www.lemoniteur.fr/article/la-filiere-chanvre-s-organise-dans-les-pays-de-la-loire-30426173>, 2015.
- [J9] F. Collet, « Comportement hygrothermique du béton de chanvre », présenté à Construire en Chanvre Bretagne, 1ères rencontres régionales, Noyal sur Vilaine, France, 05-juin-2015.
- [J10] F. Collet, « Enseignant-Chercheur », Forum des métiers, Collège de Noyal sur Vilaine, France, 19-mars-2016.
- [J11] N. Guillas, « Un mur végétal superisolant », Sciences Ouest, no 345-L'innovation est dans les murs, oct-2016.
- [J12] Plateau TV Village des Sciences - Des murs végétaux super isolants. Espace des sciences, <https://www.youtube.com/watch?v=TeW6fmT6gdl&feature=youtu.be&t=1h33m14s>, 2016.
- [J13] F. Collet, « Eco-matériaux pour l'isolation des bâtiments », Festival des sciences - mon voisin ? un chercheur !, Acigné, 15-oct-2016.

5.11 Mémoires et rapports d'études

- [K1] F. Collet et al., « Suivi expérimental de la résidence Salvatierra », trois rapports pour le comité de pilotage dans le cadre du programme européen CEPHEUS, 2001-2003.
F. Collet, J. Miriel, L. Serres, J. Schmouker, « Evaluation scientifique du projet expérimental de la résidence Salvatierra à Rennes, rapport de fin de contrat pour le comité de pilotage dans le cadre du programme européen CEPHEUS », 82 p., 11/2003.
- [K2] P. Glouannec et al., « Rapport ANR BETONCHANVRE », 6 rapports semestriels d'avancement et un compte-rendu de fin de projet (01/2011).
- [K3] Projet européen ISOBIO, rapports d'avancement six weekly reports, quarterly reports, deliverable reports, milestone reports (2015-2020).

5.12 Contrats industriels

- [L1] J. Miriel, P. Byrne, S. Prétot, et F. Collet, « Etude thermique réglementaire – Etude thermique en régime dynamique – Approche technico-économique des systèmes de chauffage et ventilation, Maison de l'enfance de la communauté de communes du Kreiz Breizh », nov. 2005.
- [L2] F. Collet et S. Prétot, « Conductivité thermique de bétons de chanvre, contrat industriel VICAT », juin 2010.
- [L3] C. Lanos, F. Collet, et S. Prétot, « Caractérisation d'enduit à base de chanvre, rapport de contrat industriel – VICAT », juill. 2010.
- [L4] C. Lanos, F. Collet, et S. Prétot, « Caractérisation de bétons de chanvre, rapport de contrat industriel – TERRACHANVRE », juin 2011.
- [L5] F. Collet, S. Prétot, et C. Lanos, « Analyse de Cycle de Vie d'un mur en béton de chanvre, rapport d'étude pour VICAT », juill. 2011.
- [L6] F. Collet et S. Prétot, « Caractérisation hydrique et thermique de bétons de chanvre, Rapports d'études n°1,2 et 3, VICAT », sept 2012-janv. 2013.
- [L7] F. Collet et S. Prétot, « Caractérisation de chènevottes, contrat industriel AGROCHANVRE », avr. 2016.
- [L8] F. Collet et S. Prétot, « Caractérisation d'enduits isolants, contrat industriel LIFT FACE » 2 rapports, juill. 2016 – janv 2017.

6 Activités pédagogiques

6.1 Service

Mes activités pédagogiques ont évolué depuis ma nomination en 2005. Ceci s'explique par deux raisons principales : l'évolution des programmes pédagogiques et le recrutement de nouveaux collègues. Mon service était initialement réparti sur des enseignements « Matériaux » et des enseignements « Physique et Equipements techniques ». Au fil des années, il s'est recentré principalement sur ces derniers. Mes activités pédagogiques se déroulent essentiellement au sein du département Génie Civil de l'IUT de Rennes. J'interviens également en Licence Professionnelle Chargé d'Affaires en Génie Climatique et au sein du Diplôme Universitaire BATIR. Enfin, je suis également intervenue en Licence Professionnelle ACTEER (Assistant et Conseiller Technique en Energie Electrique et Renouvelable), ainsi qu'en Licence Professionnelle Conducteur de Travaux, à l'INSA de Rennes (3^{ème} année), à l'ENSCR, à Supelec et ponctuellement au sein du Master Génie Civil. Toutefois ma charge d'enseignement et l'évolution des programmes de ces formations m'ont conduit à ne plus y intervenir.

Du fait du faible taux d'encadrement à l'IUT, depuis mon recrutement, mon service s'accompagne de 60 à 120 heures complémentaires chaque année, avec une moyenne autour de 90 heures (Figure 1). L'augmentation de volume horaire en 2009 est due à deux congés de maternité simultanés de mes collègues. J'ai réussi à diminuer ensuite mes volumes horaires mais la création du DU BATIR m'a conduit à une nouvelle augmentation de service.

Mon service se répartit en 15 % de cours magistraux, 35 % de TD et 50% de TP.

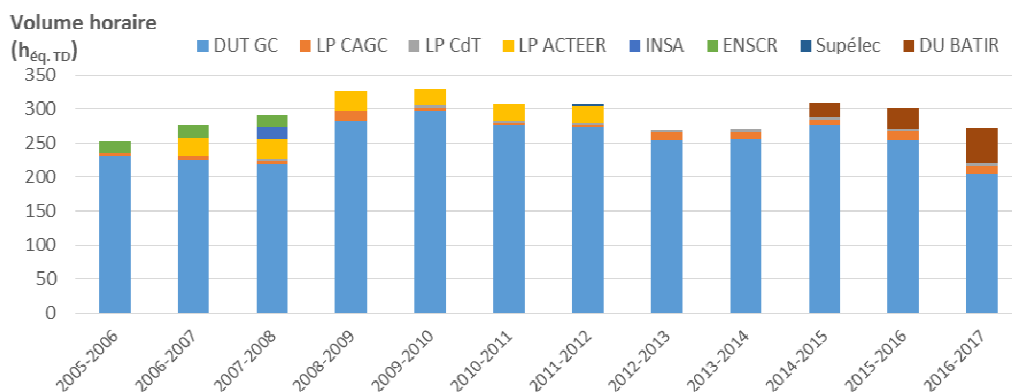


Figure 1 : Evolution de mon volume horaire en enseignement (h_{éq. TD})

Les enseignements menés l'an dernier sont les suivants :

IUT GCCD, 1^{ère} année : Energétique, Qualité environnementale des constructions, Mécanique des fluides, Méthodologie de Travail Universitaire, Eclairage, Acoustique, Projet

IUT GCCD, 2^{ème} année : Climatisation, Equipements techniques, Réglementation thermique, Construction durable, Projet de fin d'année, Soutenances stages

LP CAGCI et CdT : Qualité environnementale, Tutorat étudiants alternants, Soutenances stage et Projet

DU BATIR : Caractérisation des matériaux, Développement durable, voyage d'études, Humidité dans le bâtiment, Les liants et leurs applications.

6.2 Responsabilités liées aux activités d'enseignement

6.2.1 Jurys

- Membre permanent du **jury de délivrance des semestres (et du diplôme) de l'IUT Génie Civil de Rennes.**
- **Jury de délivrance de la Licence Professionnelle Chargé d'Affaires en Génie Climatique.**
- **Jury d'admission** à l'IUT Génie Civil de Rennes (2007, 2013, 2014, 2015).
- **Jury de poursuites d'études** à l'IUT Génie Civil de Rennes (2013, 2016).
- Présidente du jury de délivrance du **Bac professionnel** (2007).

6.2.2 Modules et activités pédagogiques

- Participation à la **rédaction de fiches module** dans le cadre des changements de Programme Pédagogique National des IUT.
- **Responsabilité** de trois modules d'enseignement (Energétique, climatisation, construction durable).
- Mise en place d'un **TP d'éclairage** : montage du banc et rédaction de l'énoncé (2002).
- Mise en place d'un **TP sur les énergies solaires** (2007).
- Participation au développement d'un **TP de simulation thermique dynamique** (2007).

6.2.3 Co-responsabilité du Diplôme Universitaire (DU) BATIR (Bâti Ancien et Technologies Innovantes de Restauration)

J'assure la **responsabilité pédagogique du DU BATIR** (Bâti Ancien et Technologies Innovantes de Restauration) (niveau L2), en collaboration avec ma collègue Annabelle PHELIPOT-MARDELE, MCF à l'IUT GCCD - LGCGM. Il s'agit d'une nouvelle formation mise en place pour répondre à la demande de la CAPEB Bretagne, suite à la fermeture d'une telle formation qui existait à Nantes. Je me suis investie dans ce projet car certaines thématiques abordées rejoignent, ou sont complémentaires à, mes thématiques de recherche. L'objectif de la formation est d'allier à la fois théorie et pratique dans la restauration du patrimoine et du bâti ancien. Ce diplôme vise une approche pluri-disciplinaire et aborde dans sa globalité le chantier de restauration et/ou transformation. Au cours du deuxième semestre 2013, il s'est agi de réaliser le dossier d'habilitation de la formation et de rechercher les intervenants. Durant le premier semestre 2014, il a fallu finaliser la recherche des intervenants et le planning des sessions ainsi que promouvoir la formation et réaliser le recrutement des étudiants. Cette formation, en alternance sur 2 ans, est ouverte depuis octobre 2014, il s'agit désormais d'en gérer l'organisation (emploi du temps, relations avec les intervenants, tirage des supports de cours, gestion de l'environnement numérique de travail pour la mise en ligne des supports électroniques, organisation du voyage d'études 2017).

Partie 2 : Synthèses de mes travaux scientifiques – bilan et perspectives

1 Introduction

La prise de conscience environnementale de ces dernières décennies conduit la société à chercher à limiter l'impact des activités humaines sur l'environnement. Pour le secteur du bâtiment, cela se traduit notamment par des objectifs de réduction des besoins énergétiques et de recours à des matériaux à faibles impacts environnementaux. En France, à l'issue du Grenelle de l'environnement (automne 2007), différentes voies ont été définies pour favoriser cette mutation : la réglementation thermique se voit progressivement renforcée et des mesures sont proposées en faveur des matériaux bio-sourcés. Ainsi, les exigences de la réglementation thermique (RT 2012), et le développement des bâtiments passifs, conduisent à la mise en œuvre d'enveloppes de plus en plus étanches à l'air et très performantes en terme d'isolation thermique. Ceci permet, certes, de limiter les besoins énergétiques en période de chauffage mais conduit également, dans certains cas, à de l'inconfort en mi-saison et en été (effet enveloppes « Thermos »). En parallèle, l'amélioration des performances énergétiques des bâtiments conduit à une augmentation de la part de l'énergie grise dans le bilan global. Le recours à des matériaux à faibles impacts environnementaux, dont les matériaux bio-sourcés tels que le béton de chanvre, s'avère alors d'autant plus pertinent. Ce matériau non porteur est utilisé comme matériau de remplissage associé à une ossature bois et est utilisé pour différentes applications (Mur, Dalle, Toit) (Construire en Chanvre, 2012)³. Ses principales qualités reposent sur son faible impact environnemental (Boutin et al., 2005; Lecompte et al., 2017)[C15, A10]⁴ et sur son comportement hygrothermique limitant les besoins énergétiques du bâtiment tout en assurant un bon niveau de confort ressenti (Aït Oumeziane, 2013; Cerezo, 2005; Collet, 2004; Evrard, 2008; Magniont, 2010; Nguyen, 2010; Samri, 2008; Tran Le and Mai, 2010)[A3, A7, A9].

Mes activités de recherche portent principalement sur le comportement hygrothermique de matériaux bio-sourcés, thématique que mes travaux de thèse avaient permis d'asseoir au sein du laboratoire. De plus, je me suis ouverte à la formulation et à la caractérisation mécanique de ces matériaux ainsi qu'à l'étude de leur analyse de cycle de vie et désormais leur durabilité.

Mes travaux sont principalement expérimentaux. **J'ai mis en place ou adapté plusieurs bancs et protocoles expérimentaux au sein du laboratoire.**

Les **granulats bio-sourcés** étant différents des granulats minéraux usuellement utilisés en génie civil, il a fallu adapter les méthodes de caractérisation. Ce travail a été valorisé notamment dans le cadre du comité technique Rilem TC 236 BBM (Bio-aggregate based building Materials)⁵ qui a défini des recommandations pour la caractérisation des granulats bio-sourcés.

Préalablement à la mise en place des **bancs de caractérisation des composites**, j'ai déterminé un **Volume Élémentaire Représentatif** commun à l'ensemble des matériaux étudiés lors de la mise en place des premiers bancs.

D'un point de vue hygrique à l'échelle du matériau, j'ai mis en place des bancs de mesure des **isothermes de sorption**, de la **perméabilité à la vapeur** et de la valeur **MBV**. Dans un premier temps, les bancs de mesure des isothermes de sorption et de perméabilité à la vapeur étaient mis en place selon les normes respectives. Le banc de sorption a ensuite évolué en vue de réduire les durées d'essai. Celui de perméabilité à la vapeur a été complété afin de pouvoir étudier l'évolution de la perméabilité en fonction de l'humidité.

³ Les références (auteurs, date) apparaissent dans la bibliographie, Partie 2 – section 9.

⁴ Les références [X00] apparaissent dans ma production scientifique, Partie 1 - section 5.

⁵ J'étais la secrétaire de ce comité technique et rapporteuse des travaux sur la masse volumique et la conductivité thermique

D'un point de vue **thermique** à l'échelle du matériau, j'ai contribué au choix lors de l'achat du matériel. En effet, afin de pouvoir étudier l'impact de la teneur en eau sur la conductivité thermique, il fallait une **méthode de mesure en régime transitoire**.

Bien que les matériaux étudiés n'assurent pas un rôle porteur vis-à-vis de la structure, une résistance et une rigidité minimale sont requises en fonction de l'application. Les bétons de chanvre ayant un **comportement mécanique** particulier, il est nécessaire d'identifier les grandeurs caractéristiques et le protocole d'essai associé. Des travaux ont été menés en ce sens au sein du comité technique Rilem TC 236 BBM (Bio-aggregate based Building Materials).

Enfin, les derniers bancs expérimentaux à l'échelle du matériau développés au laboratoire portent sur la durabilité des matériaux. Il s'agit de caractériser leur résistance à une **immersion accidentelle** ou de tester leur **vieillesse biologique**.

A l'échelle de la paroi, j'ai mis en place, conjointement avec le LIMATb, un dispositif d'essai permettant de mesurer la **réponse d'un mur à des sollicitations hygrothermiques**.

Du point de vue des **matériaux étudiés**, durant ma thèse, mes travaux ont porté sur la **bauge**, la **laine de chanvre**, le **béton de chanvre** et un **enduit chaux-chanvre**. Lors des projets ANR Betonchanvre et PRIR Ecomatx, ils se sont **recentrés sur les bétons de chanvre**, montrant alors l'effet de la formulation sur les propriétés hygriques et thermiques de ces matériaux. L'ACV menée sur une paroi en béton de chanvre, incluant l'ossature bois et les enduits, a montré son intérêt vis-à-vis de l'indicateur « changement climatique », en lien avec le puits de carbone induit par la photosynthèse. Ainsi, j'ai proposé un sujet de thèse avec pour objectif de développer des **composites à base de chanvre avec une matrice alternative ayant des performances hygrothermiques au moins équivalentes à celles des bétons de chanvre**. Dans le cadre du projet européen ISOBIO, je m'intéresse au développement de **composites agro-sourcés pour l'isolation des bâtiments** à travers la valorisation de cinq types d'agro-ressources (déchets ou co-produits). Enfin, la thèse de Lydie THIEBLESSON, en co-tutelle avec la Côte d'Ivoire, m'a conduite au développement d'éco-matériaux valorisant les déchets locaux pour la production de faux-plafonds ou de cloisons intérieures.

Cette synthèse présente les **travaux réalisés sur les composites à matrice minérale – chanvre et sur les composite agro-sourcés**. Il s'agit de caractériser leur comportement hygrique et thermique à l'échelle du matériau et de montrer l'effet de la formulation sur ce comportement. L'étude menée à l'échelle de la paroi a pour objectif de mettre en évidence les phénomènes hygrothermiques à cette échelle. La caractérisation mécanique, l'analyse de cycle de vie et la durabilité sont également évoquées.

2 Matériaux étudiés

2.1 Présentation générale

Mes travaux portent sur divers matériaux, les uns fournis par des partenaires, les autres développés au laboratoire.

Ainsi, mes travaux de thèse ont porté sur de la bauge, de la laine de chanvre, du béton de chanvre et un enduit chaux-chanvre. La bauge et la laine de chanvre étaient mises en œuvre à la résidence Salvatierra à Rennes (seul bâtiment français du programme européen Cepheus, dont j'ai réalisé le suivi expérimental). Le béton de chanvre et l'enduit chaux-chanvre étaient mis en œuvre dans des maisons à Montholier (Jura) qui faisaient partie d'un programme pilote du CEBTP (co-financeur de ma thèse). La caractérisation expérimentale de ces matériaux a permis d'en souligner les qualités hygriques et thermiques.

Mes travaux se sont alors centrés sur des matériaux à base de chanvre. Lors des projets PRIR Ecomatx et ANR Bétonchanvre, ils ont porté sur les matériaux mis en œuvre par les partenaires industriels (SI2C : béton de chanvre projeté, Easy Chanvre : blocs préfabriqués, Terrachanvre : granulats de chanvre fibrés) ainsi que sur de nouvelles formulations que nous avons développées. En effet, dans un premier temps, l'objectif était de comprendre le comportement thermo-hydrique de tels matériaux et d'identifier les paramètres

jouant sur leurs performances multi-physiques. Ensuite, il s'agissait d'en améliorer la production (réduire les temps de séchage et de durcissement) en intervenant sur les procédés de mise en œuvre et les compositions, tout en garantissant leurs performances multi-physiques. Enfin, une solution de type mur en béton de chanvre projeté avec ossature bois a fait l'objet d'une analyse de cycle de vie. Celle-ci souligne l'intérêt environnemental vis-à-vis de l'indicateur lié au changement climatique, du fait du puits de carbone induit par la photosynthèse associée à la pousse du chanvre. Cette ACV montre également que l'élément le plus impactant de ce mur est le liant.

Ainsi, les travaux menés dans le cadre de la thèse de Brahim MAZHOUD ont pour objectif de développer des composites à base de chanvre en substituant à la chaux une matrice minérale moins impactante, tout en conservant les qualités de régulateurs hygriques des bétons de chanvre. Une matrice de type terre crue est pertinente de ces deux points de vue. Pour s'assurer un approvisionnement suffisant et régulier en terme de qualité, le choix de la ressource s'est tourné vers la valorisation de boues de lavage d'une carrière de graviers (limitant ainsi l'impact lié à l'indicateur d'épuisement des ressources naturelles). Un tel couplage de fines issues de boues de lavage-chanvre a été mené dans la thèse de Cédric FLAMENT (Flament, 2013). Une étude a également été menée en utilisant une terre d'excavation durant le stage de Marwa LAARADH (LAARADH-MSALEM, 2015)⁶. Ainsi, ces travaux s'articulent autour de l'usage de la chènevotte avec différentes matrices : l'une à base de chaux (Liant commercial ThermO[®], utilisé pour produire un béton de chanvre servant de comparatif), trois autres à base de terre (les fines issues des boues de lavage, ces mêmes fines stabilisées en vue d'une amélioration des performances mécaniques et une terre commerciale Claytec[®]).

Le projet Européen ISOBIO m'a permis de m'ouvrir vers la valorisation d'autres agro-ressources. L'objectif est de développer deux types d'isolants bio-sourcés pour le neuf et la rénovation, les uns produits sous forme de panneaux (à mettre en œuvre par voie sèche) et les autres mis en œuvre par voie humide sur chantier. Ce projet inclut le développement des liants et des formulations, la réalisation et la caractérisation des composites à l'échelle laboratoire, la transcription à l'échelle industrielle, la proposition de solutions techniques complètes pour la réalisation des parois, et la réalisation et le suivi de bâtiments démonstrateurs. Le partenaire industriel CAVAC fournit cinq types d'agro-ressources (chanvre, lin, colza, blé, maïs) sous différentes granulométries. A l'échelle matériau, les travaux que nous avons menés, avec l'appui de la thèse de Marie VIEL, portent sur la caractérisation des agro-ressources afin d'en identifier la meilleure valorisation possible (ie sous forme de granulats ou de liant), le développement de liants agro-sourcés, la production et la caractérisation de composites agro-sourcés.

Enfin, dans le cadre de la thèse de Lydie THIEBLESSON, nous nous intéressons au développement de composites pour la réalisation de faux-plafonds ou de cloisons à travers la valorisation de déchets locaux ivoiriens (papier et amidon de manioc). Des composites comparatifs sont également développés avec de la ouate de cellulose et de la fibre de bois comme charge et du plâtre ou de l'amidon de pomme de terre (plus facilement disponible pour nous) comme liant [B4, C26, C30, F16].

Cette synthèse présente les travaux réalisés d'une part sur les composites matrice minérale – chanvre (les résultats pour la bauge sont donnés de façon ponctuelle à titre comparatif), et d'autre part sur les composites agro-sourcés réalisés avec du chanvre ou avec des résidus de rafles de maïs comme granulats, les résidus de rafle de maïs présentant un comportement « extrême » des granulats agro-sourcés considérés et le chanvre un comportement « moyen ».

2.2 Matières premières

Cette section présente les matières premières utilisées et leurs principales caractéristiques. Les granulats bio-sourcés diffèrent des granulats usuels d'origine minérale, à la fois du point de vue de leur forme et de leurs propriétés physiques et chimiques. Ainsi, il a été nécessaire de développer des protocoles de caractérisation spécifiques. Les travaux menés au sein du comité technique Rilem TC 236 BBM (Bio-aggregate

⁶ Stage que j'ai co-encadré et pour lequel j'ai obtenu le co-financement par la DRIM dans le cadre de mon activité avec l'IAUR (antérieur au projet ECOMATERRE)

based buliding materials) ont permis d'aboutir à des recommandations pour leur caractérisation physique [A16]⁷.

2.2.1 Chènevottes commerciales

Différentes chènevottes commerciales sont utilisées dans mes travaux. Selon le process utilisé, ces chènevottes peuvent être fibrées (Terrachanvre M[®]) ou défibrées (Chanvribat[®], Biofibat[®]).

La Figure 2 donne la courbe granulométrique déterminée par tamisage mécanique de l'ensemble de ces chènevottes. Le Chanvribat[®] et le Terrachanvre M[®] présentent des courbes très proches, le Biofibat[®] est plus petit. Enfin, le Terrachanvre F[®], utilisé dans les enduits, est encore plus fin. La Figure 3 donne les longueur et largeur mesurées par analyse d'image ainsi que les dimensions mesurées par granulométrie mécanique D et $\sqrt{2}D$. La largeur des particules correspond à $\sqrt{2}D$, les particules sont donc passées verticalement dans les tamis et en se tournant selon la diagonale. A 90% de passants, la longueur est de 19.4 mm et la largeur de 4.8 mm.

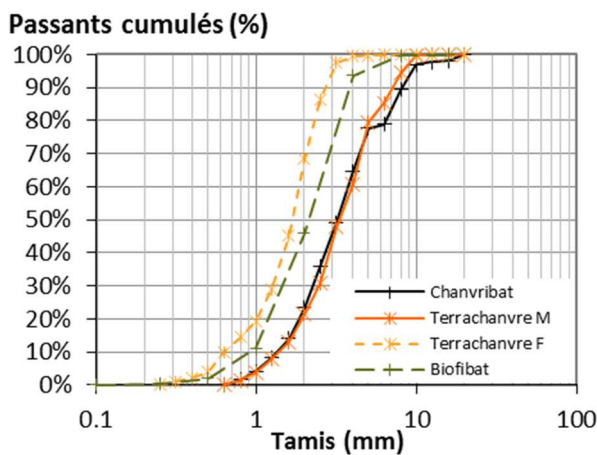


Figure 2: Courbes granulométriques déterminées par tamisage mécanique des chènevottes commerciales utilisées

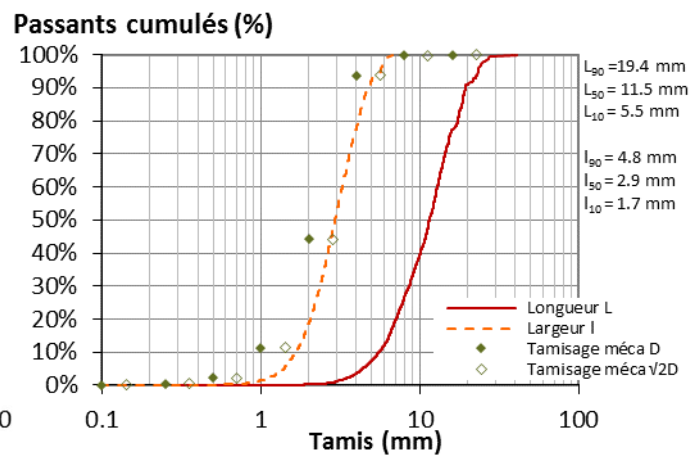


Figure 3 : Courbes granulométriques du chanvre Biofibat[®], Longueur et largeur mesurées par analyse d'image, dimension D au tamisage mécanique et $\sqrt{2}D$

Le Tableau 1 recense les propriétés physiques des chènevottes Chanvribat[®], Terrachanvre M[®] et Biofibat[®]. Les masses volumiques apparentes du Chanvribat[®] et du Biofibat[®] sont proches, autour de 110 kg.m^{-3} , celle du Terrachanvre M[®] est beaucoup plus faible (63 kg.m^{-3}). Ainsi, le chanvre en vrac est un **matériau léger** car il **très poreux** (ici 92 à 95%). Cette porosité inclut la structure poreuse tubulaire des particules (Figure 4) ainsi que la porosité inter-particulaire. Dans le cas du chanvre fibré, le chanvre en vrac est moins compact, la présence de fibres augmente la porosité inter-particulaire.

Cette forte porosité confère au chanvre une **faible conductivité thermique** : 56 à $67 \text{ mW.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

De plus, sa structure capillaire lui donne un **caractère fortement hydrophile** (Figure 5). Il est alors nécessaire de prendre en compte ce caractère dans la détermination de la quantité d'eau de gâchage pour la production des bétons de chanvre. Afin de limiter cette quantité d'eau, et de réduire ainsi les temps de séchage et les risques de pathologies associées, un **traitement hydrofuge** est étudié dans le cadre du projet ANR Betonchanvre et est détaillé dans la thèse de J. CHAMOIN (Chamoïn, 2013) [B1, G1]. Le produit de traitement retenu est un copolymère acrylique fluoré dont le caractère hydrofuge est apporté par le groupe fluoré. Ce produit se dissout dans l'eau, ainsi plusieurs concentrations sont étudiées (de 2 à 20 %). La Figure 5 montre l'effet du traitement à la fois sur la quantité d'eau absorbée (gain relatif jusqu'à 28%) et sur la cinétique d'absorption relative w/w_{fin} pour les différentes concentrations. En rapportant les gains en terme de réduction d'absorption à la concentration du produit et en considérant le fait que les cinétiques d'absorption relatives sont similaires pour les concentrations allant de 5 à 20 %, un optimum est identifié pour une concentration de 5%. La Figure 4 montre que le traitement se dépose essentiellement sur la surface

⁷ article fourni en annexe 1

extérieure de la chènevotte. Ce traitement conduit à une masse volumique du chanvre traité supérieure à celle du chanvre non traité (Tableau 1).

Tableau 1 : Propriétés physiques des chènevottes commerciales- masses volumiques apparente et absolue, porosité, conductivité thermique au point sec

	ρ_{app} (kg.m ⁻³)	$\rho_{réelle}$ (kg.m ⁻³)	n	λ_{sec} (mW.m ⁻¹ .K ⁻¹)
Chanvribat®	110	1384	92.1%	66.8
Terrachanvre®	63	1335	95.3%	59.8
Biofibat®	108	1377	92.2%	55.9
Chanvribat® traité	130	90.6%	-	

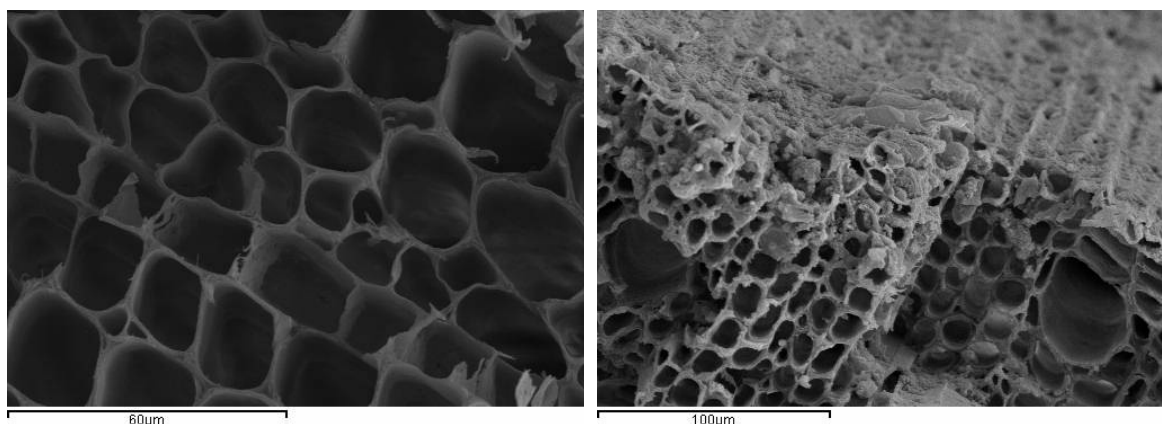


Figure 4 : Visualisation au MEB d'une chènevotte – gauche : chanvre seul, droite : chanvre traité

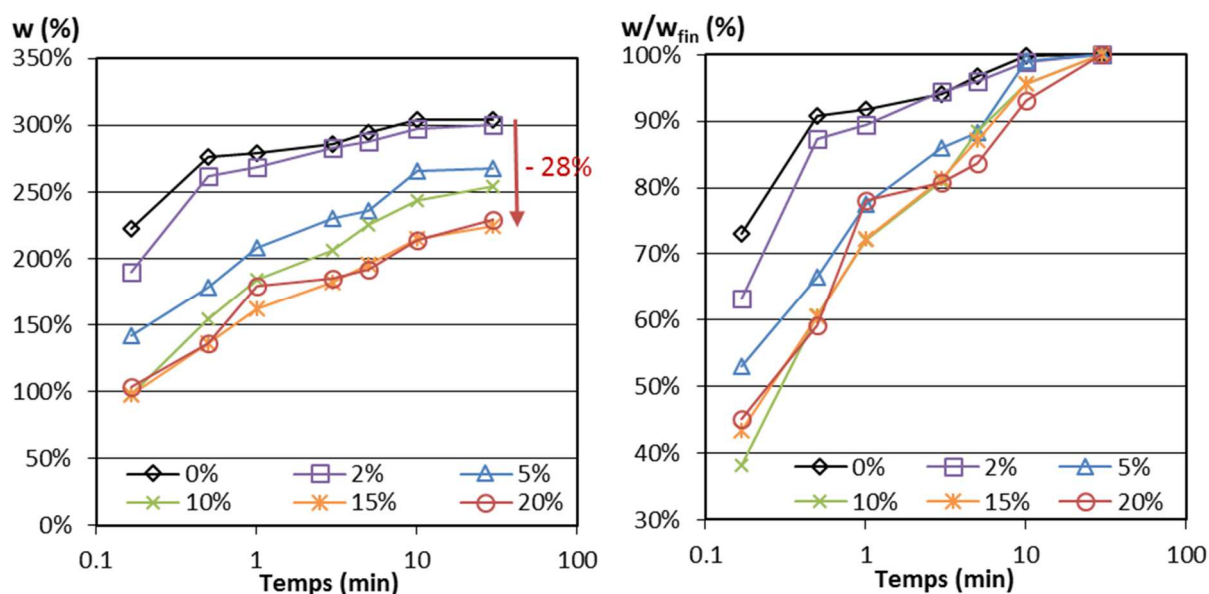


Figure 5 : Effet du traitement hydrofuge sur les capacités d'absorption d'eau du chanvre (0% : pas de traitement, 2 à 20 % : concentration du produit) - gauche : cinétique d'absorption, droite : cinétique d'absorption relative à l'absorption finale

2.2.2 Autres granulats bio-sourcés

Dans le cadre du projet européen ISOBIO, la CAVAC fournit cinq types d'agro-ressources sous différentes granulométries (Figure 6). Le process consiste à broyer les pailles, après défibrage pour le chanvre et le lin, puis à calibrer les particules par tamisage à travers des grilles (G7, G8, G12 et G14). Les fines sont aspirées tout au long du process [C31]⁸.

⁸ article fourni en annexe 2, un article est également soumis à la revue Industrial Crops and Products

Des extractions sont réalisées sur ces agro-ressources pour produire des liants agro-sourcés (section 2.2.4), les caractéristiques physiques des résidus obtenus sur les rafles de maïs sont présentées avec celles des granulats.



Figure 6 : Granulats bio-sourcés fournis par la CAVAC dans le cadre du projet européen ISOBIO

La Figure 7 présente une synthèse de l'étude granulométrique par analyse d'image des granulats bio-sourcés. De façon générale, la taille des particules augmente avec le numéro de grille aussi bien en longueur qu'en largeur, à l'exception du lin qui présente une largeur quasi-constante quelle que soit la longueur. Pour les petites particules G7 et G8, les longueurs L_{10} , L_{50} et L_{90} du chanvre et du lin sont proches, celles du colza légèrement supérieures et celles du blé plus élevées. Pour les grandes particules, les longueurs les plus élevées sont celles du blé G12. Le chanvre G14 et le blé G14 sont proches alors que le colza G14 est légèrement plus petit. Les élongations L_{50}/l_{50} sont comprises entre 3 et 9.5. Quelle que soit l'agro-ressource considérée, l'élongation augmente avec le numéro de grille. Le chanvre et le colza ont des élongations comparables (entre 3 et 5.1), le lin a des élongations plus élevées (12 à 13), le blé montre les élongations les plus fortes (jusqu'à 17.8). Ces résultats sont comparables à ceux de la littérature (Arnaud and Gourlay, 2012; Nozahic et al., 2012).

Les masses volumiques apparentes des granulats agro-sourcés sont globalement faibles (Figure 8). Le lin présente des masses volumiques légèrement supérieures à celles du chanvre, elles-mêmes légèrement supérieures à celles du colza (91 à 130, 88 à 104 et 79 à 88 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ respectivement). Le blé présente les masses volumiques les plus faibles (30 à 54 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$), les rafles de maïs les plus fortes (373 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$). Les résidus de rafles de maïs ont une masse volumique légèrement inférieure à celle des rafles de maïs (342 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, soit 8%). D'une façon générale, **la masse volumique diminue lorsque la taille des particules augmente**. Cette variation atteint 30 % entre les anas de lin G8 et les anas de lin G14. Les fines présentent également des masses volumiques plus importantes que celles des granulats : 133 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ pour les fines de chanvre et 140 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ pour les fines de lin.

La porosité des granulats bio-sourcés est élevée : pour le chanvre, le lin et le colza, elle est comprise entre 90 et 95 %. Les fines de chanvre et de lin ont également une porosité de l'ordre de 90%. Les rafles de maïs ont une porosité plus faible : 72 %. L'effet de l'extraction conduit à une porosité plus élevée sur les résidus : 78%.

Ces résultats sont cohérents avec la littérature (Bouasker et al., 2014; Chabriac et al., 2016; Nguyen et al., 2009; Nozahic et al., 2012; Rahim et al., 2016)

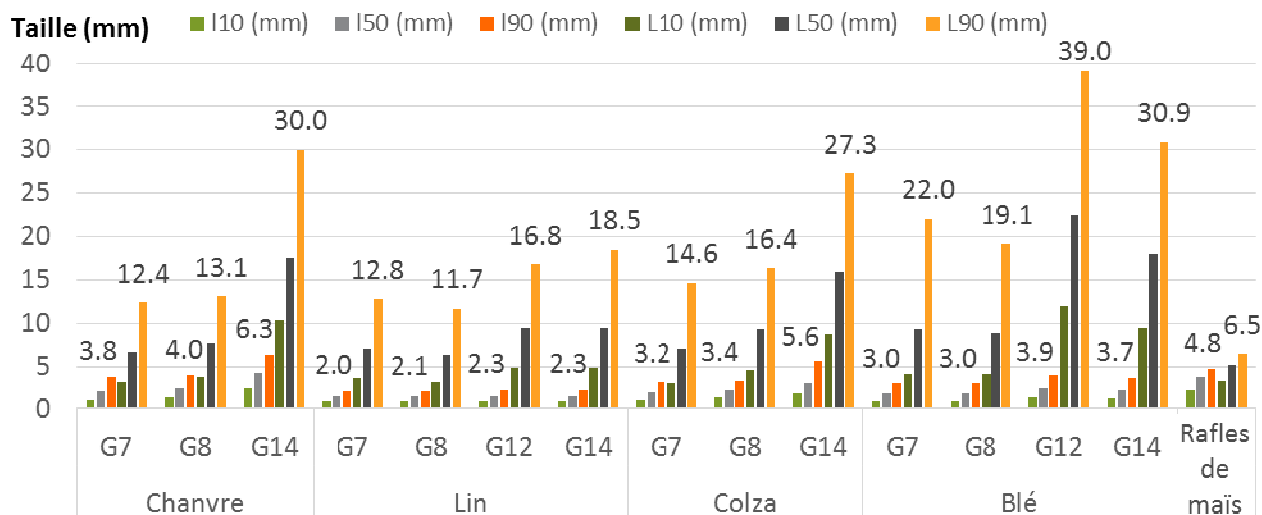


Figure 7 : Etude granulométrique des granulats bio-sourcés - passants à 10%, 50% et 90% en largeur l et en longueur L

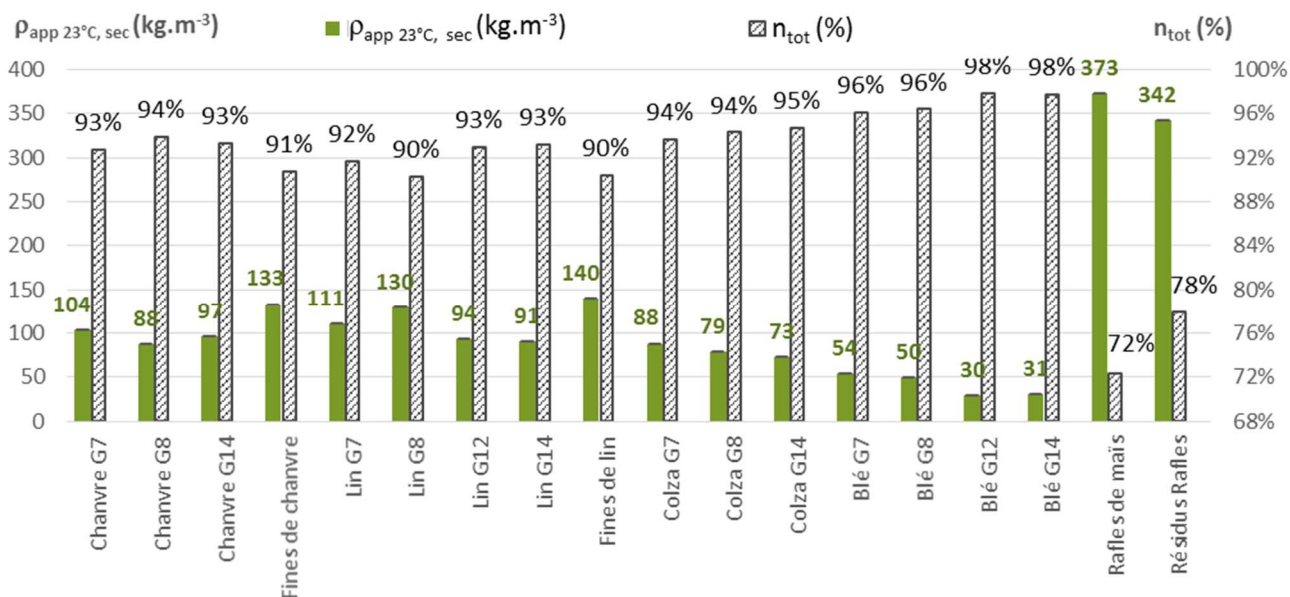


Figure 8 : Masse volumique apparente à l'état sec et porosité totale des granulats bio-sourcés

Le chanvre, le lin, le colza et le blé sont tous issus de la tige de la plante, leur structure poreuse est donc similaire et se présente sous forme de vaisseaux (Figure 9). La rafle de maïs a, quant à elle, une structure alvéolaire (Figure 10).

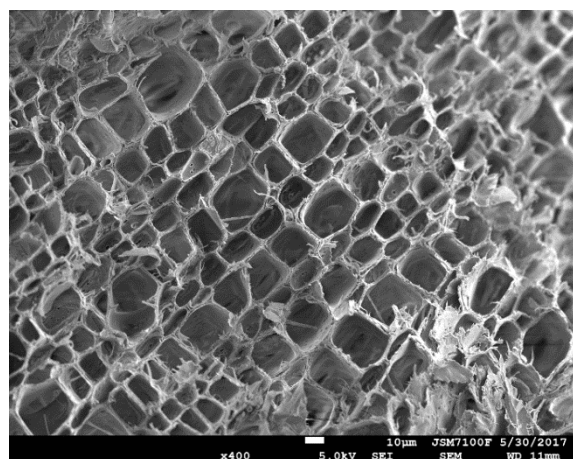


Figure 9 : Vue MEB d'un anas de lin

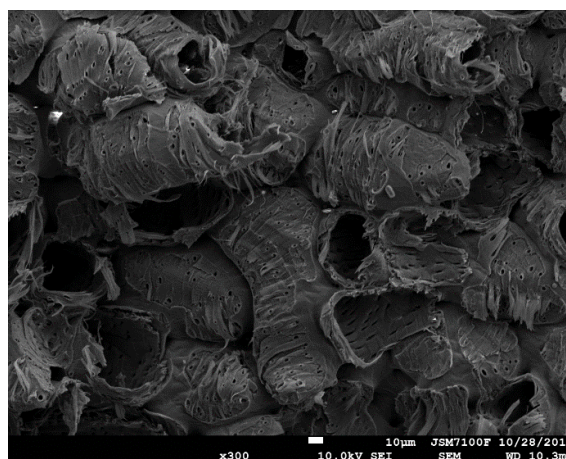


Figure 10 : Vue MEB des rafles de maïs

La Figure 11 donne la conductivité thermique des granulats bio-sourcés en fonction de leur masse volumique apparente au point sec. La conductivité thermique est comprise entre 45 et 93 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour des masses volumiques entre 30 et 392 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Le maïs donne les conductivités thermiques les plus élevées (93 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour les rafles de maïs et 85 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour les résidus), le blé les valeurs les plus faibles (autour de 45 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). Le chanvre, le lin et le colza ont des conductivités thermiques proches, 50 à 57 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. On observe une évolution linéaire de la conductivité avec la masse volumique commune à l'ensemble des agro-ressources. Toutefois, pour une agro-ressource donnée, la conductivité thermique évolue très peu entre les différentes granulométries (moins de 4% d'écart). La conductivité thermique est donc également liée à l'agro-ressource.

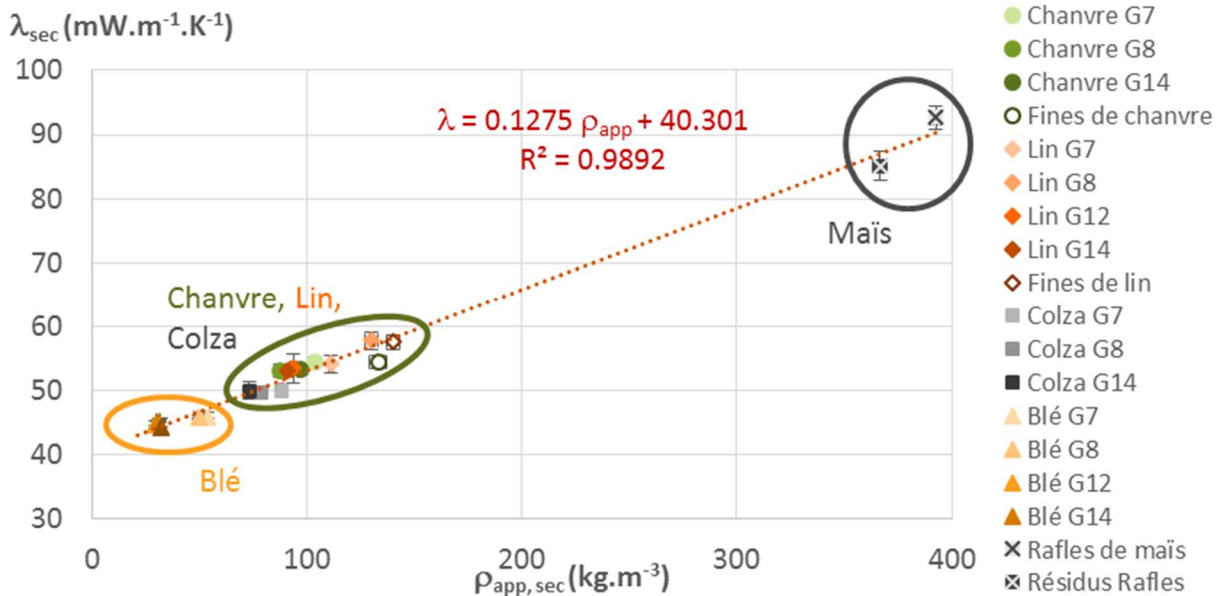


Figure 11 : Conductivité thermique en fonction de la masse volumique apparente au point sec des granulats bio-sourcés

La Figure 12 donne la valeur MBV en fonction de la masse volumique à 23°C, 50%HR des granulats bio-sourcés. De la même façon que pour la conductivité thermique, la paille de blé conduit aux valeurs les plus faibles. Avec une valeur MBV de 1.76 à 1.97 $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\%HR^{-1}$, elle est classée bon régulateur hygrique selon la classification du nordtest project. Le maïs conduit aux granulats les plus performants d'un point de vue régulation hygrique : les rafles de maïs ont un MBV de 3.11 $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\%HR^{-1}$, les résidus de 3.21 $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\%HR^{-1}$. Le chanvre, le lin et le colza sont tous excellents régulateurs également, avec une valeur MBV comprise entre 2.07 et 2.50 $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\%HR^{-1}$.

La Figure 13 présente une synthèse de la valeur MBV en fonction de la conductivité thermique. Le blé apparaît comme l'agro-source la meilleure d'un point de vue isolation mais la moins performante, bien que très bonne, d'un point de vue régulation hygrique. Le maïs conduit aux meilleures performances d'un point de vue régulation hygrique. Cette agro-ressource présente également une masse volumique plus élevée, laissant présager des résistances mécaniques meilleures. Le chanvre, le lin et le colza sont à la fois pertinents en tant qu'isolants et que régulateurs hygriques. Ainsi, dans l'optique du développement d'un composite multi-couches, le maïs semble particulièrement pertinent pour la réalisation du parement intérieur et les autres agro-ressources pour le corps isolant. Pour les composites agro-sourcés, cette synthèse se focalise sur les composites utilisant (i) du chanvre dont le comportement est proche de celui du lin et du colza, ou (ii) des résidus de rafles de maïs en vue d'une utilisation en multi-couches.

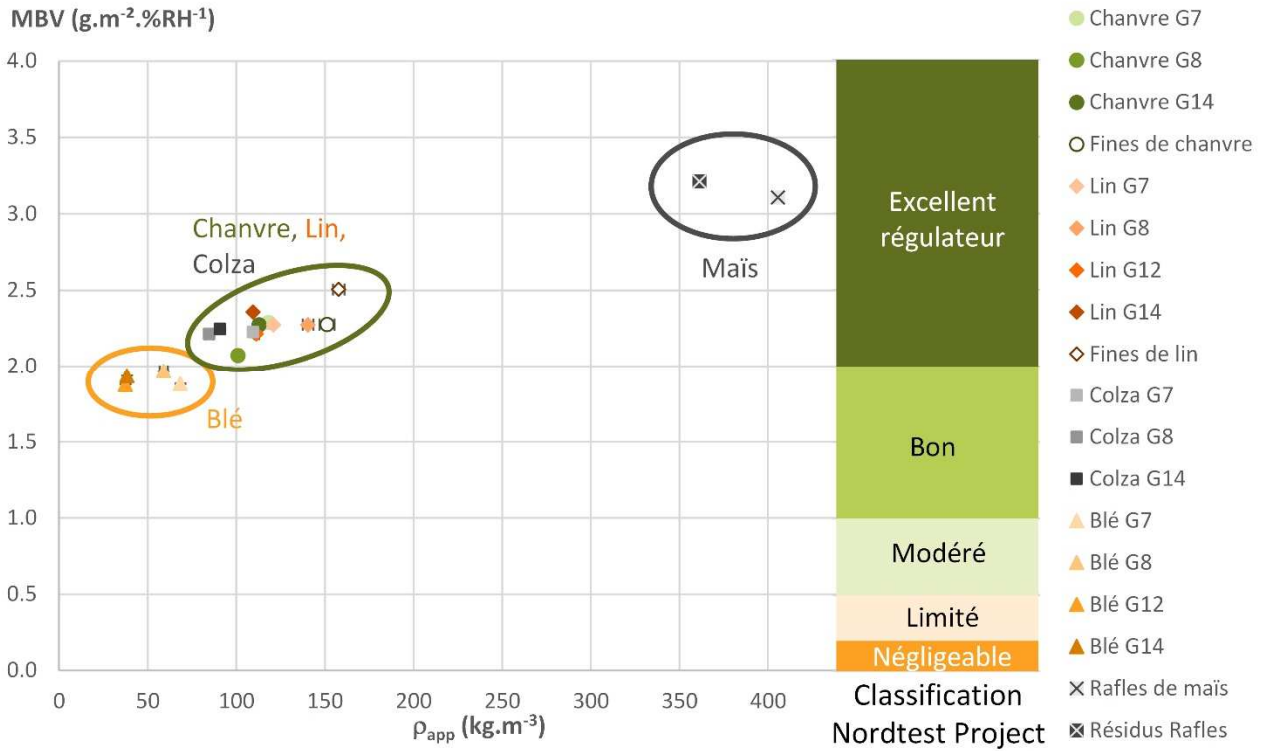


Figure 12 : MBV des granulats bio-sourcés en fonction de la masse volumique à 23°, 50%HR

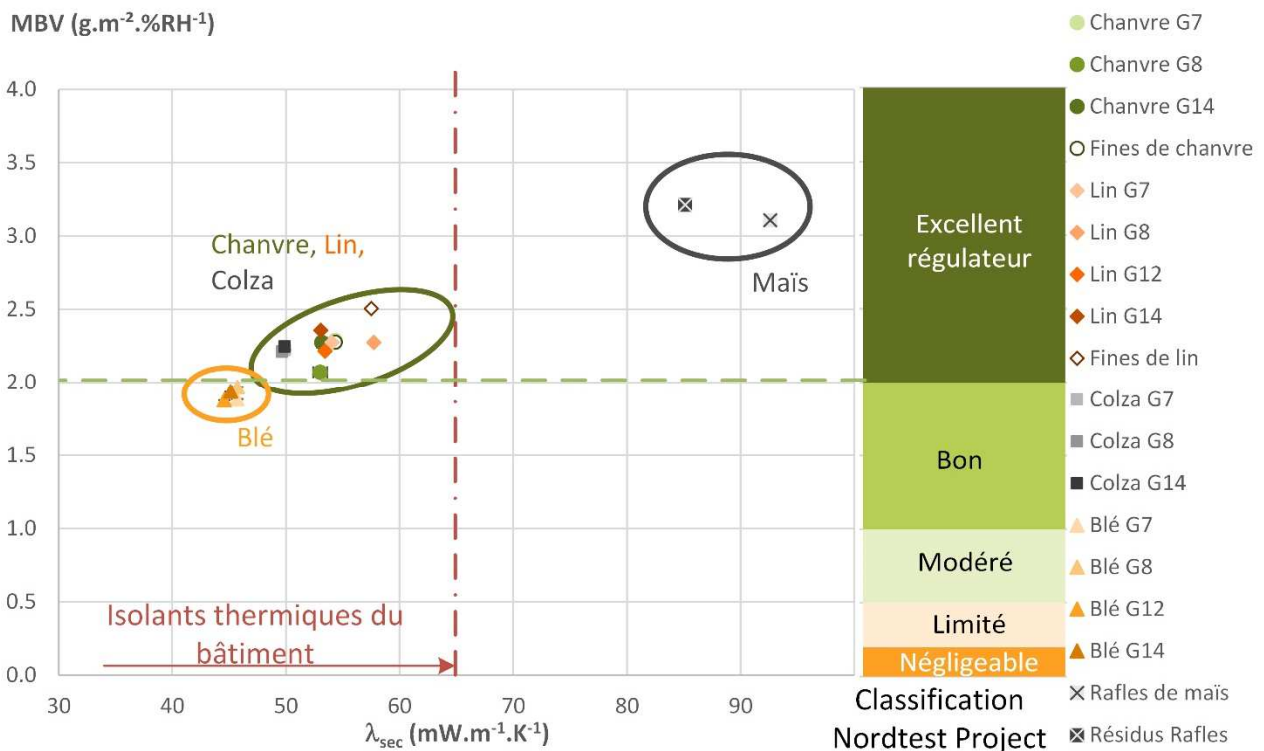


Figure 13 : MBV en fonction de la conductivité thermique des granulats bio-sourcés

2.2.3 Matrices minérales

Différentes matrices minérales sont considérées ici.

La **bauge** est un matériau fabriqué de façon artisanale. Elle est composée d'argile, de gravillons et de sables (la terre n'étant pas tamisée avant utilisation, ces matériaux sont toujours présents dans le mélange), de ciment (3 à 5 % de la masse pour stabiliser la bauge), de paille et d'eau. La composition massique de la bauge étudiée a été déterminée par tamisage (Tableau 2).

Tableau 2 : Composition massique de la bauge

Tamissage	Composants	Pourcentage massique
Passants à 0.315	Argile, ciment, sables fins	71.7
Refus à 0.315 mm	Sables, gravillons	8.4
Refus à 3.15 mm	Gros gravillons	19.5
	Paille	0.4



Le **Tradical PF 70**® est une chaux formulée qui contient 75 % de chaux aérienne, 15 % de chaux hydraulique et 10 % de pouzzolanes. Elle est caractérisée par une prise hydraulique se déclarant entre 3 et 5 heures selon le taux de gâchage. L'acquisition des résistances est progressive comme indiqué Figure 14. La masse volumique réelle du Tradical PF 70® hydraté est de 2300 kg.m⁻³.

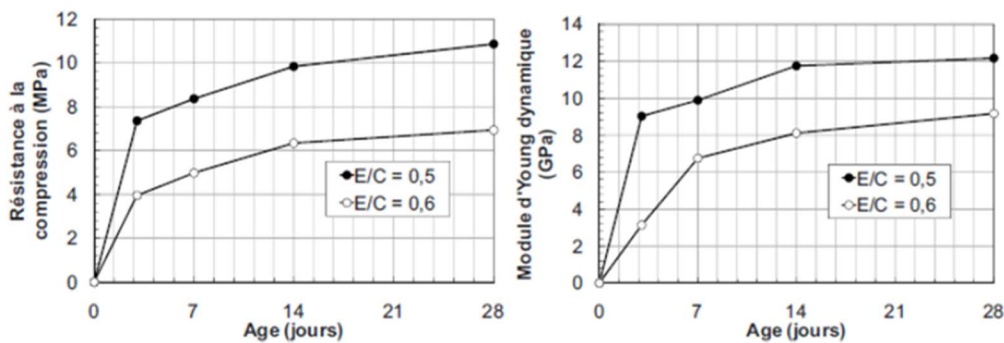


Figure 14 : Evolution des propriétés mécaniques de deux pâtes de chaux formulées Tradical PF70 (E/C=0.5, E/C=0.6)

Le **Thermo**® est une chaux formulée de classe FLA 3.5. L'étude granulométrique permet d'identifier des particules centrées autour de 1.5 et 12 µm. L'analyse minéralogique permet d'identifier la présence de Ca(OH)₂ et de calcite et de silicates de calcium sans toutefois pouvoir identifier la nature exacte de ces composés (Mazhoud, 2017b). La masse volumique réelle du Thermo® hydraté est de 2580 kg.m⁻³. Les résistances en compression et en traction à 28 jours sont données Figure 15 en fonction du taux de gâchage E/L. Plus E/L est fort, plus la résistance est faible, elle diminue ainsi de 78 % en compression et 84 % en traction entre E/L= 0.4 et E/L = 0.9.

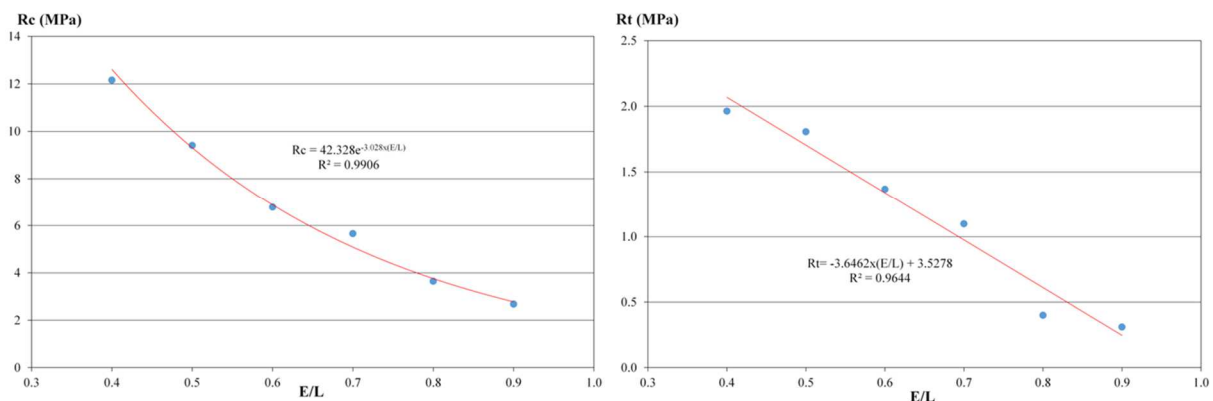


Figure 15 : Résistances en compression et en traction du Thermo® à 28 jours pour différents E/L (Mazhoud, 2017b)

Le **Tradichanvre**[®] est une chaux formulée composée de Tradical PF80 (chaux aérienne formulée de classe FL A 2) et de 35% de charges minérales (incuits de calcaire CaCO₃) dont la granulométrie étagée permet d'obtenir l'enrobage et la liaison des granulats. Le Tradical PF80 a une granulométrie inférieure à 90 µm, une résistance à la compression de 1 MPa et une résistance à la traction/flexion inférieure à 0.3 MPa (Données Techniques du fabricant). La masse volumique réelle du Tradichanvre[®] hydraté est de 2580 kg.m⁻³.

Les **fines** sont **issues de boues de lavage** prélevées sur une carrière de production de graviers : la carrière du Vauriffier. Après décantation, ces boues sont séchées, broyées puis tamisées afin d'en obtenir des fines. Plusieurs prélèvements ont été réalisés. Les caractéristiques qui suivent sont celles du prélèvement utilisé pour la production des composites inclus dans cette synthèse. La teneur en eau initiale est de 114 %. Les limites d'Atterberg sont les suivantes : liquidité $w_L = 36 \%$, plasticité $w_P = 26 \%$ d'où un indice de plasticité de 10 %. Ainsi, ces fines sont associées aux limons et sols organiques peu plastiques. La valeur au bleu de méthylène confirme cette classification « sols limoneux ». La masse volumique réelle des particules est de 2570 kg.m⁻³. Selon la granulométrie laser, la répartition granulométrique est la suivante : 14.1 % d'argile (< 2 µm), 85.7 % de limon (2 à 63 µm) et 0.2 % de sable (> 63 µm). La taille moyenne des grains est de 9.7 µm. Trois phases cristallines principales sont détectées à la diffraction X : le quartz, l'illite ou muscovite et la kaolinite.

La **terre Claytec** [®] est une terre commerciale d'origine alluvionnaire prélevée dans un ancien lit de rivière. Ce matériau présente un caractère très fin. La taille moyenne des grains est de 19 µm, avec une taille caractéristique de grains fins voisine de 1.5 µm et deux autres populations de grains plus gros autour de 19 et 36 µm. La masse volumique réelle de la terre Claytec[®] est de 2580 kg.m⁻³. Ce matériau se compose de quatre phases cristallines principales : le quartz, la muscovite, la calcite et la dolomite.

De plus, quelques liants sont également utilisés conjointement à ces matrices.

Pour **favoriser un développement rapide des propriétés mécaniques** , et donc permettre un démoulage à des temps plus courts après fabrication des bétons de chanvre, le Microcem 7[®] est utilisé en substitution au Tradical PF70[®]. Le **Microcem 7** [®] est un liant sulfatique correspondant à un mélange d'anhydrite III (50 %) et d'hémihydrate (50%) réalisé par cuisson à 450°C à partir d'un gypse naturel (pureté 93 %). Ce liant est caractérisé par une finesse importante ($d_{50} < 15 \mu\text{m}$, surface spécifique voisine de 8000 cm²/g) et une grande réactivité. Les grains très anguleux, se délitant en plaquette, présentent une taille voisine de 10 µm. La masse volumique réelle du Microcem 7[®] hydraté correspond à celle du gypse soit 2400 kg.m⁻³. Le temps de prise de ce liant est très court (typiquement 3 minutes pour un taux de gâchage de 1). Ce liant est donc couplé à un ralentisseur de prise traditionnel (Retardant P –Tricosal).

Une étude de **stabilisation les fines** en vue d'atteindre des **résistances mécaniques** des composites fines stabilisées-chanvre conformes aux recommandations Construire en Chanvre (établies pour les bétons de chanvre) a été menée dans la thèse de Brahim MAZHOU (Mazhoud, 2017b). Les liants sélectionnés à l'issue de cette étude sont le liant **ThermO** [®] et du ciment. Le **ciment** est de type CEM I 52,5 N CE CP2 NF de la société Lafarge (usine de Saint Pierre La cour). Il contient 98% de clinker et présente une résistance moyenne en compression à 28 jours de 60.8 MPa. Sa surface spécifique Blaine est de 378 m²/kg et sa densité de 3.13 g/cm³.

2.2.4 Liants agro-sourcés

Plusieurs liants agro-sourcés sont considérés : des liants commerciaux, des sous-produits de l'industrie et des liants développés au laboratoire.

Dans cette synthèse, le seul liant commercial utilisé est le **PLA, (acide polylactique)** polymère entièrement biodégradable en compostage industriel ($T^{\circ}\text{C} > 60^{\circ}\text{C}$). Il est produit sous forme de granules par Galactic-Belgique à partir de sucre de betterave. Ce polymère présente de très hautes performances mécaniques (résistance en traction 17.8 MPa, résistance en compression 50 MPa et module élastique 3500 MPa). Sa température de transition vitreuse est autour de 180 °C.

Trois liants sont issus des sous-produits de l'industrie.

La **liqueur noire** est un déchet de l'industrie papetière. Elle est composée de résidus de lignine et d'hémicellulose dissous de la pâte à papier.

La **mélasse** est un résidu de la cristallisation et du raffinage du sucre. Il s'agit d'un liquide sirupeux non cristallisable, de couleur variant du blond au brun foncé, qui contient environ la moitié de son poids en saccharose (mélasse de canne : 53 à 54 %, mélasse de betterave 48 %).

La lignine utilisée est la **lignine Biochoice®**. Elle est issue de la liqueur noire, sous-produit du procédé de mise en pâte kraft. Sa composition en masse sèche est de 95 % de lignine.

Le **développement de liants agro-sourcés** au laboratoire a commencé d'un constat : les panneaux de paille compressée de Stramit (partenaire du projet ISOBIO) sont auto-collés simplement en comprimant et en chauffant les bottes de paille. Ainsi, les constituants de la paille permettent d'assurer un collage.

La **première étape** a été de vérifier si cette qualité pouvait être utilisée pour coller d'autres agro-ressources. Différents composites ont été produits en utilisant du chanvre comme granulat et de la paille comme liant. Celle-ci a été utilisée sous différentes formes : (i) la paille a été broyée et utilisée telle quelle en mélange au chanvre, (ii) la paille a été infusée, la quantité de liquide de l'infusion a été réduite, l'infusion réduite et la paille (résidu) ont été mélangées au chanvre, (iii) la paille a été infusée, seul le jus d'infusion est ensuite utilisé pour coller le chanvre. Les travaux menés ont permis d'identifier une teneur en paille minimale de 15 % pour assurer un collage (Figure 16) [C27, F14].

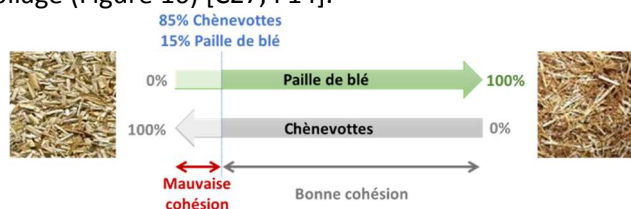


Figure 16 : Evolution de la cohésion en fonction de la formulation des composites.

Ensuite, il s'est agi de réaliser des extractions sur les matières premières pour en faire des liants agro-sourcés. Les différentes agro-ressources ont été testées et une **optimisation du procédé d'extraction** a été réalisé dans la thèse de Marie VIEL. L'extraction est donc réalisée par macération dans un solvant alcalin pendant 4 heures à 90°C. Les **meilleurs rendements** sont obtenus avec la **rafle de maïs et les fines de lin** (50 %). A l'issue de ce procédé, deux produits sont obtenus : les extraits et les résidus. Les résidus de rafle de maïs sont également investis en tant que granulat.

2.3 Matériaux étudiés

2.3.1 Formulations et mises en oeuvre

Les matériaux étudiés dans cette synthèse sont détaillés Tableau 3 et Tableau 4 . Ils comprennent :

- La bauge, matrice minérale à base de terre,
- Les liants commerciaux Tradical PF70, Tradichanvre et Thermo® utilisés pour la production de bétons de chanvre et d'enduits chaux-chanvre
- Des enduits chaux-chanvre
- Des bétons de chanvre réalisés avec des liants commerciaux à base de chaux. Ces bétons de chanvre sont mis en œuvre de différentes manières : par projection (partenaire industriel SI2C), par moulage et vibrations (partenaire industriel EASY Chanvre), par moulage et compactage (laboratoire).
- Des bétons de chanvre pour lesquels une partie du liant à base de chaux a été substituée par du Microcem 7® en vue d'acquérir rapidement les propriétés mécaniques nécessaires au démoulage. Différents taux de substitution sont considérés.
- Des bétons de chanvre dont le chanvre a été traité afin de réduire la quantité d'eau de gâchage
- Des composites à base de terre et de chanvre utilisant les fines, les fines stabilisées et la terre Claytec®
- Des composites agro-sourcés réalisés avec du chanvre ou des résidus de rafle de maïs en granulat (choix issu de l'étude des agro-ressources § 2.2.2) et différents liants agro-sourcés.

Tableau 3 : Matériaux étudiés : matrices minérales et matrices minérales – chanvre ; formulation et mise en œuvre

Composites chanvre - matrice minérale		Liant	Chanvre	C/L	E/L	Mise en œuvre	Production / Echantillons
Thèse F COLLET							
Béton de chanvre	BCA	Tradical 70 (Strasservil)	Chanvribat (Strasservil)	0.48	1.45	Moulé, CEBTP	Blocs 60 × 30 × 20 cm ³
	BCB			0.48	1.45		Cubes 20 cm d'arête
Enduit chaux-chanvre	ECX	Tradichanvre (Strasservil)	Chanvribat (Strasservil)	0.18	0.83		/ échantillons prélevés par découpe
projet ANR Bétonchanvre, PRIR Ecomatx, Thèse J CHAMOIN							
Béton de chanvre	SI2C - Mur (R)	Tradical BCB PF70	Chanvribat	0.50		Projeté, SI2C	Blocs 30 × 30 × 15 cm ³ Echantillons prélevés par découpe
	SI2C - Mur ads						
	SI2C - Dalle			0.40			
	SI2C - Toit			1.00			
	TERRA - Mur	Tradical BCB PF70	Terrachanvre M	0.50		Moulé	
	EASY - Mur (R)	72.4 % chaux vive / 27.6 % chaux hydraulique	NC	0.59		Moulé + vibré, EASY CHANVRE	
	EASY - Dalle (V1)	56.3 % % chaux vive / 28.1 % chaux hydraulique / 15.6 % mélasse - levure	NC	0.50			
	EASY - V2	54.5 % chaux vive / 45.5 % chaux hydraulique	NC	0.41		Moulé + compacté	
	Labo F1	66.7 % Tradical BCB PF70 / 33.3 % Microcem 7	Chanvribat	0.50	0.83		
	Labo F2	66.7 % Tradical BCB PF70 / 33.3 % Microcem 8	Terrachanvre M	0.50	1.18		
	Labo F3	50.0 % Tradical BCB PF70 / 50.0 % Microcem 9	Chanvribat	0.50	0.83		
	Labo F4	33.3 % Tradical BCB PF70 / 66.7 % Microcem 10	Chanvribat	0.50	0.83		
BCT	Tradical BCB PF70	Chanvribat traité	0.50	0.66			
Enduit chaux-chanvre	Enduit Chanvribat	Tradichanvre	Chanvribat	0.15		Moulé	Blocs 30 × 30 × 7-12 cm ³ Echantillons prélevés par découpe
	Enduit Terrachanvre	Tradichanvre	Terrachanvre F	0.15			
Liants	Tradical PF 70			0.00			
	Tradichanvre			0.00			
Thèse B MAZHOUD							
Béton de chanvre	TC-0,4	Thermo®	Biofibat® (CAVAC)	0.40	0.76	Moulage + compactage à 0.1 Mpa par couche (moules cylindriques = 4 couches ; moules prismatiques=2 couches)	Prisme 10 × 10 × 10 cm ³ Cylindre D 10 cm, h 20 cm
	TC-0,5			0.50	0.80		
	TC-0,61			0.61	0.84		
	TC-0,75			0.75	1.05		
Composites Terre- chanvre	AC-0,4	Fines issues de boues de lavage	Biofibat® (CAVAC)	0.40	0.56		
	AC-0,455			0.46	0.58		
	AC-0,5			0.50	0.60		
	AC-0,75			0.75	0.80		
	ASC-0,4	Fines stabilisées (5% Thermo® + 5 % ciment)	Biofibat® (CAVAC)	0.40	0.76		
	ASC-0,455			0.46	0.78		
	ASC-0,5			0.50	0.80		
	ASC-0,75			0.75	1.00		
CC-0.5	Claytec	Biofibat® (CAVAC)	0.50	0.69			
Thermo®	Thermo®-0.4	Thermo®		0.00	0.40	Moulage	Prisme 10 × 10 × 7 cm ³
	Thermo®-0.5	Thermo®		0.00	0.50		
	Thermo®-0.6	Thermo®		0.00	0.60		
Fines issues de boues de lavage	A	Fines issues de boues de lavage séchées à 100°C		0.00	0.40	moulage + pilonnage	Prisme 9.3 × 9.3 × 5.5 cm ³
Fines stabilisées	AS	Fines stabilisées (5% Thermo® + 5 % ciment)		0.00	0.60	Table à chocs	Prisme 4 × 4 × 16 cm ³

Tableau 4 Matériaux étudiés composites agro-sourcés ; formulation et mise en œuvre

Projet européen ISOBIO - Thèse M. VIEL	nom formulation	Liant	Granulat	%L mélange sec	%G mélange sec	Préparation du mélange	Mise en œuvre	Production / Echantillons
Paille-chanvre	35	Paille de blé broyée	Chanvribat®	20.0%	80.0%	Paille broyée, mélange manuel des composants	mis en œuvre en 4 couches, chaque couche est tassée à la main et compactée avec 10 coups de bâton, surface grattée entre les couches maintenu compacté dans le moule, serrage moyen cuisson 190°C, 100 minutes	Cylindres D = 10 cm h = 7 cm
	B1	Paille de blé infusée	Chanvribat®	20.0%	80.0%	Paille infusée dans l'eau pendant 24h, puis chauffée à 80 °C Filtration : 49 g d'eau retirés Mélange paille-eau-chanvre		
	B2	Paille de blé infusée	Chanvribat®	13.5%	86.5%	Paille infusée dans l'eau pendant 24h, puis chauffée à 80 °C Filtration : 97.6 g d'eau infusée récupérés Mélange infusion-chanvre		
Polysaccharide - chanvre	S2	Polysaccharides	Chanvribat®	9.5%	90.5%	Polysaccharides dissouts dans l'eau Mélange manuel avec le chanvre		
Granulats chanvre - Liants agro-sourcés	M1 (Chanvre + E.S. Rafles de Maïs)	E.S. Rafles de Maïs	Chanvre Biofibat®	13.2%	86.8%	Liant dilué dans l'eau à la main Mélange liant / chanvre au malaxeur	mis en œuvre en une couche compactage 5 fois à 0.25 Mpa étuvage à 190°C pendant 2 heures	Prismes 10×10×10 cm ³
	M2 (Chanvre + E.S. Fines de Lin)	E.S. Fines de Lin	Chanvre Biofibat®	13.2%	86.8%			
	M3 (Chanvre + Liqueur Noire)	Liqueur Noire	Chanvre Biofibat®	13.2%	86.8%			
	M4 (Chanvre + Lignine BioChoice)	Lignine BioChoice	Chanvre Biofibat®	13.2%	86.8%			
	M5 (Chanvre + Mélasse)	Mélasse	Chanvre Biofibat®	13.2%	86.8%			
	M6 (Chanvre + PLA)	PLA	Chanvre Biofibat®	50.0%	50.0%	Mélange Liant / chanvre à la main		
Granulats maïs - Liants agro-sourcés	M7 (Résidus de Rafles de Maïs + E.S. Rafles de Maïs)	E.S. Rafles de Maïs	Résidus de Rafles de Maïs	13.2%	86.8%	Liant dilué dans l'eau à la main Mélange liant / Résidus de rafles de maïs au malaxeur	mis en œuvre en une couche compactage 5 fois à 0.25 Mpa étuvage à 190°C pendant 2 heures	Prismes 10×10×10 cm ³
	M8 (Résidus de Rafles de Maïs + E.S. Fines de Lin)	E.S. Fines de Lin	Résidus de Rafles de Maïs	13.2%	86.8%			
	M9 (Résidus de Rafles de Maïs + Liqueur Noire)	Liqueur Noire	Résidus de Rafles de Maïs	13.2%	86.8%			
	M10 (Résidus de Rafles de Maïs + Lignine BioChoice)	Lignine BioChoice	Résidus de Rafles de Maïs	13.2%	86.8%			
	M11 (Résidus de Rafles de Maïs + Mélasse)	Mélasse	Résidus de Rafles de Maïs	13.2%	86.8%			
	M12	PLA	Résidus de Rafles de Maïs	50.0%	50.0%	Mélange Liant / Résidus de rafles de maïs à la main		

2.3.2 Caractéristiques physiques

Les masses volumiques à 23°C, 50%HR sont données Figure 17 pour les matrices minérales et matrices minérales-chanvre en fonction du rapport C/L et Figure 18 pour les composites agro-sourcés. Les barres présentant les écart-types sont plus petites que les symboles.

Les matrices minérales ont les masses volumiques les plus importantes comprises entre 1125 kg.m⁻³ pour la matrice ThermO® et 1684 kg.m⁻³ pour les fines. Cette masse volumique est bien sûr liée au taux de gâchage de la pâte. Les enduits chaux-chanvre ont des masses volumiques plus importantes que celles des bétons de chanvre, elles sont comprises entre 723 et 881 kg.m⁻³. Les bétons de chanvre ont des masses volumiques comprises entre 253 kg.m⁻³ pour le béton de chanvre SI2C-Toit et 613 kg.m⁻³ pour le TC-0.4.

Les éléments impactant la masse volumique des bétons de chanvre sont la formulation et la mise en œuvre.

Ainsi, la masse volumique diminue de façon logarithmique lorsque le rapport C/L augmente. Cette diminution s'explique par la faible masse volumique du chanvre et par un dosage en eau plus élevée lorsque le dosage en chanvre est élevé. L'utilisation de chanvre fibré dans la formulation labo F2 conduit à une masse volumique plus importante de cette formulation, par rapport à la formulation F1 réalisée avec le même liant mais avec du chanvre non fibré. La formulation avec le chanvre fibré a été réalisée avec une plus grande quantité d'eau, ce qui a éventuellement permis un meilleur compactage. Pour un même mode de mise en œuvre et un même dosage en eau, le liant impacte plus ou moins fortement la masse volumique. Les formulations Labo F1, F3 et F4 ont ainsi une masse volumique similaire. Les formulations à base de fines stabilisées ont des masses volumiques légèrement inférieures à celles des formulations avec le liant ThermO® (jusqu'à 6 % plus faibles). Les formulations à base de fines ont des masses volumiques plus faibles que celles des formulations à base de ThermO®, de 11 à 22 %.

Les bétons de chanvre BCA et BCB ont des masses volumiques similaires à celles des bétons de chanvre projetés SI2C-Mur (entre 406 et 422 kg.m⁻³). Le béton de chanvre TC 0.5 a une masse volumique supérieure d'environ 25 % (508 kg.m⁻³). De plus, pour les formulations réalisées par projection, il existe une variation de la masse volumique avec l'angle de projection (Elfordy et al., 2008) [A9]. Dans cette synthèse les échantillons sont sélectionnés pour être représentatifs de la masse volumique moyenne.

Au bilan, les masses volumiques obtenues sont de l'ordre de grandeur de celles trouvées dans la littérature pour les composites à base de chanvre (de Bruijn et al., 2009; Cerezo, 2005; Elfordy et al., 2008; Magniont, 2010; Nozahic, 2012).

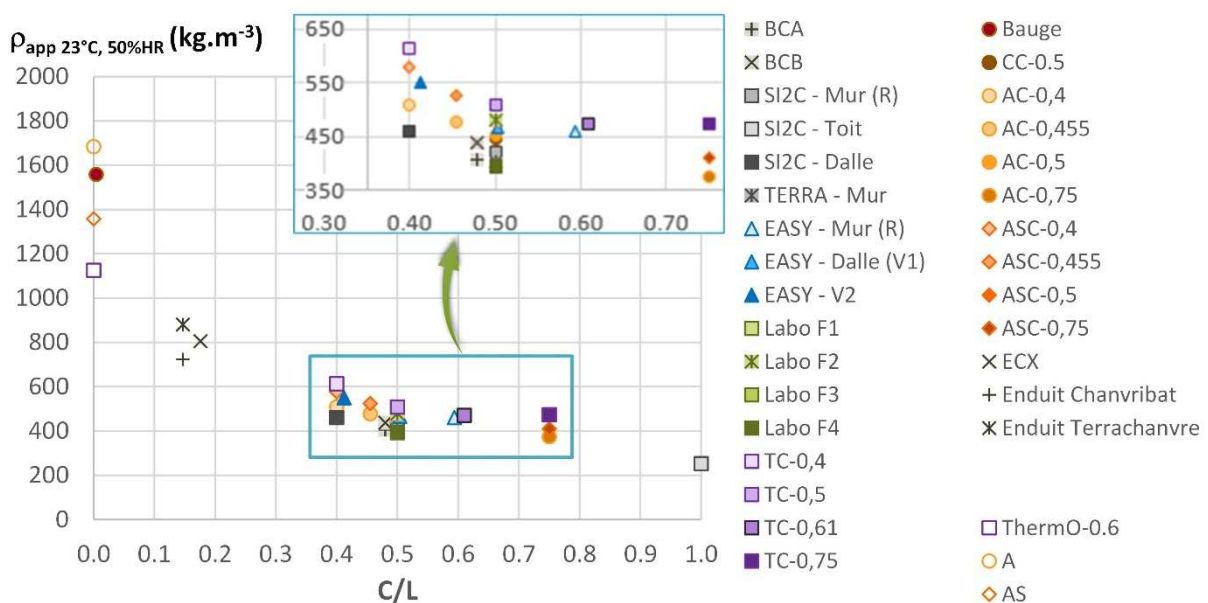


Figure 17 : Masse volumique apparente à 23°C, 50 %HR des matrices minérales et matrices minérales-chanvre en fonction du rapport C/L

Les **composites agro-sourcés** réalisés avec du **chanvre** ont des **masses volumiques beaucoup plus faibles** que les composites à matrice minérale-chanvre. Le composite réalisé avec du PLA donne les masses volumiques les plus fortes : 267 kg.m^{-3} . Les composites réalisés avec la paille comme liant ont des masses volumiques comprises entre 165 et 188 kg.m^{-3} . Les autres composites ont des masses volumiques similaires, autour de 198 kg.m^{-3} .

Les composites agro-sourcés réalisés avec les résidus de rafles de maïs comme granulat ont des masses volumiques beaucoup plus fortes, de l'ordre de 540 kg.m^{-3} , soit environ 73 % plus fortes. Ceci est lié à une masse volumique apparente du granulat seul beaucoup plus forte dans le cas des résidus de rafles de maïs (342 contre 113 kg.m^{-3}).

Les différents liants agro-sourcés utilisés ont des impacts similaires pour un granulat donné, à l'exception du PLA qui conduit à des masses volumiques plus élevées. Par contre, l'augmentation observée entre la masse volumique du granulat seul et celle du composite est plus importante dans le cas des résidus de rafles de maïs.

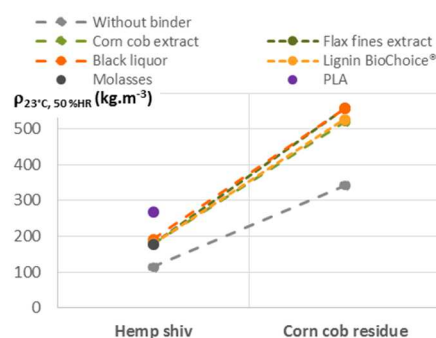


Figure 18 : Masse volumique apparente à 23°C, 50%HR des composites agro-sourcés

3 Propriétés hygriques à l'échelle du matériau

La caractérisation hygrique des matériaux a pour objectif d'en définir les capacités de stockage et de transfert de l'humidité. Ainsi, l'hygroscopicité des matériaux est décrite par les isothermes d'adsorption-désorption qui relient la teneur en eau à l'équilibre à l'hygrométrie ambiante. Leur capacité à transférer l'humidité est, quant à elle, quantifiée par la perméabilité à la vapeur. Le couplage de ces deux grandeurs permet de calculer la diffusivité et l'effusivité hygriques du matériau. Les modèles de comportement hydriques sont généralement alimentés par les isothermes de sorption et la perméabilité à la vapeur. Il a été montré que les incertitudes sur ces données expérimentales entravent la précision de la simulation de l'effet tampon hygrique (Roels et al., 2010). La précision des simulations est également impactée par la présence d'une hystérésis sur les isothermes de sorption. Ainsi, le recours à une caractérisation en régime dynamique s'avère nécessaire. Dans nos études, cette caractérisation s'appuie sur la mesure de la valeur tampon hygrique (Moisture Buffer Value : MBV).

Les mesures en régime permanent (isothermes de sorption et perméabilité à la vapeur) ont été menées sur les composites matrice minérale – chanvre. Les mesures en régime dynamique sont menées sur l'ensemble des types de composites. Ces travaux ont donné lieu à plusieurs publications, conférences invitées et communications [A1, A2, A3, A5, A6, A7, A8, B2, B3, C10, C11, C13, C14, C17, E3, F4, F7, F8, F11, F12, F13, I1, I2, J2] ainsi qu'à un contrat industriel d'une durée de 10 mois [L6] lors duquel j'ai co-encadré un étudiant de Master Georges BONDA KOUKAM (Bonda Kouekam, 2012).

3.1 Isothermes de sorption

De façon générale, les composites à matrice minérale - chanvre sont des matériaux hygroscopiques. Leurs isothermes de sorption sont des sigmoïdes de type II ou III selon la classification IUPAC [IUP, 1985], en lien avec la présence d'une porosité macroscopique. La fixation de l'humidité se fait par adsorption mono-puis poly-moléculaire ainsi que par condensation capillaire (qui apparaît en corrélation avec la taille des pores). De plus, ces courbes présentent une hystérésis entre la branche primaire d'adsorption et la branche primaire de désorption qui s'étend sur tout le domaine d'hygrométrie.

3.1.1 Méthode expérimentale et modélisation

Dans nos études, l'**isotherme de sorption** est mesurée selon la méthode discontinue par paliers successifs d'hygrométrie ambiante croissante puis décroissante. Le banc expérimental mis en place pendant ma thèse était basé sur la méthode des solutions salines. Dans le cadre du projet ANR Betonchanvre, le nombre de formulations (et donc d'échantillons) étant conséquent, une armoire climatique a été acquise. La méthode discontinue « classique » nécessite des temps de mesure longs allant de quelques semaines à plusieurs mois pour chaque palier d'hygrométrie. Outre le problème de durée d'essai, ces expositions prolongées, dans des conditions hygrométriques extrêmes, peuvent conduire à une dégradation des échantillons (développement de moisissures). Afin de palier à cet inconvénient, j'ai développé un protocole associant un **modèle de cinétique** afin de réduire la durée de l'essai [A8⁹, F5]. Ce protocole a été appliqué lors des projets ANR Betonchanvre/PRIR Ecomatx sur les bétons de chanvre SI2C, TERRA, EASY et Labo.

Une fois les points expérimentaux de l'isotherme de sorption déterminés, celle-ci est décrite par le modèle GAB (Anderson, 1946; Anderson and Hall, 1948; De Boer, 1953; Guggenheim, 1966), choisi à l'issue d'une étude comparative de sept modèles (Figure 19) (Chamoïn, 2013). La teneur en eau monomoléculaire est également calculée à partir du modèle BET (Brunauer et al., 1938) et la structure poreuse peut être décrite en appliquant différents modèles (BET, t, BJH...)(Barett et al., 1951).

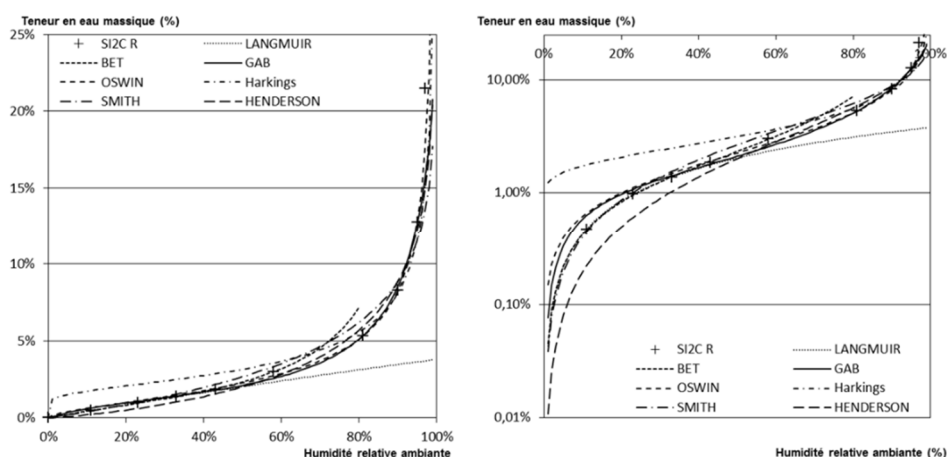


Figure 19 : Etude comparative des modèles de sorption sur la formulation SI2C-R (gauche : échelle décimale, droite : échelle semi-logarithmique) (Chamoïn, 2013)

3.1.2 Adsorption

Les **formulations de béton de chanvre de type « mur »** réalisées par les partenaires industriels et/ou avec des liants commerciaux à base de chaux présentent des **isothermes de sorption comparables**. Les branches d'adsorption des bétons de chanvre SI2C-Mur et TERRA-Mur sont très proches alors que les EASY-Mur présentent des teneurs en eau et une pente légèrement plus faibles jusqu'à 81%HR (Figure 20). Au-delà, la pente est plus marquée et conduit à des teneurs en eau beaucoup plus élevées. Le béton de chanvre TC-0.5 présente des teneurs en eau similaires à celui du béton de chanvre SI2C-Mur jusqu'à 58%HR (Figure 21). Au-delà, les teneurs en eau du TC 0.5 sont supérieures à celles du SI2C-Mur, en lien avec les isothermes de sorption des liants respectifs (comparables jusqu'à 58%HR, puis supérieures pour le liant Thermo®). Ainsi, l'application du modèle BET montre que les formulations **SI2C-Mur, TERRA-Mur et TC-0.5** ont des **teneurs en eau monomoléculaires proches** (respectivement 1.55 %, 1.58 % et 1.59 %), et donc des surfaces spécifiques proches (Figure 22). La **formulation EASY-Mur** présente quant à elle une teneur en eau monomoléculaire plus faible (et donc des phénomènes d'adsorption mono- et poly-moléculaires plus faibles) mais une **condensation capillaire plus intense** aux hygrométries les plus élevées. Selon le modèle BJH, la condensation capillaire qui se produit sur la gamme 81-97%HR a lieu dans des pores de diamètre 0.005 à 0.040 μm [A8]. Cette taille de pore est rencontrée dans la peau des parois des chènevottes et dans la porosité inter-granulaire du liant.

⁹ Article fourni en annexe 4

Les isothermes de sorption obtenues sont dans la gamme de celles présentées dans (de Bruijn and Johansson, 2013; Evrard, 2008; Samri, 2008).

Gravimetric Water Content [%]

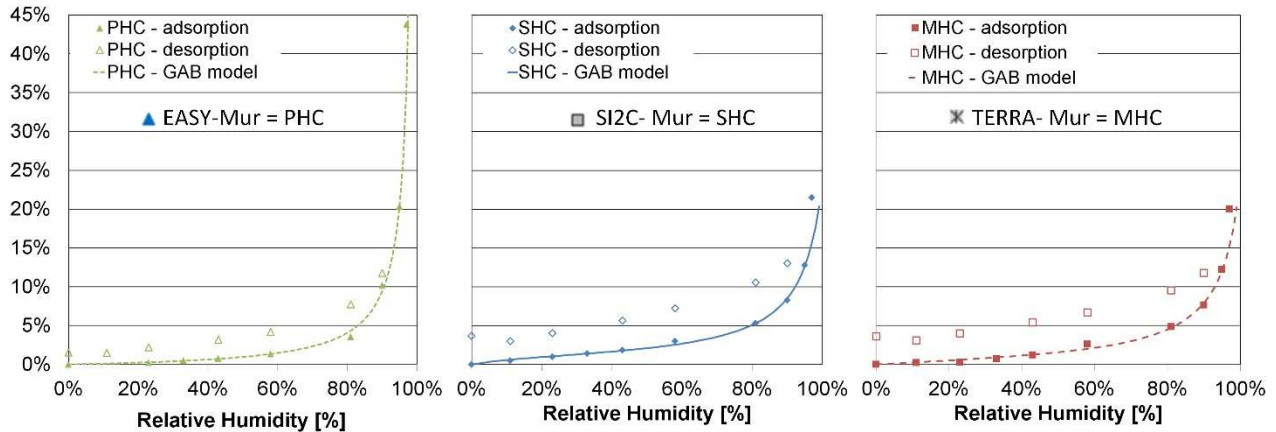


Figure 20: Isothermes de sorption (branches d'adsorption et de désorption) des formulations "mur" des partenaires industriels (EASY- Mur = PHC; SI2C-Mur = SHC; TERRA- Mur= MHC) [A8] ; Teneurs en eau massiques w

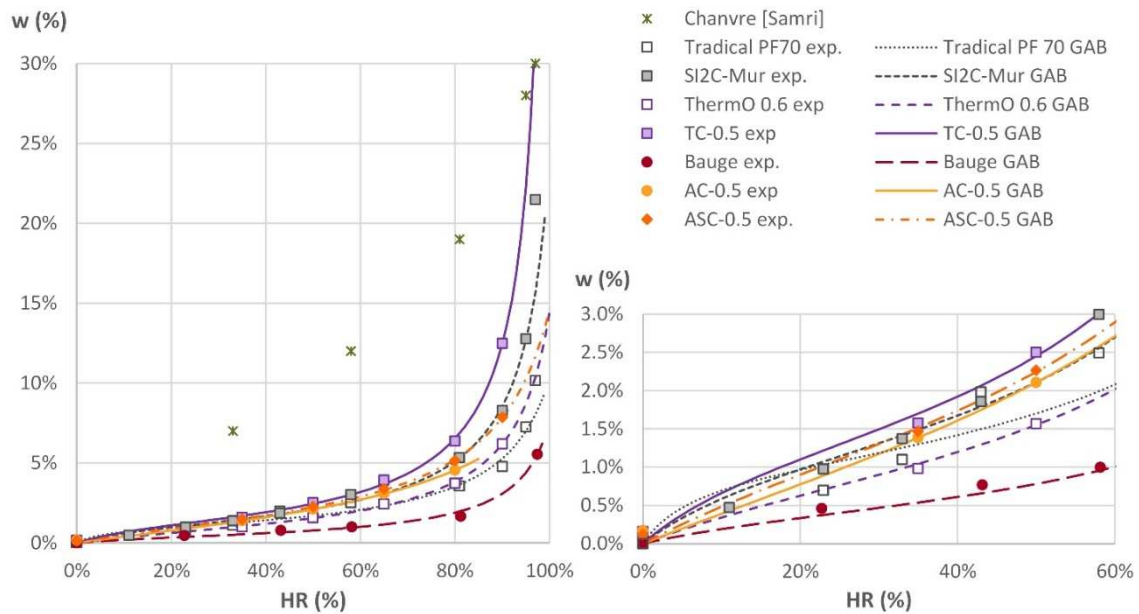


Figure 21 : Isothermes de sorption du chanvre, du liant Thermo®, de la bauge, du composite Thermo®-Chanvre TC-0.5 et des composites fines et fines stabilisées-Chanvre AC 0.5 et ASC 0.5 ; Teneurs en eau massiques w

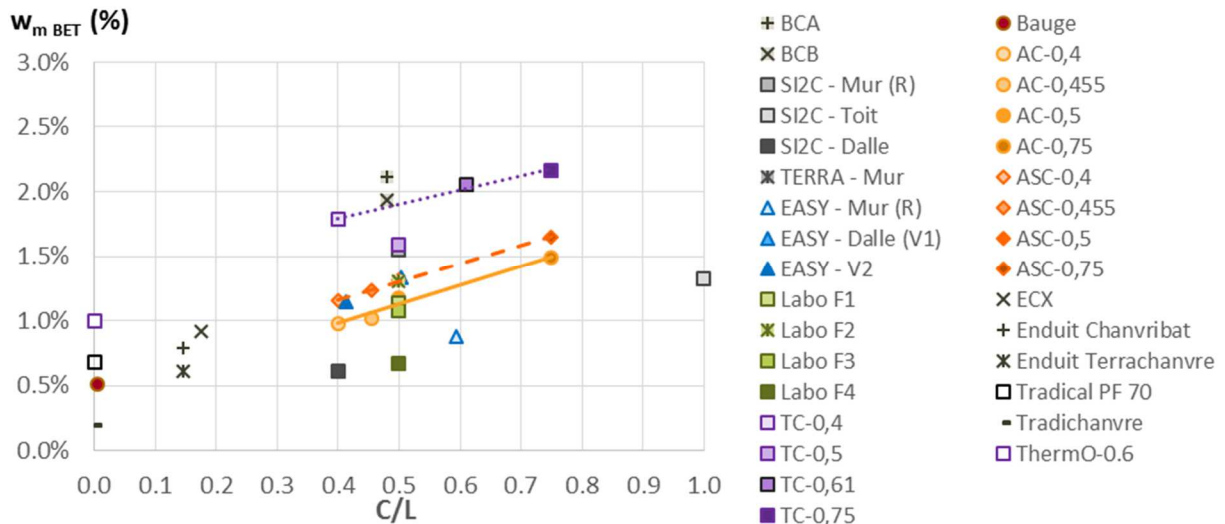


Figure 22 : Teneur en eau monomoléculaire massique ($g_{eau}/g_{matériau}$) en fonction du rapport C/L

Les branches d'adsorption des bétons de chanvre réalisés avec **différents taux de substitution de Microcem au Tradical PF70** sont comparables à celles de la formulation SI2C-Mur pour des humidités relatives allant jusqu'à 90% HR (Figure 23). Toutefois, pour les formulations contenant du Microcem, les teneurs en eau diminuent légèrement lorsque le taux de Microcem augmente (Figure 24). En effet, les **grains de Microcem** sont **plus gros** que ceux de la chaux (Figure 25), conduisant à des surfaces spécifiques plus faibles et donc à des **teneurs en eau monomoléculaires plus faibles** (Figure 24). Ainsi, dans les domaines de sorption mono- et polymoléculaire, la teneur en eau est plus faible. Aux humidités relatives les plus élevées, la teneur en eau et la pente la plus forte sont obtenues pour le plus fort dosage en Microcem. Celui-ci favorise donc le **développement de la condensation capillaire** aux hygrométries les plus fortes.

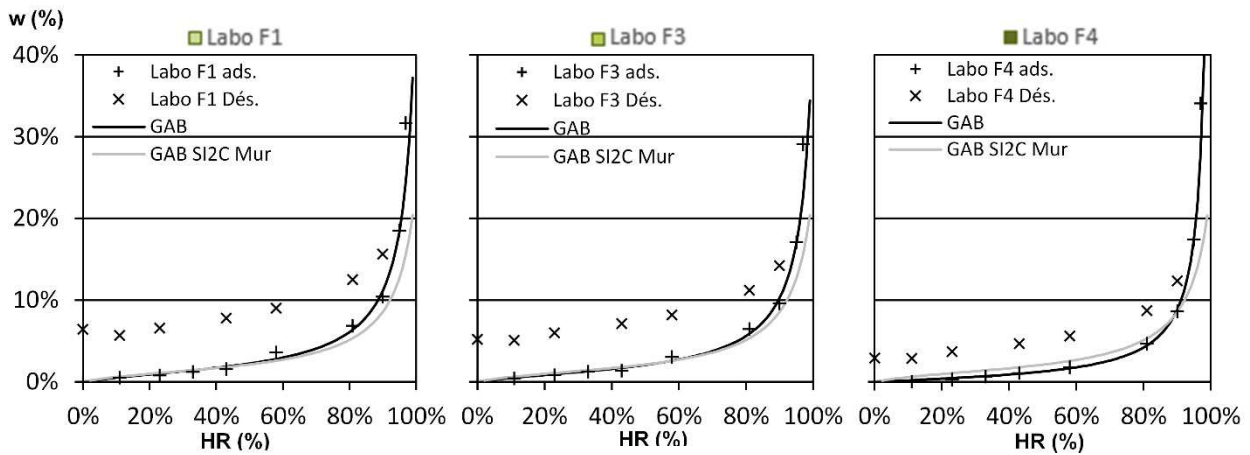


Figure 23 : Isothermes de sorption des bétons de chanvre Labo F1, Labo F3 et Labo F4 ; Teneurs en eau massiques w

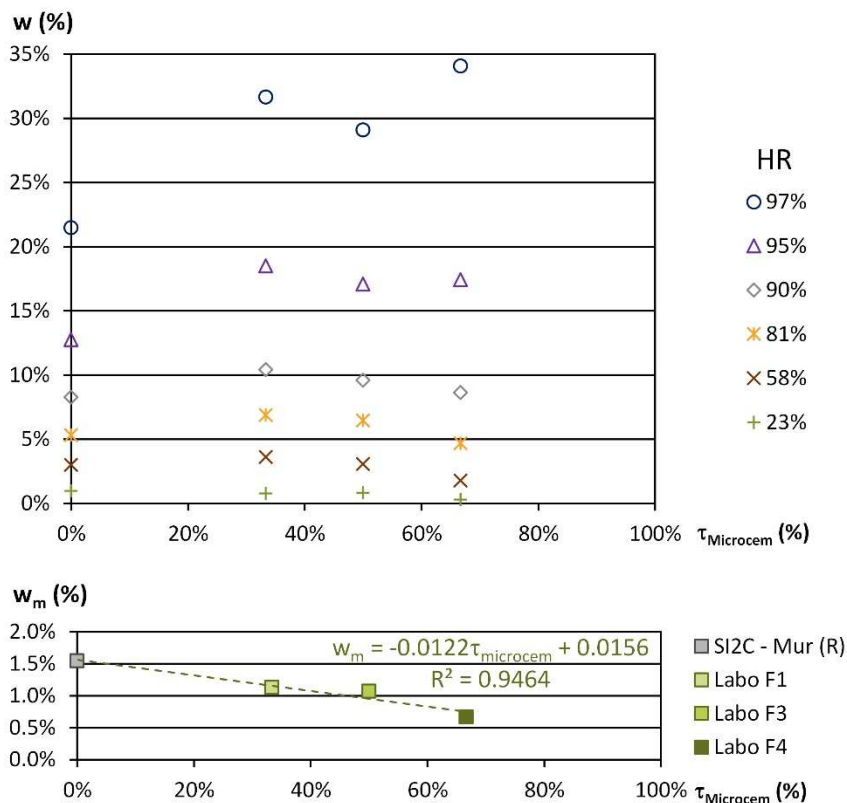


Figure 24 : Effet du taux de Microcem ($\tau_{\text{microcem}} = m_{\text{microcem}}/m_{\text{liant}}$) sur les isothermes de sorption des bétons de chanvre Labo F1, Labo F3 et Labo F4 – Haut : Teneurs en eau massiques w en fonction du taux de microcem pour les différentes hygrométries HR – Bas : Teneur en eau monomoléculaire en fonction du taux de microcem pour les différents bétons de chanvre

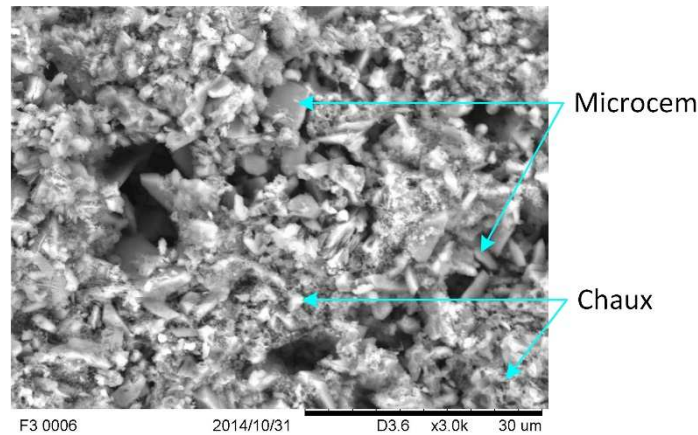


Figure 25 : Visualisation MEB de la formulation Labo F3

Le recours à une **matrice à base de fines ou de fines stabilisées**, avec le même rapport C/L, conduit à des teneurs en eau des composites similaires à celle du béton de chanvre SI2C-Mur et légèrement plus faibles que celles des bétons de chanvre réalisés avec le liant ThermO® ($w_{AC} = 2.11\%$, $w_{ASC} = 2.27\%$ et $w_{TC} = 2.50\%$ à 50 %HR)(Figure 21). Au-delà de 58 %HR, les composites à base de fines ont des teneurs en eau beaucoup plus faibles que celles du béton de chanvre TC-0.5, mais similaires à celles du béton de chanvre SI2C-Mur. En outre, les teneurs en eau monomoléculaires des composites à base de fines sont comparables à celles des bétons de chanvre EASY-V1, Labo F1 et Labo F3.

Le **type de chanvre** (défibré ou fibré) a un **impact limité** sur les isothermes de sorption des bétons de chanvre. Ainsi, les bétons de chanvre TERRA-Mur (resp. Labo F2) présentent des courbes proches de celles obtenues pour les SI2C-Mur (resp. Labo F1) (Chamoïn, 2013).

Le **traitement du chanvre** a un **impact marqué** sur la teneur en eau des bétons de chanvre, et cet impact est d'autant plus important que l'hygrométrie est élevée. Ainsi, à 58%HR, la teneur en eau du béton de chanvre réalisé avec du chanvre traité est plus faible que celle du béton de chanvre SI2C-Mur de 25 % ; à 97%HR, l'écart est de 40% (Figure 26) (Chamoïn, 2013). Le traitement du chanvre empêche l'eau de se fixer sur la chènevotte et de remplir les capillaires des parois de celle-ci, ce qui conduit à réduire la teneur en eau du béton de chanvre.

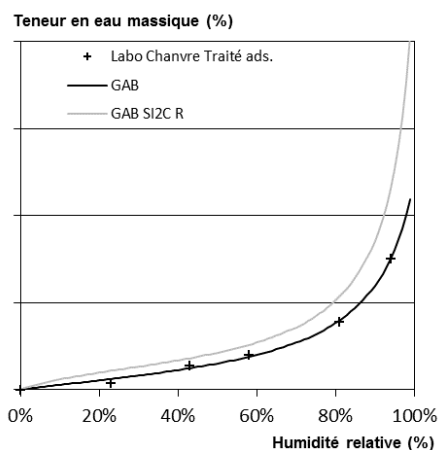


Figure 26 : Effet du traitement du chanvre sur l'isotherme de sorption (branche d'adsorption)

L'effet du **dosage en chanvre** sur les isothermes de sorption est illustré avec les résultats obtenus sur les composites réalisés avec des fines stabilisées et du chanvre (Figure 27). Sur l'ensemble du domaine d'hygrométrie considéré, la **teneur en eau augmente linéairement avec le rapport C/L**. De plus, l'évolution de la teneur en eau avec C/L est d'autant plus importante que l'hygrométrie est élevée jusqu'à 80 %HR. En effet, la teneur en eau monomoléculaire augmente avec C/L (Figure 22), ce qui conduit à une adsorption mono- et polymoléculaire plus importante. On note une contribution simultanée du liant et du chanvre du fait que l'ordonnée à l'origine des régressions linéaires augmente également avec l'hygrométrie. A 90 %HR, la pente de la teneur en eau en fonction du rapport C/L est plus faible. De plus, l'augmentation de teneur en

eau entre le point 80 %HR et le point 90 %HR diminue lorsque C/L augmente. A cette hygrométrie, la condensation capillaire est prépondérante, elle se développe alors de façon plus importante dans le liant. De tels résultats sont également observés sur les bétons de chanvre Thermo®-chanvre et fines stabilisées- chanvre (Mazhoud, 2017b). De la même façon, la comparaison des bétons de chanvre SI2C-Dalle, SI2C-Mur et SI2C-Toit montre que la teneur en eau augmente lorsque C/L augmente. Enfin, les enduit Chanvribat et enduit Terrachanvre, pour lesquels les rapports C/L sont beaucoup plus faibles (0.15), présentent des teneurs en eau massiques beaucoup plus faibles que celles des bétons de chanvre. L'étude de (Bouguerra et al., 1999) montre des résultats similaires pour des bétons de bois pour lesquels l'augmentation du dosage en bois conduit à une augmentation des teneurs en eau.

En complément, il convient de souligner que l'expression des teneurs en eau en volumiques montre que les **capacités de stockage dans un volume donné des enduits s'approchent de celles des bétons de chanvre** (Chamoïn, 2013). De la même façon, la bauge présente des teneurs en eau massiques beaucoup plus faibles que celles des autres matériaux étudiés mais une expression en **teneur en eau volumique** conduit à une capacité de stockage **similaire pour la bauge et les bétons de chanvre**.

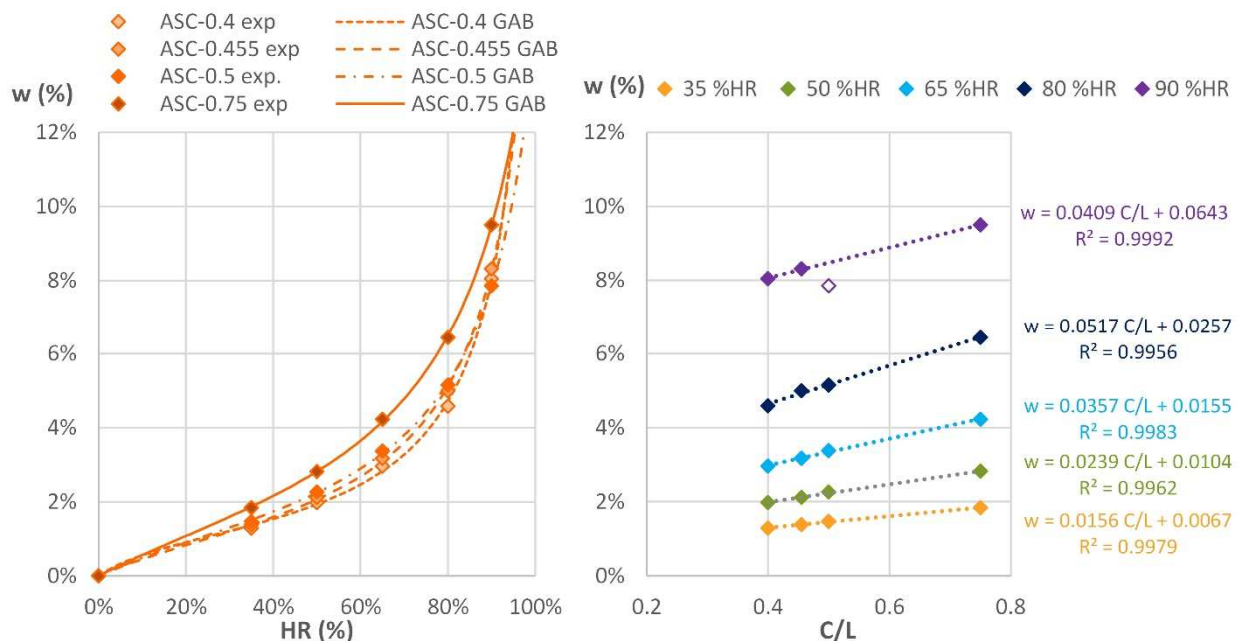


Figure 27 : Effet du dosage en chanvre sur les isothermes de sorption des composites Fines stabilisées-Chanvre – gauche : Isothermes de sorption – droite : Evolution de la teneur en eau en fonction de C/L pour les différentes hygrométries.

3.1.3 Désorption et hystérésis

Pour l'ensemble des formulations, **une hystérésis** apparaît sur l'ensemble du domaine et ne ferme pas la boucle (Figure 28). Cet écart de masse est expliqué par de **l'eau piégée** (bouteille d'encre, eau liée chimiquement, etc.) et par **d'autres réactions chimiques** comme par exemple la carbonatation. D'une façon générale, l'écart entre la branche primaire d'adsorption et la branche primaire de désorption présente sa **valeur maximale** pour une hygrométrie de **81 %HR**, caractéristique du phénomène de condensation capillaire. Pour les formulations de type Mur réalisées par les partenaires industriels, cet écart est compris entre 4.7 % (TERRA-Mur) et 5.2 % (SI2C-Mur). Les modifications apportées sur le liant dans les formulations Labo F1-F2-F3 conduisent à une évolution différente de l'hystérésis. La valeur maximale est obtenue à 43 %HR et est comprise entre 5.1 et 6.2 %. La comparaison des hystérésis des bétons de chanvre SI2C-Mur et TERRA-Mur d'une part et de celles des formulations Labo F1 et Labo F2 montre que le chanvre fibré conduit à une même allure des hystérésis, mais avec des écarts légèrement plus faibles entre l'adsorption et la désorption. Enfin, lorsque le dosage en chanvre augmente, l'écart maximal, à 81 %HR, augmente. De la même façon, il est moins important pour les enduits que pour les bétons de chanvre.

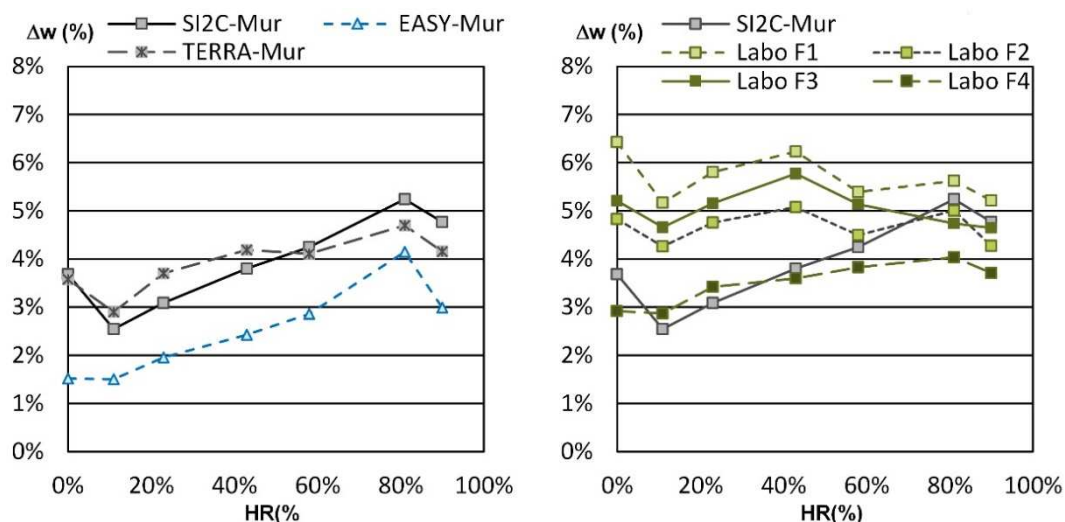


Figure 28 : Hystérésis des isothermes de sorption en fonction de l'hygrométrie pour les formulations SI2C-Mur, EASY-Mur, TERRA-Mur et Labo F1, F2, F3 et F4

3.1.4 Isothermes de sorption et structure poreuse

Les isothermes de sorption sont liées à la structure poreuse des matériaux. Ainsi, plusieurs modèles permettent de déterminer la surface spécifique des matériaux à partir des isothermes de sorption (comme par exemple les modèles BET, t ou BJH). Le modèle BJH permet également d'identifier la distribution porale. Toutefois, il convient de souligner que ces résultats sont spécifiques à ces méthodes. Par exemple, le domaine de distribution porale exploré se situe pour des rayons de pores plus faibles que ceux explorés au porosimètre à mercure. Une telle exploitation des isothermes de sorption est réalisée dans [A2]¹⁰.

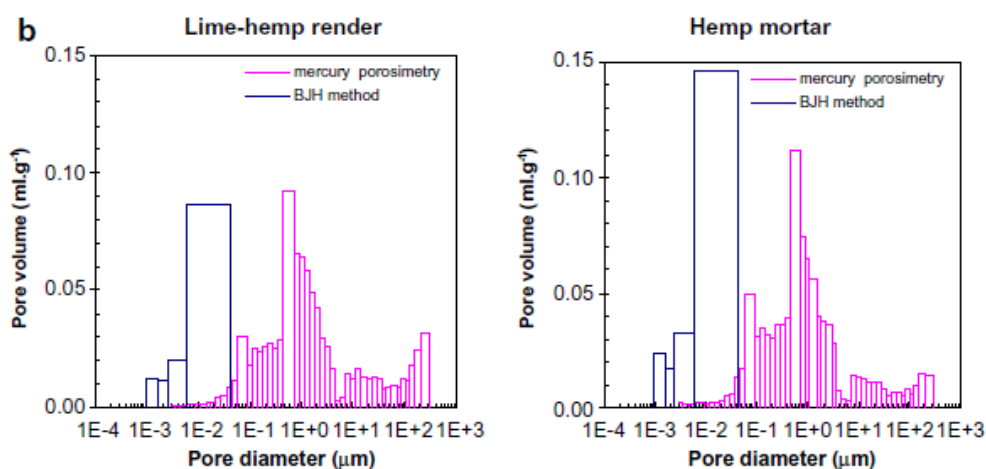


Figure 29 : Distributions porales de l'enduit chaux-chanvre ECX (Lime-hemp render) et du béton de chanvre BCA (Hemp mortar) issues de la mesure porosimétrique au mercure et du calcul selon la méthode BJH [A2]

3.2 Perméabilité à la vapeur et diffusivité hygrique

3.2.1 Méthode expérimentale et modélisation

La perméabilité à la vapeur est mesurée selon la méthode de la coupelle (AFNOR, 1997). Durant mes travaux de thèse, j'ai mis en place le banc expérimental permettant la mesure du point normatif (0 ; 50 %HR). Pour les matériaux hygroscopiques, la perméabilité à la vapeur augmente avec leur teneur en eau, en lien avec l'apparition du transfert liquide. Ainsi, dans le cadre de mon poste d'ATER et au cours du stage de Master de Xavier BIHAN (Bihan, 2007), j'ai mis en place une nouvelle méthode afin de mesurer l'évolution de la perméabilité à la vapeur avec l'humidité. Les couples d'hygrométrie sont choisis selon la méthode des tangentes et les essais sont menés de façon à suivre la branche principale d'adsorption. La maîtrise des

¹⁰ Article fourni en annexe 3

ambiances intérieures est réalisée avec du gel de silice ou des solutions salines. Les ambiances extérieures sont maîtrisées en salle climatisée ou en armoire climatique (2 armoires utilisées). La perméabilité à la vapeur est calculée à partir du flux de vapeur, en prenant en compte la résistance de la lame d'air côté intérieur de la coupelle. La résistance de la lame d'air côté extérieur est minimisée en assurant une vitesse d'air suffisante (recommandation : au moins 2 m/s).

L'évolution de la perméabilité à la vapeur est alors décrite par un ajustement avec une loi puissance sur l'ensemble des points expérimentaux [Eq. 1] [F7]. L'évolution de la diffusivité hydrique est alors calculée à partir de la modélisation de l'isotherme de sorption et de la perméabilité à la vapeur [Eq. 2] [A8, A3].

$$\pi = A + B \times HR^C \quad [\text{Eq. 1}]$$

$$D_u = \frac{\pi \cdot P_{vs}}{\rho_0} \cdot \frac{1}{\frac{\partial w}{\partial \phi}} \quad [\text{Eq. 2}]$$

3.2.2 Résultats

La **perméabilité à la vapeur** des trois **bétons de chanvre de type Mur** réalisés par les partenaires industriels augmente avec l'humidité (Figure 30). La perméabilité à la vapeur est quasi-constante aux faibles et moyennes hygrométries (3.2×10^{-11} à 4.6×10^{-11} $\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$) puis augmente brutalement aux fortes hygrométries. Les perméabilités à la vapeur mesurées pour le couple (0 / 50 %HR) conduisent à des facteurs de résistance à la vapeur compris entre 6.2 et 6.68. Ces résultats sont comparables à ceux donnés dans (Walker and Pavía, 2014) et dans (Rahim et al., 2015), mais plus forts que ceux donnés dans (Seng et al., 2017). L'augmentation de la perméabilité à la vapeur en fonction de l'hygrométrie est liée au transfert liquide associé à la diffusion liquide surfacique puis à la condensation capillaire.

Les points de mesure à (23/33 %HR) (symboles vides sur la Figure 30) ont été écartés de la modélisation. Ils ont été réalisés dans l'armoire 2 où la vitesse d'air est plus élevée que dans l'armoire 1 et la salle climatisée. Cet aspect est discuté dans les perspectives.

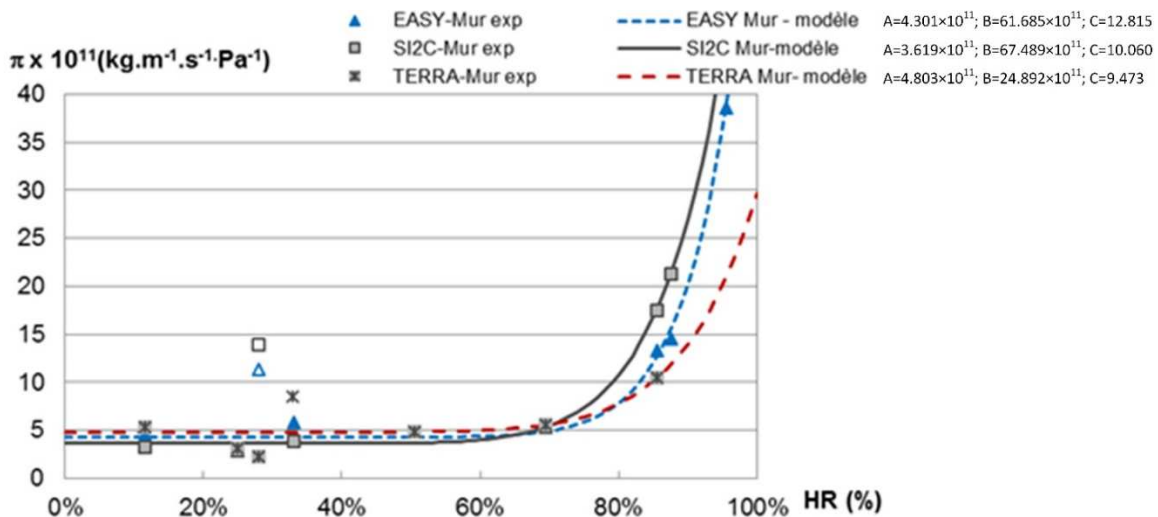


Figure 30 : Evolution de la perméabilité à la vapeur avec l'humidité relative moyenne pour les formulations "mur" des partenaires industriels.

L'évolution de la **diffusivité hydrique** avec la teneur en eau présente une allure conforme à la théorie de De Vries (De Vries, 1958). On observe la première partie de la courbe caractéristique de la diffusion sous forme vapeur. Pour la formulation EASY-Mur, seule la décroissance est observée, la diffusivité hydrique est comprise entre 3×10^{-8} et 1.3×10^{-9} $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$. Le transfert liquide se met rapidement en place. Pour la formulation SI2C-Mur, la valeur maximale atteinte est 7.3×10^{-9} $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ (resp. TERRA-Mur 1.3×10^{-8} $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$). Dans un premier temps, le transfert d'humidité se fait par diffusion et effusion de vapeur. Ensuite, la diffusivité hydrique diminue. Le transfert liquide surfacique puis le transfert par condensation-évaporation aux interfaces liquide-vapeur, du fait de la condensation capillaire, se mettent en place.

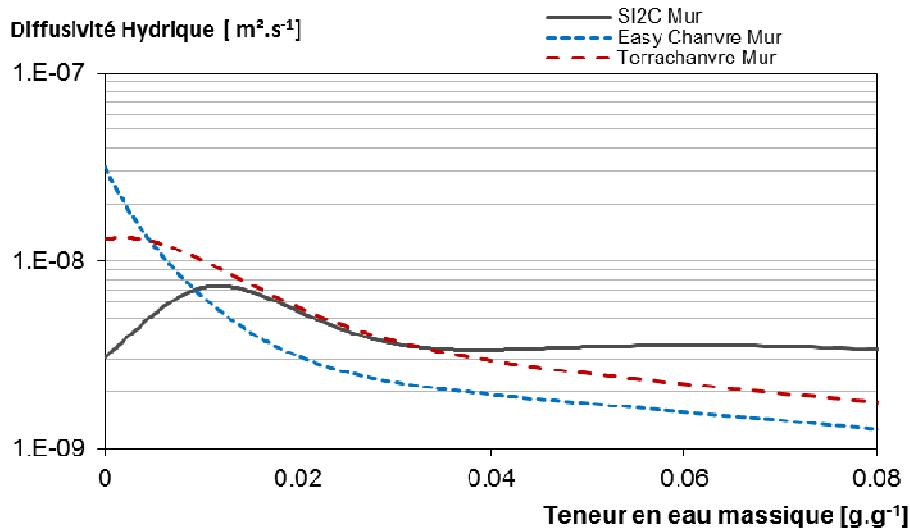


Figure 31 : Evolution de la diffusivité hydrique avec la teneur en eau des formulations "mur" des partenaires industriels.

La perméabilité à la vapeur obtenue pour la **formulation SI2C-Dalle** est comparable à celle de la formulation SI2C-Mur jusqu'à 60% HR (Figure 32). Au-delà, alors que la formulation Mur présente une augmentation marquée de la perméabilité à la vapeur, la formulation Dalle présente une évolution plus faible. La diffusivité hydrique maximale de la formulation Dalle est légèrement supérieure à celle de la formulation Mur. Cette valeur est atteinte pour des teneurs en eau plus faibles. La porosité ouverte de la formulation Dalle étant plus importante que celle de la formulation Mur (Chamoin, 2013), son réseau poreux est probablement plus fin et plus tortueux. Ceci conduit à une valeur maximale de la diffusivité hydrique pour des teneurs en eau plus faibles et à une perméabilité à la vapeur plus faible également pour les hygrométries les plus importantes.

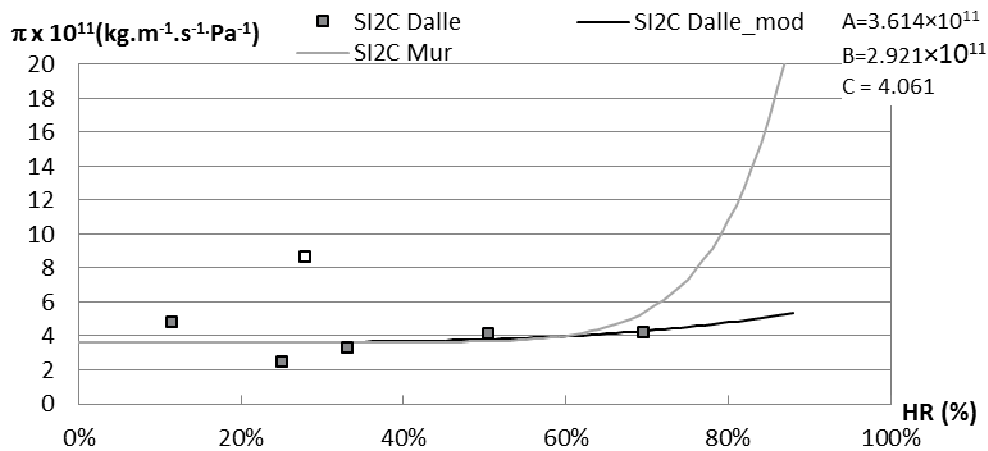


Figure 32 : Evolution de la perméabilité à la vapeur avec l'humidité relative pour les formulations Dalle et Mur

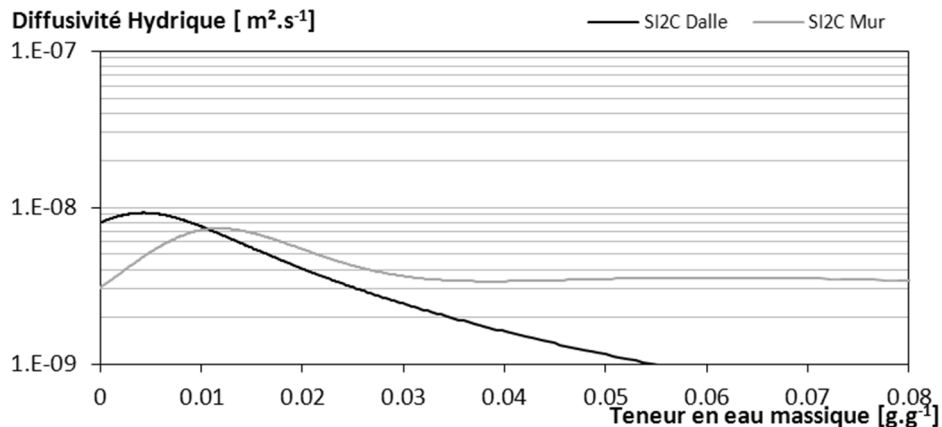


Figure 33: Evolution de la diffusivité hydrique en fonction de la teneur en eau pour les formulations Mur et Dalle

Les perméabilités à la vapeur obtenues pour les différents taux de substitution de Microcem au Tradical PF70 sont proches (Figure 34). Pour le point normatif 0/50, la perméabilité à la vapeur est de l'ordre de $3 \times 10^{-11} \text{ kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$, ce qui est comparable à celle de la formulation SI2C-Mur. Pour les formulations avec du Microcem, la perméabilité à la vapeur augmente sur tout le domaine d'hygrométrie et ne présente donc pas de palier caractéristique du transfert sous forme vapeur uniquement.

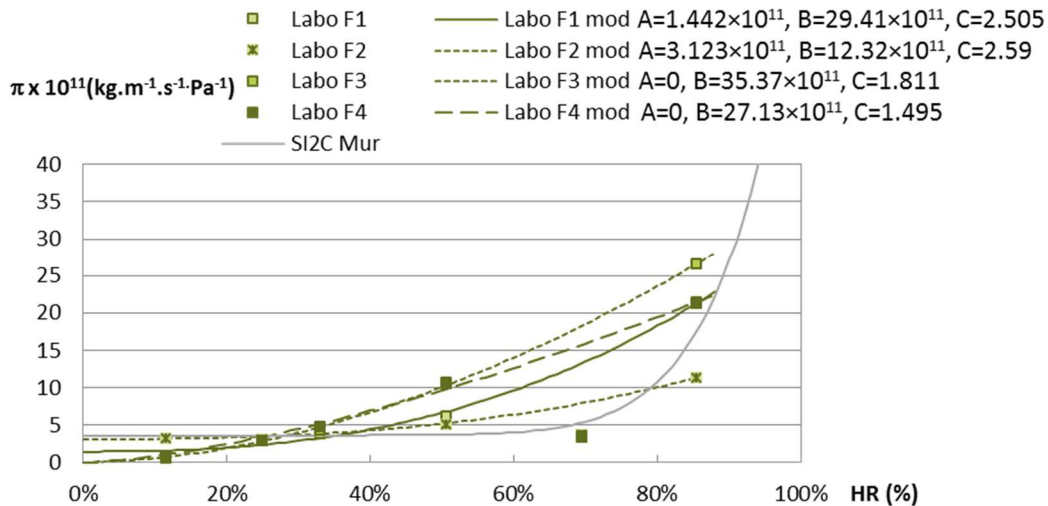


Figure 34 : Evolution de la perméabilité à la vapeur avec l'humidité relative pour différents taux de substitution de Microcem 7° au Tradical PF 70° (F1 : 1/3 Microcem 7°-2/3 Tradical PF 70° ; F2 : 1/2-1/2 ; F3 : 2/3-1/3)

La Figure 35 présente l'évolution de la diffusivité hydrique en fonction de la teneur en eau. La première bosse, relative au transfert sous forme vapeur, selon la théorie de De Vries, apparaît pour toutes les formulations mais la décroissance se fait de façon plus progressive. La diffusivité hydrique des formulations contenant du Microcem est supérieure à celle de la formulation de référence SI2C-Mur. De plus, pour les formulations contenant du Microcem, l'augmentation du dosage conduit à des valeurs de diffusivité hydrique plus importantes, atteintes pour des teneurs en eau comprises entre 1.1 et 2.6 % (Figure 35). Celles-ci correspondent à des hygrométries voisines de 50% alors que pour la formulation de référence la valeur maximale de la diffusivité est atteinte pour des teneurs en eau de 1.2 %, autour de 26%HR.

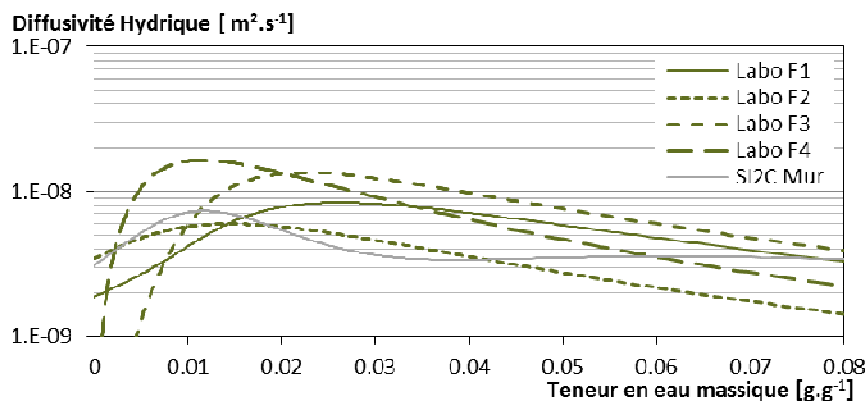


Figure 35: Evolution de la diffusivité hydrique en fonction de la teneur en eau pour différents taux de substitution de Microcem 7° au Tradical PF 70° (F1 : 1/3 Microcem 7° - 2/3 Tradical PF 70° ; F2 : 1/2-1/2 ; F3 : 2/3-1/3)

L'utilisation de **chanvre fibré** dans le béton de chanvre conduit à la même allure de perméabilité à la vapeur que la formulation de référence associée (TERRA-Mur/SI2C-Mur Figure 31, Labo F2/Labo F1 Figure 34). Pour des faibles et moyennes hygrométries, le chanvre fibré conduit à des valeurs de perméabilité à la vapeur plus fortes alors qu'aux hygrométries les plus élevées, les perméabilités obtenues sont plus faibles. La diffusivité hydrique présente une valeur maximale pour des teneurs en eau plus faibles que celle des formulations de référence. La présence de fibre **favorise donc le transfert dans un premier temps puis le ralentit**.

Pour le **chanvre traité**, seule la valeur normative (0/50) a été mesurée. Elle est légèrement inférieure à celle de la formulation de référence (2.68×10^{-11} vs $2.92 \times 10^{-11} \text{ kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{Pa}^{-1}$, soit 8 %).

3.3 Valeur Tampon Hygrique (Moisture Buffer Value – MBV), profondeur de pénétration

3.3.1 Méthode expérimentale

La **valeur tampon hygrique** (Moisture Buffer Value : MBV) est mesurée selon la méthode définie dans le Nordtest Project qui y associe une classification de la capacité à réguler l'humidité de l'air environnant de négligeable ($MBV < 0.2 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \%HR)$) à excellente ($MBV > 2 \text{ g}/\text{m}^2 \cdot \%HR$) (Peuhkuri and Rode, 2005; Rode et al., 2005, 2007). J'ai mis ce banc d'essai en place au LGCGM en 2011 en collaboration avec ma collègue Sylvie PRÉTOT. Cette méthode permet de quantifier le comportement dynamique du matériau par rapport à des modifications d'ambiance. Les phénomènes de stockage/déstockage d'humidité dépendent à la fois de l'échange en surface et du flux au sein du matériau. Ainsi, pour être représentatif des échanges avec l'environnement intérieur, la vitesse d'air doit être de $0.1 \pm 0.05 \text{ m/s}$ (Rode et al., 2005), ce qui a nécessité la mise en place de grilles pour limiter les vitesses d'air au sein de l'armoire climatique.

3.3.2 MBV du chanvre Biofibat® et des composites à matrice minérale - chanvre

Après fabrication des échantillons, ceux-ci sont stabilisés en salle de retrait puis en armoire climatique avant la mesure de la valeur MBV. La Figure 36 présente les valeurs tampon hygriques **MBV** des matrices minérales et des composites à matrice minérale-chanvre. Ces valeurs sont reportées en fonction de la masse volumique sur la Figure 37.

La Figure 37 donne également la valeur MBV du chanvre Biofibat® pour deux états hydriques initiaux. Dans le conditionnement 1, le chanvre est séché à l'étuve à 60°C puis stabilisé à (23°C ; $50\%HR$), ainsi le point de départ de l'essai MBV se situe sur la branche primaire d'adsorption. Dans le conditionnement 2, le chanvre est directement stabilisé à (23°C ; $50\%HR$) à la sortie du sac, il est donc dans un état plus humide, situé entre la branche d'adsorption et la branche de désorption. Les valeurs MBV respectives sont de 2.05 ± 0.04 et $2.24 \pm 0.06 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \%HR^{-1}$, soulignant l'effet de l'état initial sur la valeur MBV du matériau. *Cet aspect sera repris dans les perspectives.*

Les **bétons de chanvre de type Mur** réalisés par les partenaires industriels du projet ANR Betonchanvre ont des valeurs MBV de $1.94 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \%HR^{-1}$ pour la formulation EASY-Mur et 2.15 resp. $2.14 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \%HR^{-1}$ pour les formulations SI2C-Mur resp. TERRA-Mur. Les bétons de chanvre ThermO®-Chanvre avec un rapport C/L de 0.5 ont une valeur MBV de $2.02 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \%HR^{-1}$. Ainsi, selon la classification du Nordtest Project (Rode et al., 2005), ces bétons de chanvre sont **très bons, voire excellents régulateurs hygriques**. Les résultats obtenus sont comparables à ceux donnés dans la littérature ($1.99 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \%HR^{-1}$ selon (Tran Le, 2010) et $2.02 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \%HR^{-1}$ selon (Rahim et al., 2015)). Toutefois, dans l'étude de (Latif et al., 2015), des valeurs beaucoup plus fortes sont trouvées, atteignant $3.47 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \%HR^{-1}$. L'hypothèse d'un effet de vitesse d'air trop forte a pu être vérifiée en réalisant des essais croisés avec le laboratoire de Bath (avec lequel nous collaborons dans le cadre du projet ISOBIO). *Cet aspect est repris dans les perspectives.*

Les valeurs MBV obtenues pour les différents dosages en **Microcem** montrent qu'une **augmentation du taux de Microcem induit une augmentation de la valeur MBV**. Cette augmentation est de 27% entre un mélange comprenant 1/3 de Microcem (Labo F1) et un mélange comprenant 2/3 de Microcem (Labo F4). Le mélange à part égale Microcem-Tradical PF 70 présente quant à lui une valeur tampon hygrique comparable à celle du béton de chanvre SI2C-Mur.

Pour un même mode de mise en œuvre (moulage et compactage), le recours à une matrice à base de **fines, de fines stabilisées ou de Terre Claytec®** conduit à des **MBV plus élevées** que celles obtenues avec du ThermO®. Ainsi, pour un rapport C/L de 0.5, l'augmentation est respectivement de 6, 11 et 7 %. Pour C/L=0.75, elle est de 21 % avec les fines et 24 % avec les fines stabilisées.

L'**ajout de chanvre dans la matrice minérale** conduit à une **évolution différente selon la matrice considérée**. Pour le **ThermO®**, la matrice seule présente une valeur MBV de $1.57 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \%HR^{-1}$. L'ajout de chanvre conduit à une **amélioration** de cette valeur de 17 à 28%, induite par une augmentation de la porosité. Dans le cas des **fines**, la matrice seule est déjà excellente régulatrice hygrique ($MBV = 2.15 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \%HR^{-1}$). L'ajout de chanvre conduit **dans un premier temps à une diminution** de la valeur MBV (de 4% pour C/L = 0.4). L'augmentation du rapport C/L conduit **ensuite** à une **augmentation** de la valeur MBV. Lorsque le

rapport C/L est de 0.5, la performance du composite égale celle de la matrice. Enfin, pour C/L=0.75, la valeur MBV est améliorée de 6% et atteint 2.28 g.m⁻².%HR⁻¹. Les composites réalisés avec des **fines stabilisées** présentent des valeurs MBV proches pour l'ensemble des rapports C/L. La valeur moyenne est de 2.30 g.m⁻².%HR⁻¹ et l'écart-type de 0.04 g.m⁻².%HR⁻¹. L'ajout de chanvre dans la matrice conduit à une **modification du réseau poreux** (porosité intra et interparticulaire, air occlus dans la matrice) impactant à la fois ses **capacités de stockage et de transfert** . L'impact sur la valeur MBV résulte d'un **effet couplé** de ces deux phénomènes. Ainsi, bien que les bétons de chanvre ThermO® aient une isotherme de sorption au-dessus de celles des fines-chanvre et fines stabilisées-chanvre, leur valeur MBV est plus faible. La Figure 37 montre qu'il est difficile d'identifier une loi d'évolution de la valeur MBV en fonction de la masse volumique. La comparaison des valeurs MBV des composites à celles du chanvre et de la matrice seuls suggère un possible effet de synergie dans le cas du composite fines-chanvre C/L=0.75. L'état hygrique initial ayant un rôle non négligeable sur la valeur MBV, cet effet de synergie pourrait être vérifié en répétant l'essai en partant de la branche primaire de sorption.

Les résultats obtenus sur les valeurs **MBV** sont **cohérents avec les résultats précédents** . En effet, la valeur MBV est proportionnelle à l' **effusivité hydrique** du matériau. Celle-ci caractérise la capacité d'un matériau à échanger de l'humidité à travers sa surface d'échange. Par exemple, dans le cas des bétons de chanvre de type Mur, l'isotherme de sorption de la formulation EASY-Mur présente une dérivée et une hystérésis plus faibles que les formulations SI2C-Mur et TERRA-Mur tout en ayant une perméabilité à la vapeur équivalente, sa valeur tampon hygrique est donc plus faible.

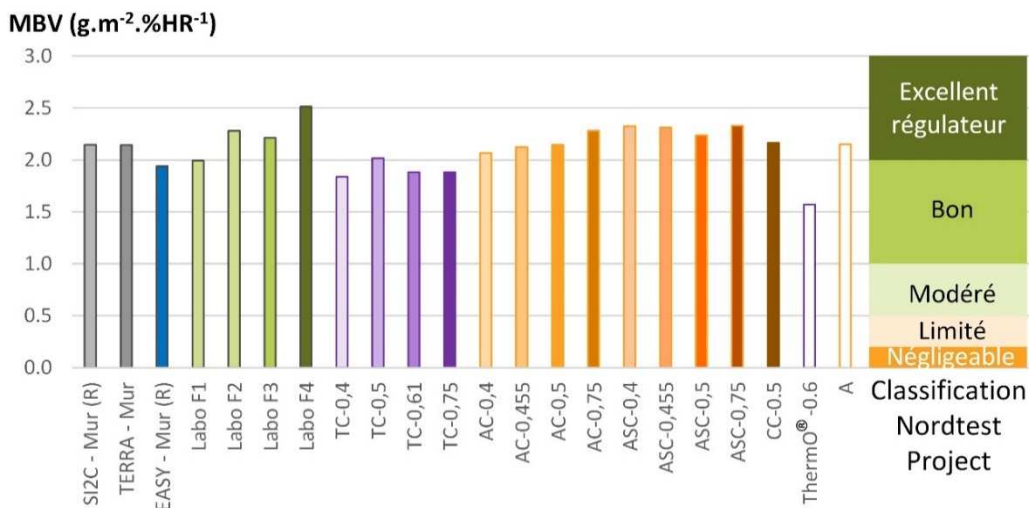


Figure 36 : MBV des matrices minérales et matrice minérales-chanvre mesurées selon le protocole du Nordtest Project - Classification associée

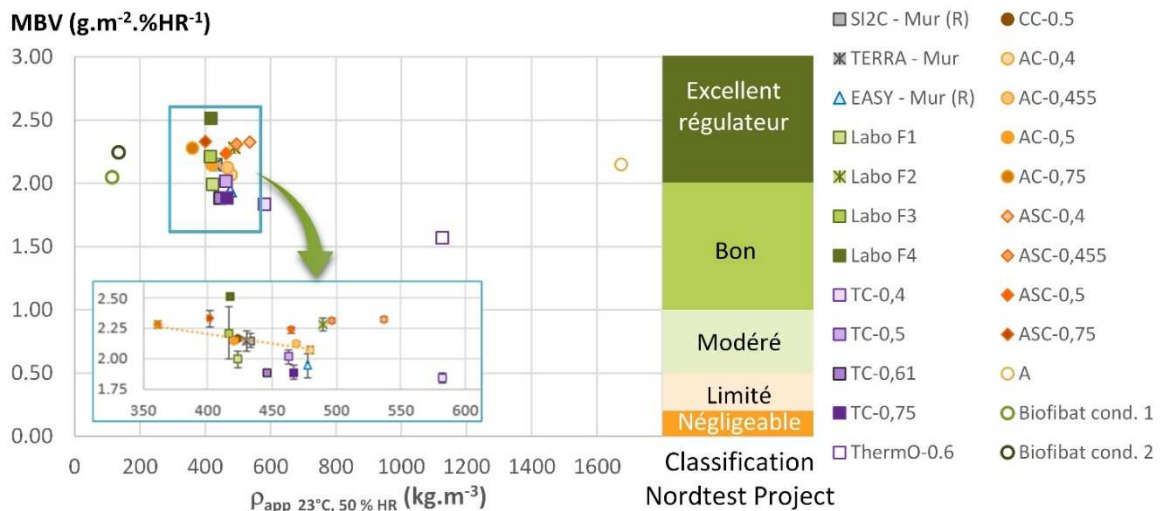


Figure 37 : MBV en fonction de la masse volumique des matrices minérales,des composites matrices minérales-chanvre et du chanvre Biofibat® (cond.1 : séché puis stabilisé à 23°C, 50%HR, cond. 2 : directement stabilisé à 23°C, 50 %HR à la sortie du sac)

3.3.3 Effusivité hygrique et Profondeur de pénétration des bétons de chanvre Mur

Bien que l'effusivité hygrique soit une caractéristique dynamique du matériau, elle est définie à partir de grandeurs mesurées en régime permanent (isothermes de sorption et perméabilité à la vapeur) (Rode et al., 2007). A partir de l'écriture du flux échangé à travers la surface au cours des cycles 8h à haute humidité relative / 16h à basse humidité relative, l'effusivité hygrique est reliée à la valeur $MBV_{idéale}$ (Rode et al., 2005). Ainsi, à partir de la mesure de la valeur MBV, il est possible de déterminer l'effusivité hygrique du matériau.

La Figure 38 présente l'étude menée sur le béton de chanvre SI2C-Mur [A7]. L'effusivité calculée à partir de l'essai MBV est plus faible que celle obtenue à partir des données de régime permanent. Comme indiqué dans (Rode et al., 2007), la valeur calculée à partir du régime dynamique est plus représentative du comportement dynamique du matériau.

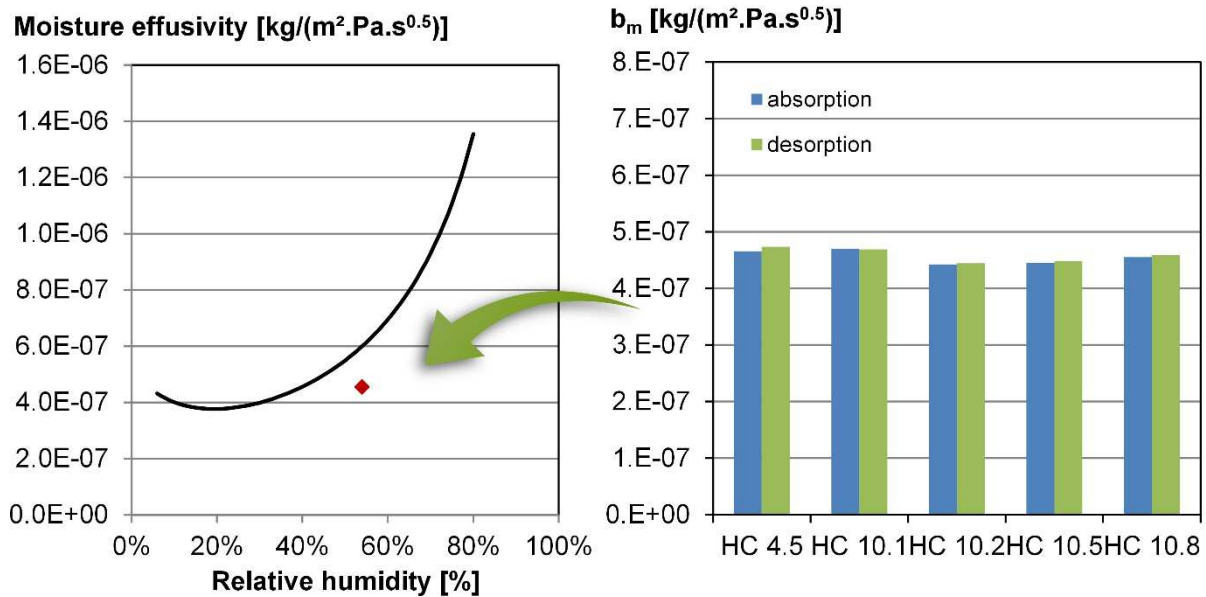


Figure 38 : Effusivité hygrique du béton de chanvre SI2C-Mur, gauche : valeur calculée à partir de l'isotherme de sorption et de la perméabilité à la vapeur, droite : valeur déterminée sur chaque échantillon à partir de l'essai MBV [A7].

Enfin, à partir de la diffusivité hygrique et de la période des cycles, il est également possible de calculer la profondeur de pénétration. Dans le cas du béton de chanvre SI2C-Mur, la **profondeur de pénétration** calculée est de 5.8 cm [A7]. Les cycles étant définis de façon à être représentatifs des cycles journaliers rencontrés dans les bâtiments, cette épaisseur donne **une indication de l'épaisseur à utiliser pour bénéficier de l'effet tampon hydrique** (si le matériau n'est pas enduit).

3.3.4 Effet de l'enduit sur la valeur tampon hygrique du béton de chanvre

La mise en œuvre d'un enduit impacte bien sûr la qualité de régulateur hygrique du béton de chanvre. L'objectif des travaux résumés ici est de quantifier dans quelle mesure. Trois types d'enduit sont considérés : sable-chaux, chanvre-chaux et sable-terre [C14, C17, F13]. Selon le type d'enduit considéré, la valeur tampon hygrique est plus ou moins impactée (Figure 39). La mise en œuvre d'un enduit sable-chaux réduit notablement la valeur MBV (autour de 1.06 g/(m².%HR)). Un enduit chaux-chanvre, plus ouvert, impacte de façon moindre cette valeur (réduction d'environ 15%). Enfin, un enduit sable-terre permet de conserver d'excellentes performances (MBV de 1.98 g/(m².%HR)). Le **choix de l'enduit s'avère donc primordial**. Toutefois, **quel que soit l'enduit considéré, le complexe reste bon régulateur hygrique** (équivalent à un béton cellulaire sans enduit) (Rode et al., 2005).

La Figure 41 souligne l'interaction entre le type de granulat et le type de liant sur la valeur MBV. Ainsi, pour les liants utilisés uniquement avec le chanvre, le **PLA** conduit à une valeur **MBV plus faible** pour le composite que pour le chanvre en vrac alors que la **mélasse** donne la **même valeur** au composite qu'au granulat seul. Pour les liants utilisés avec les deux types de granulats, la **lignine conduit aux valeurs MBV les plus basses des composites**. Dans le cas du chanvre, la valeur MBV du composite est égale à celle du granulat. Par contre, dans le cas des résidus de rafles de maïs le composite présente une valeur MBV plus forte que celle du granulat. Pour les trois autres liants (**extraits de rafles de maïs, extraits de fines de lin et liqueur noire**), les valeurs **MBV des composites sont plus élevées que celles des granulats**. Cet effet est plus marqué avec les résidus de rafles de maïs (+1.58 à +1.87 $\text{g.m}^{-2}.\%HR^{-1}$) qu'avec le chanvre (+1.07 à +1.12 $\text{g.m}^{-2}.\%HR^{-1}$). Les valeurs MBV des composites réalisées avec les extraits de rafles de maïs, les extraits de lin et la liqueur noire sont nettement supérieures à celles obtenues avec les matrices minérales – chanvre.

Ces effets sont à associer à la structure poreuse induite par le liant. En effet, le PLA recouvre le chanvre et présente une surface lisse qui réduit l'accès à la porosité du chanvre et la surface spécifique disponible pour la fixation de l'humidité (Figure 42). A contrario, les liants à base d'extraits et de liqueur noire conduisent à un dépôt sous forme de grains (Figure 43), augmentant ainsi la surface disponible pour la fixation de l'humidité.

Au bilan, à l'exception des composites Chanvre-PLA, Chanvre-Mélasse et Chanvre-Lignine, les **composites agro-sourcés sont meilleurs régulateurs hygriques que les composites à matrice minérale-chanvre**.

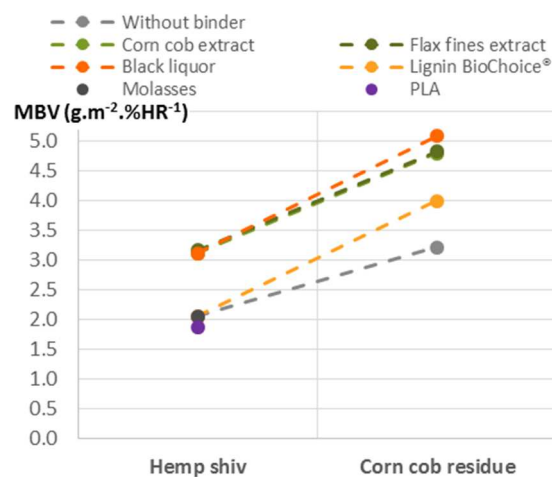


Figure 41 : Interaction entre le type de granulat et le type de liant sur la valeur MBV

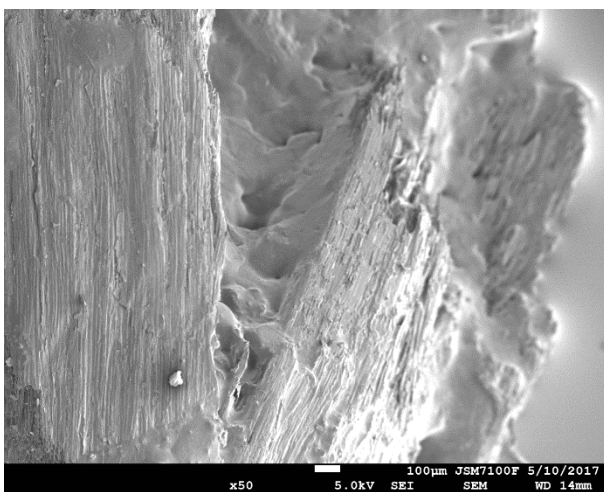


Figure 42 : Vue au MEB du composite M6 Chanvre-PLA

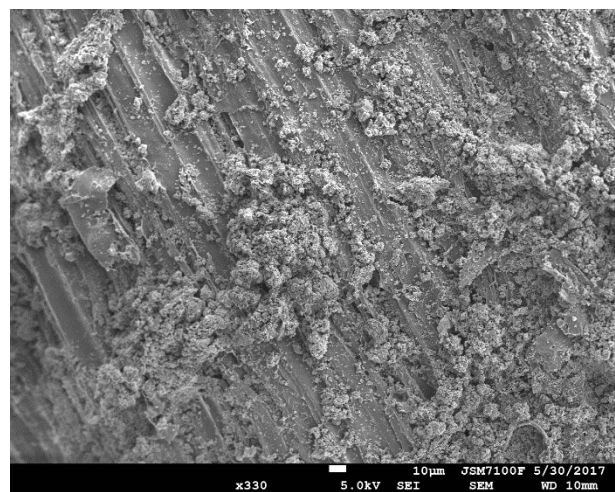


Figure 43 : Vue au MEB du composite M2 Chanvre-Extrait de fines de Lin

3.4 Bilan et perspectives

3.4.1 Bilan

Les matériaux étudiés sont des milieux poreux **fortement hygroscopiques**, ayant une **très bonne, voire excellente, valeur tampon hygrique**.

Les mesures des isothermes de sorption et des perméabilités à la vapeur des composites matrices minérales-chanvre montrent que le **stockage d'humidité** se produit de façon **complémentaire dans le chanvre et dans la matrice minérale** alors que le **transfert** est plus important pour les plus forts dosages en chanvre. Dans le cadre de composites réalisés par moulage et compactage et avec les liants étudiés, il est possible de **prévoir les isothermes de sorption** quel que soit le dosage en chanvre. En effet, une relation linéaire entre la teneur en eau et le rapport C/L est mise en évidence pour chaque hygrométrie testée.

De façon générale, les valeurs **MBV** obtenues pour les **composites agro-sourcés sont supérieures à celles des composites à matrice minérale – chanvre**, ces derniers étant classés très bons, voire excellents régulateurs hygriques. En usage, l'hygrométrie de l'air intérieur sera impactée par plusieurs phénomènes, en particulier les charges liées à l'occupation et à la ventilation ainsi que l'effet tampon apporté par les parois, mais également par l'ameublement et les objets stockés dans la pièce (comme des livres par exemple). Selon les scénarii d'occupation et d'usage, et la configuration géométrique du local, il est possible d'identifier une **valeur MBV cible, qui n'est pas nécessairement la plus forte**. D'autre part, la capacité de régulation de l'humidité de l'air environnant de ces matériaux est impactée par la mise en place d'un parement (enduit, plaque de plâtre...). Selon la finition choisie, l'impact ne sera pas le même. Le choix d'une finition perméable, ou elle-même également performante d'un point de vue tampon hygrique, permet de **limiter l'impact de cette finition sur la performance finale** de la paroi.

3.4.2 Perspectives

Les études réalisées dans le cadre de la **thèse de Lydie THIEBLESSON** sont présentées dans [B4][C26][C30][F16]. Divers composites, destinés à une utilisation en **paroi de cloisonnement ou en faux-plafond**, sont développés à base de matières premières recyclées ou de valorisation de déchets (notamment le papier et l'amidon de manioc). Les essais MBV ont été réalisés sur des échantillons de l'ordre de 7 cm d'épaisseur, a priori supérieure à la profondeur de pénétration. Ces résultats sont donc représentatifs du matériau et des caractéristiques en usage paroi de cloisonnement. Par contre, il est nécessaire désormais de **mesurer la valeur MBV sur une épaisseur représentative** des plaques de faux-plafond.

L'effet de l'humidité sur les caractéristiques hydriques a été souligné. Il est désormais nécessaire de s'intéresser à **l'effet de la température** sur ces mêmes caractéristiques. En effet, les isothermes de sorption des matériaux sont plus ou moins impactées par la température. Un cycle de température jour/nuit peut ainsi impacter l'effet tampon hygrique de la paroi (en modifiant l'hygrométrie d'équilibre associée à la teneur en eau du matériau).

La vitesse d'air impacte fortement les essais de caractérisations hygriques.

D'une part, lors des mesures de **perméabilité à la vapeur**, une **vitesse d'air trop faible** conduit à une résistance de la lame d'air en surface d'échange coupelle/ambiance non négligeable dans le cas de matériaux fortement perméables (ce qui est le cas des matériaux étudiés). Cette vitesse d'air trop faible conduit à une surestimation de la résistance du matériau étudié et donc à une **sous-estimation de sa perméabilité** à la vapeur. Ainsi, la norme d'essai a été récemment modifiée de façon à pouvoir identifier à la fois la résistance de la lame d'air et la perméabilité du matériau (AFNOR, 2016). Le comité technique Rilem TC 275 HDB (Hygrothermal and Durability of Bio-based building materials) dont je suis secrétaire a inclus dans ces objectifs **d'éprouver cette nouvelle méthode d'essai**. Une campagne expérimentale, menée sur des bétons de chanvre, sous la forme de **Round Robin Test** incluant 5 à 7 laboratoires, est ainsi prévue à cet effet. La nouvelle norme d'essai préconise ainsi des mesures avec deux épaisseurs d'échantillons, permettant d'accéder à deux paramètres (résistance de la lame d'air en surface et résistance/perméabilité à la vapeur du matériau). Nous avons prévu d'**ajouter une troisième épaisseur** permettant la validation des valeurs trouvées.

D'autre part, lors des **essais MBV**, une **vitesse d'air trop forte** conduit à favoriser les échanges en surface et donc à **surestimer les valeurs MBV** des matériaux. Suite à la publication de l'université de Bath (Latif et al., 2015) dans laquelle les valeurs MBV de béton de chanvre sont très fortes comparativement aux nôtres, je leur ai proposé un essai croisé dans lequel nous avons testé leurs échantillons et ils ont testé les nôtres pour voir si l'écart venait des matériaux étudiés ou du protocole de mesure. La valeur MBV obtenue sur leur béton de chanvre est de $2.19 \text{ g.m}^{-2}.\%HR^{-1}$, comparable aux valeurs obtenues ici, pour une valeur annoncée à $3.47 \text{ g.m}^{-2}.\%HR^{-1}$. Le protocole a donc un effet non négligeable sur la valeur mesurée, cet effet est très probablement lié à la vitesse d'air. Ainsi, j'ai pour objectif de **montrer cet effet, d'identifier la plage de vitesse d'air** permettant une mesure caractéristique du matériau et enfin, pour le cas où les dispositifs expérimentaux ne permettraient pas de réduire la vitesse d'air, d'identifier une **relation entre la vitesse d'air et le correctif à apporter**. La **turbulence dans la lame d'air** est également probablement un élément impactant l'efficacité de l'échange en surface. J'ai pour projet de m'y intéresser en collaboration avec Amina MESLEM qui travaille sur l'aérodynamique des ambiances au sein du LGCGM. Ces travaux constitueront une étude sur des axes transversaux au sein de notre laboratoire.

Les résultats de l'essai MBV sont également impactés par l'**état hydrique initial** du matériau. En effet, selon son histoire hydrique, la teneur en eau initiale du matériau, et la position du point dans l'hystérésis de l'isotherme de sorption, est différente. Cet effet a été observé lors de nos essais, nous conduisant à désormais systématiquement sécher puis stabiliser les échantillons afin de démarrer l'essai en partant de la branche d'adsorption. Il serait intéressant de quantifier cet effet et d'identifier sa relation avec la teneur en eau initiale et/ou la valeur MBV du matériau.

Enfin, la mesure des isothermes de sorption et de la perméabilité à la vapeur sont des essais très longs. Un autre objectif est de **définir de nouveaux essais en régime dynamique** qui permettraient par méthode inverse de remonter à ces caractéristiques. Dans le cadre du projet ISOBIO, l'équipe numérique a été renforcée par un post-doc, Nicolas REUGE, avec qui les collaborations sont initiées sur la base, pour l'instant, du traitement et de l'exploitation des essais présentés ici.

4 Propriétés thermiques à l'échelle du matériau

Les travaux menés sur les propriétés thermiques des matériaux s'appuient principalement sur la mesure de la conductivité thermique et sur sa modélisation par homogénéisation selon la méthode auto-cohérente. Ces travaux s'intéressent notamment à l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la formulation et de la mise en œuvre, de la masse volumique et de la teneur en eau du matériau. Ils sont présentés dans différents articles, communications et conférences invité [B2, C4, E2, F3, F6, F8, G2, I1, J2, J4, J6] et ont donné lieu à plusieurs contrats industriels [L2, L6].

4.1 Méthodes expérimentales et modélisation

4.1.1 Méthodes expérimentales

La caractérisation thermique est basée sur la mesure de la conductivité thermique après stabilisation des échantillons. Différents points peuvent être considérés, en particulier le point (23°C, sec) et le point (23°C, 50%HR). Des études sont également réalisées pour connaître plus précisément l'évolution de la conductivité thermique avec la teneur en eau. Ainsi, de manière à limiter la migration d'eau pendant l'essai, les mesures sont réalisées au moyen d'une méthode transitoire.

De façon générale, la méthode utilisée est celle du fil chaud. Cette méthode est basée sur l'analyse de l'évolution de la température en fonction du temps de chauffage.

$$\Delta T = \frac{q}{4\pi\lambda} (\ln(t) + C) \quad [\text{Eq. 3}]$$

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

Le dispositif commercial utilisé est un CT-mètre équipé d'une sonde fil de 5 cm. Les mesures sont effectuées en insérant la sonde entre deux échantillons. Le flux de chaleur et le temps de chauffage sont choisis de manière à atteindre une élévation de température suffisante ($>10^{\circ}\text{C}$) et un bon coefficient de corrélation (R^2) entre les mesures et le modèle [Eq. 3]. Les durées type d'essai sont de l'ordre de 90 à 120 secondes. Selon le fabricant, la précision de la mesure atteint alors 5%. Une visualisation infra-rouge en fin de test permet de vérifier que le volume sondé est représentatif du matériau (Figure 44). Dans les différentes études réalisées, afin de s'assurer d'une valeur représentative du matériau étudié, les mesures sont répétées en modifiant la position de la sonde et en utilisant plusieurs couples d'échantillons. Les valeurs sont ainsi la moyenne de 9 à 10 mesures ayant un coefficient de variation inférieur à 5%.



Figure 44 : Mesure de la conductivité : CT-mètre et armoire sèche, sonde fil L=5 cm, visualisation infra-rouge après essais

Les autres méthodes utilisées sont la sonde anneau et le hot disk. La sonde anneau s'avère inadaptée aux matériaux étudiés du fait de la taille de leur porosité (Collet, 2004). Le hot disk est utilisé plus ponctuellement. Il permet la mesure simultanée de la conductivité et de la diffusivité thermiques. Selon les propriétés attendues, la taille et le paramétrage de la sonde nécessitent d'être ajustés. Les temps d'essai type sont de 20 à 45 minutes.

4.1.2 Homogénéisation par méthode auto-cohérente

Les matériaux étudiés sont des milieux poreux hygroscopiques. Ainsi, leur conductivité thermique varie avec leur masse volumique apparente et leur teneur en eau. La méthode d'homogénéisation auto-cohérente permet de modéliser l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique et de la teneur en eau du matériau. Initialement développée pour la caractérisation mécanique de milieux hétérogènes, cette méthode a ensuite été adoptée pour leur caractérisation thermique (Arnaud, 2000; Arnaud et al., 2000; Boutin, 1996; Cerezo, 2005).

Le modèle à deux phases est utilisé par exemple (i) pour déterminer la conductivité thermique de la phase solide du chanvre à l'issue de mesures de conductivité thermique sur du chanvre en vrac sec, (ii) pour déterminer la conductivité thermique de la phase solide d'un liant à partir de mesures de conductivité au point sec sur des pâtes à différents taux de gâchage ou alors (iii) pour déterminer la conductivité thermique de la phase solide d'un composite (incluant charge et liant) à partir de la conductivité thermique au point sec.

Le modèle à trois phases peut être utilisé pour déterminer la conductivité thermique d'un composite au point sec à partir des données relatives à ses constituants ou l'évolution de la conductivité avec la teneur en eau en considérant une seule phase pour la matrice solide incluant la charge et la matrice liante. Dans le cas où la phase la plus conductrice constitue la coquille extérieure c alors que la phase la moins conductrice constitue la sphère centrale a (Figure 45), la conductivité thermique est donnée en fonction des fractions volumiques des différents composants par :

$$\frac{\lambda^*}{\lambda_c} = 1 + \frac{\varepsilon}{\left(\frac{1-\varepsilon}{3} + \frac{3 + \delta \left(\frac{\lambda_a}{\lambda_b} - 1 \right)}{3 \left(\frac{\lambda_a}{\lambda_c} - 1 \right) - \delta \left(\frac{\lambda_a}{\lambda_b} - 1 \right) \left(2 \frac{\lambda_b}{\lambda_c} + 1 \right)} \right)} \quad [\text{Eq. 4}]$$

Avec $\varepsilon = \left(\frac{R_b}{R_c} \right)^3$ et $\delta = 1 - \left(\frac{R_a}{R_b} \right)^3$

Figure 45 : Méthode auto-cohérente - sphère composite à trois phases

4.2 Effet de la formulation, de la mise en œuvre et de la masse volumique sur la conductivité thermique des matériaux étudiés

Pour les bétons de chanvre SI2C-Mur, SI2C-Dalle et TERRA-Mur, le mode de prélèvement des échantillons conduit à réaliser les mesures en plaçant la sonde dans un plan parallèle au sens de projection ou de compactage alors que pour les autres formulations la sonde est placée dans un plan perpendiculaire au sens de compactage. L'effet de l'anisotropie du matériau est discuté dans la section 4.4

4.2.1 Composites à matrice minérale

La **Figure 46** présente une synthèse des conductivités thermiques en fonction de la masse volumique mesurées au point sec sur les différents **composites à matrice minérale**. Ces points s'intègrent tous dans un même faisceau croissant.

Les **liants** et la **bauge** présentent les **conductivités thermiques les plus élevées** : de 316 à 393 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour des masses volumiques de 1089 à 1195 kg/m^3 pour les liants et 450 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 1498 kg/m^3 pour la bauge.

L'ajout de **chanvre** dans les matrices minérales permet d'en **réduire** la masse volumique et donc la **conductivité thermique**. Les enduits présentent des conductivités comprises entre 208 et 243 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour des masses volumiques de 684 à 800 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Les composites de type **béton de chanvre**, avec des matrices à base de chaux ou de fines, ont des conductivités thermiques comprises entre **89 et 145 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$** pour des masses volumiques comprises entre 346 et 555 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Ces valeurs sont dans la gamme de celles rencontrées dans la littérature pour des matériaux bio-sourcés. Elles sont de l'ordre de grandeur donné par l'équation définie par Cerezo pour des bétons de chanvre (Cerezo, 2005). Elles sont légèrement inférieures aux valeurs données par Nguyen (Nguyen, 2010) pour des bétons de chanvre compactés. Les conductivités thermiques obtenues sont également de l'ordre de grandeur de celles données par Magniont *et al.* (Magniont et al., 2012) pour des composites à base de chanvre ou de moelle de tournesol dont la matrice liante est réalisée avec 50 % de chaux hydraulique naturelle et 50 % de métakaolin (masses volumiques et conductivités thermiques respectives : 525 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ - 0.100 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, 575 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ - 0.115 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). La conductivité thermique obtenue par Al Rim *et al.* sur des composite argile-ciment-bois est de 0.08 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour une masse volumique de 370 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ (Al Rim et al., 1999). Enfin, Labat *et al.* donnent pour des composites argile-paille les couples de masse volumique et conductivité thermique suivants : (300 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ - 0.080 $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$), (450 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ - 0.104 $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$), (531 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ - 0.120 $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$) (Labat et al., 2016).

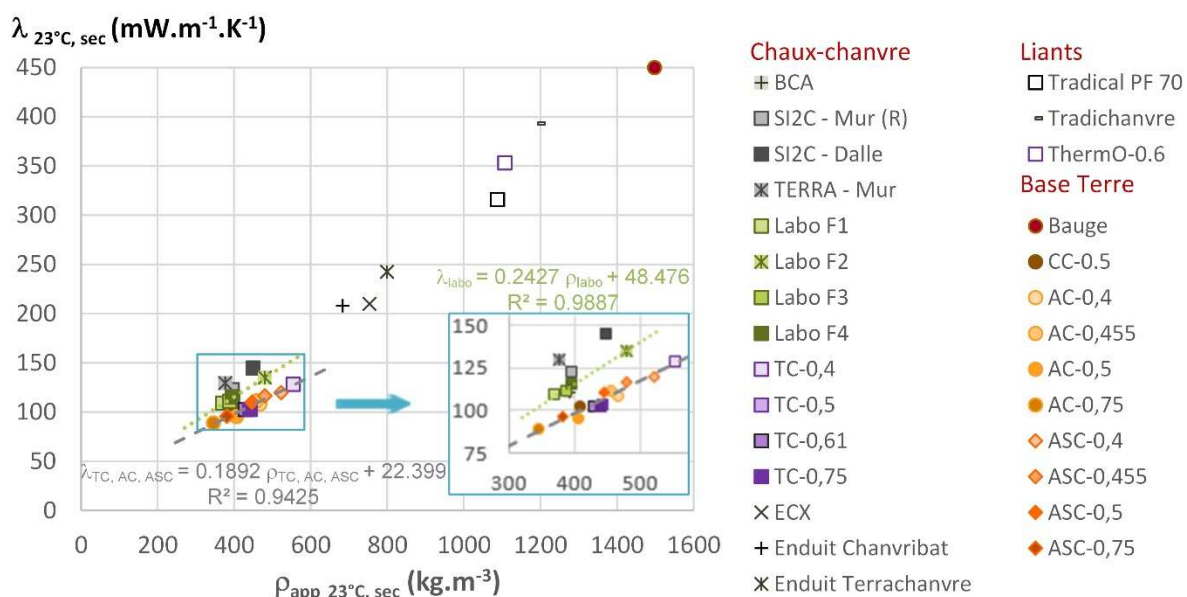


Figure 46 : Evolution de la conductivité thermique au point (23°C, sec) en fonction de la masse volumique pour les matrices minérales et les composites matrice minérale – chanvre

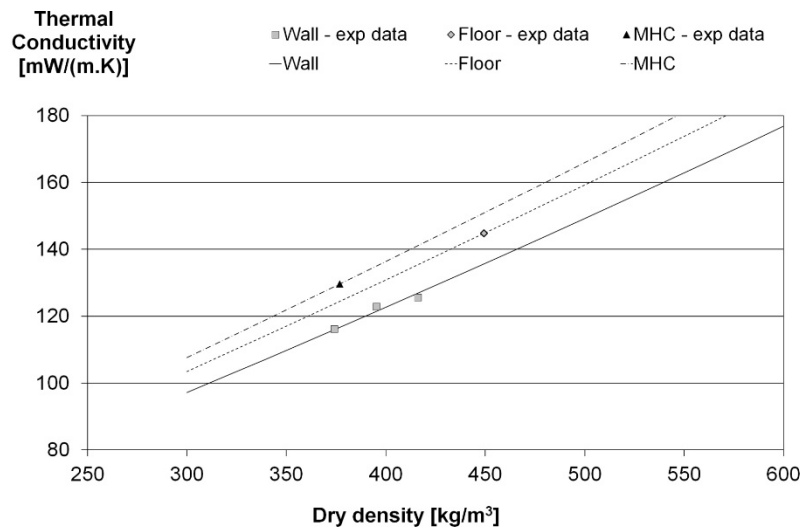


Figure 47 : Conductivité thermique de bétons de chanvre en fonction de la masse volumique apparente sèche – points expérimentaux et homogénéisation auto-cohérente (wall = SI2C-Mur, Floor = SI2C-Dalle, MHC = TERRA-Mur) [A9]

Pour une **même formulation**, le mode de **mise en œuvre** peut conduire à une **variation de masse volumique**. Ainsi, l'étude menée dans le cadre du projet ANR a montré une variation de la masse volumique en lien avec la projection. Pour le béton de chanvre projeté SI2C-Mur, lorsque la masse volumique augmente de 28 % (de 360 à 460 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$), la conductivité thermique augmente de 23 % (de 112 à 139 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) (Figure 47)[A9]¹¹. La méthode d'**homogénéisation auto-cohérente** permet de modéliser l'évolution de la **conductivité thermique au point sec en fonction de la masse volumique**. Dans un premier temps, la conductivité thermique de la phase solide est évaluée à partir de la conductivité au point sec et de la porosité d'un composite. La conductivité à différentes masses volumiques est ensuite calculée à partir de la conductivité de la phase solide et de la porosité (modèle à 2 phases).

L'augmentation du **dosage en chanvre** (rapport C/L) conduit à une diminution de la conductivité thermique. Ainsi, pour les bétons de chanvre projetés, la conductivité thermique diminue de 6.5% entre un rapport C/L=0.5 (SI2C-Mur) et un rapport C/L=0.4 (SI2C-Dalle) (Figure 47). Pour les formulations à base de ThermO® (TC), de fines (AC) et de fines stabilisées(ASC), lorsque le rapport C/L augmente de 0.4 à 0.75, la conductivité thermique diminue d'environ 18% pour les formulations AC et d'environ 20% pour les formulations ASC et TC. Cette diminution n'est pas linéaire en fonction du rapport C/L (Mazhoud, 2017b). Cette tendance est retrouvée dans la littérature pour différents composites bio-sourcés à base de chanvre ou de bois (Agoua et al., 2013; Al Rim et al., 1999; Bederina et al., 2007; Benfratello et al., 2013; Bouguerra et al., 1999; de Bruijn and Johansson, 2013; Ledhem et al., 2000; Taoukil et al., 2013). La diminution de la conductivité thermique lorsque le rapport C/L augmente est induite d'une part par une conductivité thermique plus faible de la phase solide (chanvre + matrice liante), et d'autre part par une diminution de la masse volumique apparente du composite lorsque le rapport C/L augmente.

Pour les bétons de chanvre moulés et compactés, **la conductivité thermique est principalement dictée par la masse volumique** (Figure 46). Ainsi, pour une même mise en œuvre, avec le même compactage, les formulations à base de ThermO®, de fines et de fines stabilisées réalisées avec différents rapports C/L montrent une loi d'évolution de la conductivité thermique avec la masse volumique commune (Figure 46). De la même façon, pour les formulations Labo, une loi d'évolution commune est identifiée **quel que soit le type de liant** (substitution de Microcem au tradical PF 70 à différents taux F1/F3/F4) **ou le type de chanvre** (Chanvribat® (défibré) : F1 / Terrachanvre® (fibré) : F2). A 23°C, 50%HR, la formulation EASY-Mur donne également des résultats comparables à ceux de la formulation SI2C-Mur (avec une teneur en eau comparable également). De tels résultats sont également présentés par (Walker and Pavía, 2014) qui obtiennent une évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique pour des composites à base de chanvre réalisés avec différents liants proche de la loi d'évolution donnée par Cerezo (Cerezo, 2005), quel que soit le liant.

¹¹ Article fourni en annexe 5

4.2.2 Composites avec liant organique

La Figure 48 donne l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique au point (23°C, sec) des composites agro-sourcés développés, du chanvre en vrac, des résidus de rafle de maïs ainsi que la droite d'évolution issue de l'étude sur les agro-ressources.

Les conductivités thermiques obtenues sont comprises entre 67 et 148 mW.m⁻¹.K⁻¹ pour des masses volumiques comprises entre 154 et 515 kg.m⁻³. Les **composites réalisés avec du chanvre** présentent les **conductivités thermiques les plus faibles** (67 à 79 mW.m⁻¹.K⁻¹) et ceux réalisés avec des résidus de rafle de maïs ont les conductivités les plus élevées (128 à 148 mW.m⁻¹.K⁻¹). La droite d'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique présente une pente plus importante pour les composites que pour les matières premières en vrac.

Pour les composites à base de chanvre, les masses volumiques et les conductivités thermiques des composites sont similaires quel que soit le mode de collage utilisé (à base de paille de blé ou d'autre liant agro-sourcé), à l'exception des composites au PLA pour lesquels les valeurs obtenues à la fois en masse volumique et en conductivité thermique sont plus importantes. L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique est beaucoup plus faible lorsque l'on considère uniquement les composites à base de chanvre (pente 43 % plus faible que celle de l'ensemble des composites). Les conductivités thermiques obtenues s'approchent de la valeur normative pour être considéré comme isolant thermique destiné au bâtiment (0.065 W.m⁻¹.K⁻¹)(AFNOR, 1983) (AFNOR, 1983).

Les Figure 49 et Figure 50 présentent les interactions granulat-liant pour la masse volumique et la conductivité thermique. Comme indiqué précédemment, **l'interaction chanvre-liant est similaire quel que soit le type de liant (à l'exception du PLA)** aussi bien pour la masse volumique que pour la conductivité thermique. Par contre, l'interaction **résidus de rafles de maïs – liant** est différente selon le type de liant. La **lignine BioChoice® a l'impact le plus faible** sur la masse volumique et la conductivité thermique alors que les extraits de fines de lin ont l'impact le plus élevé. La liqueur noire et les extrait de rafles de maïs conduisent à des valeurs similaires.

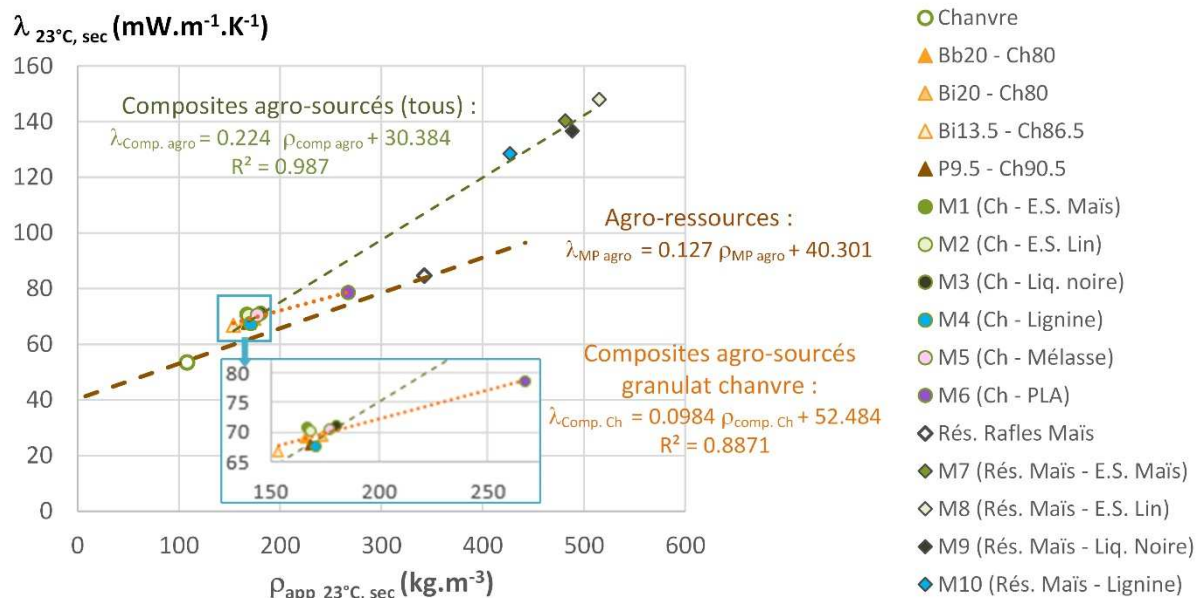


Figure 48 : Evolution de la conductivité thermique au point (23°C, sec) en fonction de la masse volumique pour les composites agro-sourcés (liant organique – chanvre ou liant organique – rafle de maïs)

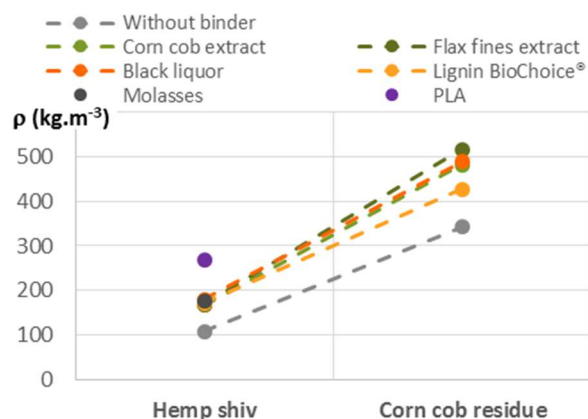


Figure 49 : Interaction entre le type de granulat et le type de liant sur la masse volumique des composites agro-sourcés

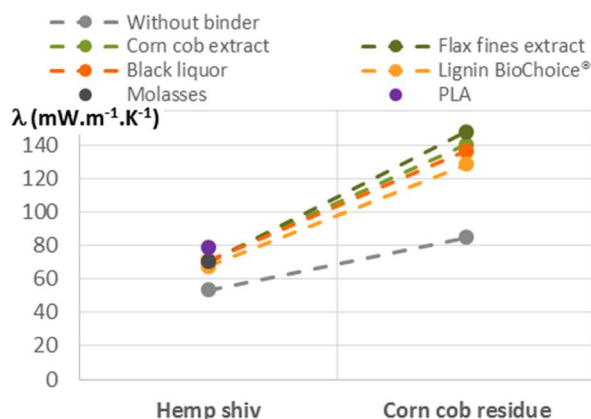


Figure 50 : Interaction entre le type de granulat et le type de liant sur la conductivité thermique des composites agro-sourcés [C32]¹²

4.3 Effet de l'humidité sur la conductivité thermique des composites

En raison du caractère hygroscopique des composites étudiés, l'humidité relative ambiante impacte leur conductivité thermique. La Figure 51 donne l'augmentation de la conductivité thermique par rapport à la valeur au point sec à 50 et 80 %HR ainsi que les teneurs en eau associées pour différents composites.

Entre le point sec et le point 50 %HR, pour les formulations de bétons de chanvre de type Mur ($C/L=0.5$), avec des matrices minérales à base de chaux ou de fines, la conductivité thermique augmente de 2.1 à 8.5 % lorsque la teneur en eau est voisine de celle de la branche d'adsorption. Pour la formulation SI2C-Mur, lorsque la teneur en eau est proche de la branche de désorption, la conductivité est 14.4 % plus forte que celle au point sec. Pour les formulations de type dalle ($C/L = 0.4$), la conductivité thermique à 50%HR est 7.2 à 13.4 % supérieure à celle au point sec. Les composites agro-sourcés, dont le collage est réalisé à base de paille de blé ou de polysaccharides, présentent une augmentation de la conductivité thermique similaire à celle des formulations de type Mur (de 6.9 à 9.5 %). Enfin, entre le point sec et le point 80%HR, l'augmentation est d'autant plus marquée. Elle est comprise entre 13 et 22 % de façon générale et peut atteindre 30 % pour la formulation Labo F1.

Ainsi, l'élément impactant la conductivité thermique est la teneur en eau du matériau qui dépend de l'hygrométrie mais également de l'histoire hygrique du matériau.

¹² Article fourni en annexe 7

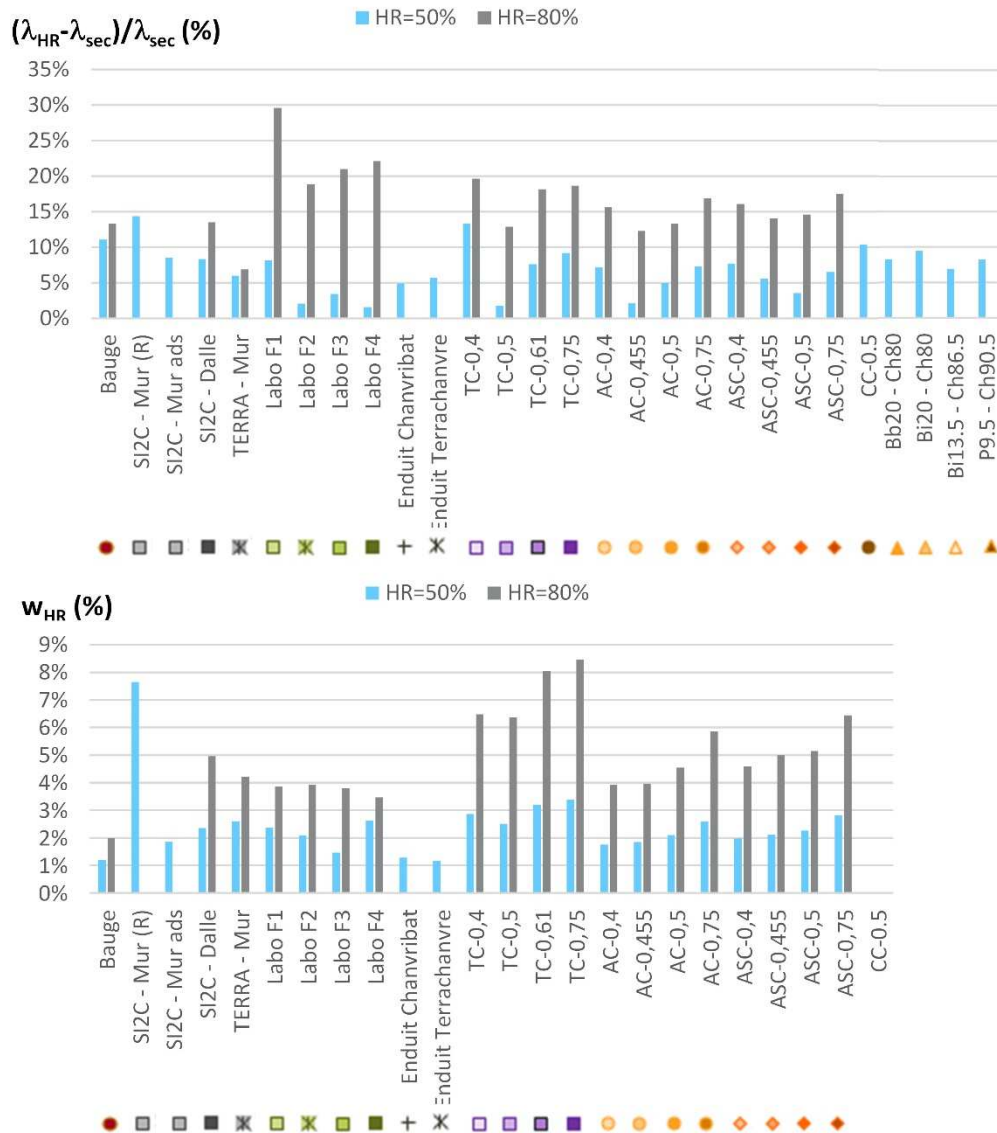


Figure 51 : Augmentation de la conductivité thermique par rapport au point sec en fonction de l'hygrométrie - teneur en eau associée

La Figure 52 donne l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau pour les composites fines stabilisées - chanvre ayant des rapports C/L compris entre 0.4 et 0.75. Ces résultats illustrent les résultats obtenus avec les composites matrice minérale - chanvre.

Tout d'abord, la corrélation entre les résultats expérimentaux et la **régression linéaire de la conductivité en fonction de la teneur en eau est très bonne**. Ensuite, la **pen­te d'évolution augmente lorsque le rapport C/L diminue**. Plus le rapport C/L est faible, plus la porosité est faible et plus l'effet de la teneur en eau est fort en lien avec un volume poral plus ou moins occupé par l'eau.

La modélisation de l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau et de la porosité est réalisée par homogénéisation auto-cohérente à 3 phases. Les Figure 53 et Figure 54 rendent compte de la qualité de la modélisation. Pour des teneurs en eau correspondant à des hygrométries inférieures ou égales à 80 %, l'écart entre la prédiction du modèle et la valeur expérimentale est inférieur à 6 %. Pour 90 % d'hygrométrie, il atteint 8.3% au maximum.

La Figure 55 donne l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau et de a) la masse volumique apparente au point sec, b) la porosité pour la formulation Si2C – Mur. Cette figure souligne le fait que **l'impact de la teneur en eau sur la conductivité thermique est d'autant plus fort que la masse volumique est forte (ie que la porosité est faible)**.

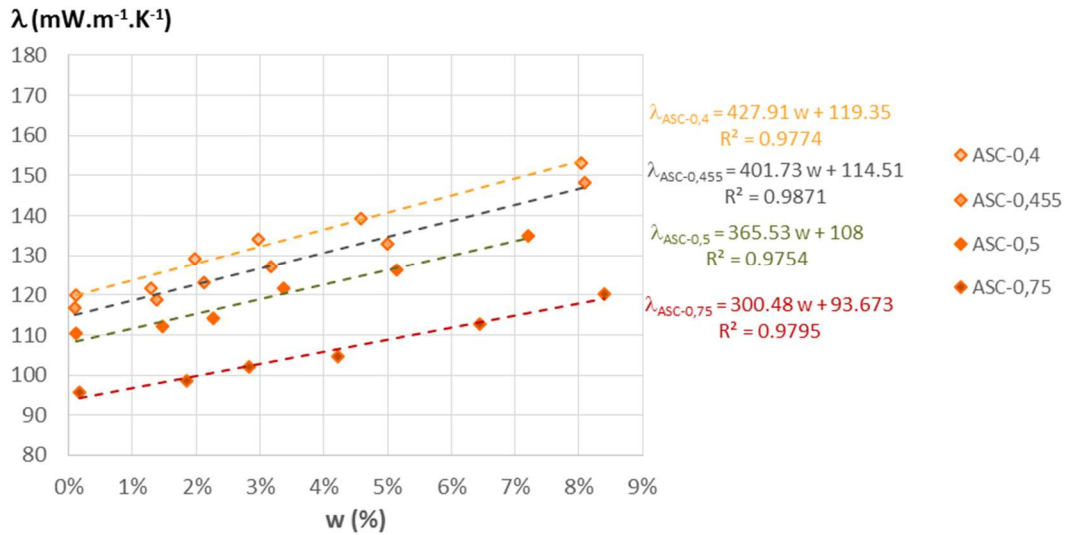


Figure 52 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau des composites fines stabilisées - chanvre pour les dosages en chanvre C/L = 0,4, 0,455, 0,5, 0,75.

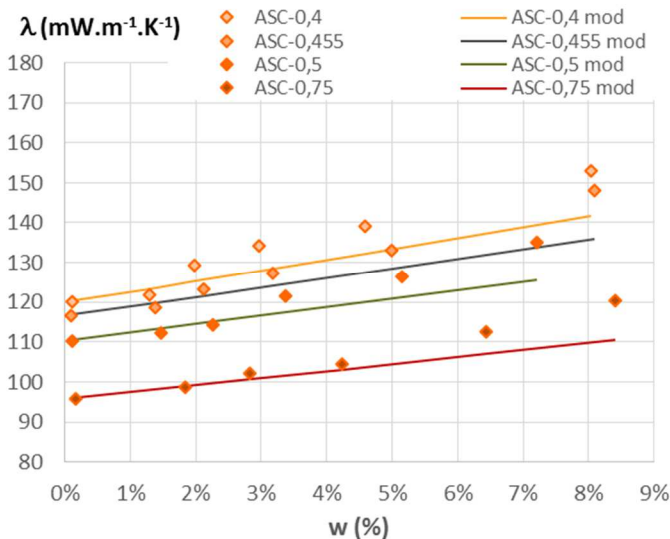


Figure 53 : Modélisation par homogénéisation auto-cohérente à 3 phases de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau

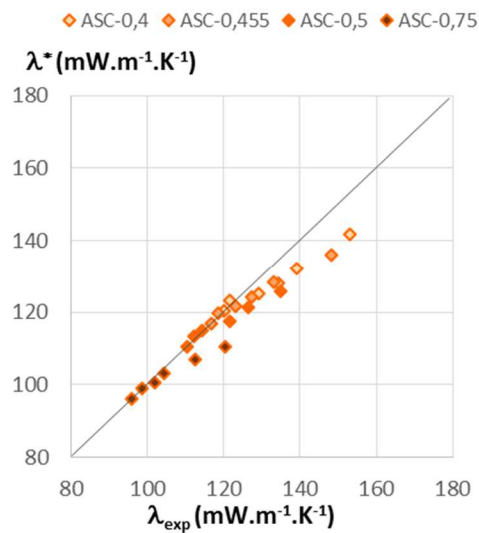


Figure 54 : Comparaison des conductivités thermiques expérimentales λ_{exp} et des conductivités thermiques modélisées λ^*

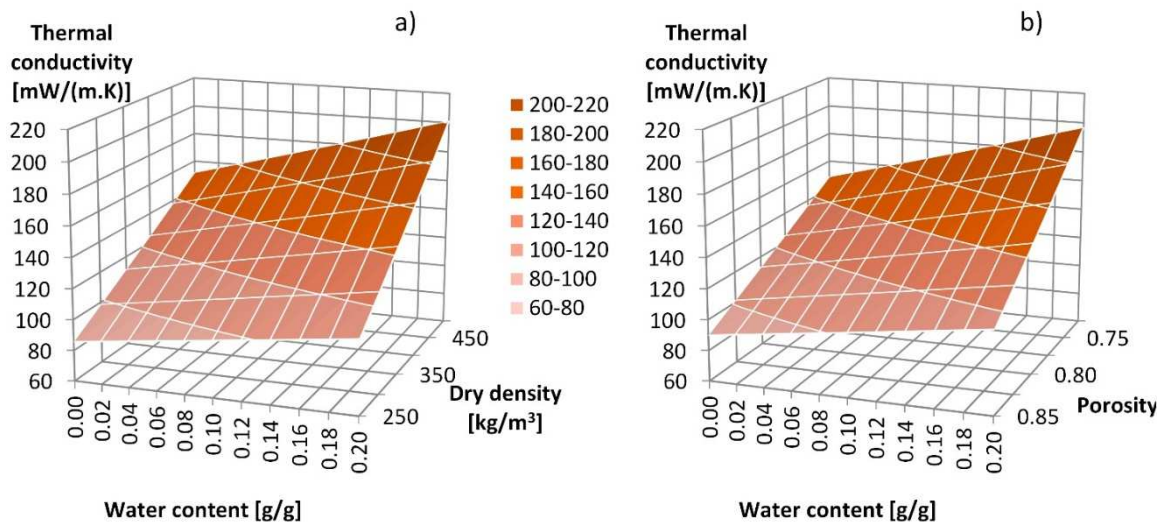


Figure 55 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau et de a) la masse volumique apparente [A9], b) la porosité.

4.4 Effet de l'anisotropie sur la conductivité thermique des composites

L'effet de l'anisotropie est mesuré sur la conductivité thermique de bétons de chanvre Labo F1, F2, F3 et F4 ainsi que sur des composites de type fines stabilisées – chanvre (C/L = 0.5). La sonde est ainsi placée d'une part dans un plan perpendiculaire (λ_{\perp}) et d'autre part dans un plan parallèle ($\lambda_{//}$) au sens de compactage. Pour les formulations Labo, l'effet est également étudié en fonction de la teneur en eau.

Ainsi, pour les composites fines stabilisées – chanvre (C/L = 0.5), le rapport $\lambda_{//} / \lambda_{\perp}$ est de 1.10 à 23°C, 50%HR. Pour les formulations labo, dans les mêmes conditions, ce rapport est compris entre 1 et 1.06. La Figure 56 donne l'évolution de $\lambda_{//} / \lambda_{\perp}$ en fonction de la teneur en eau. Celui-ci est compris entre 1.18 et 0.95. Pour l'ensemble des formulations, l'effet de l'anisotropie diminue lorsque la teneur en eau augmente. Pour la formulation F2 (avec le chanvre fibré), le plan de mesure conduisant à la plus grande conductivité thermique change aux plus hautes teneurs en eau.

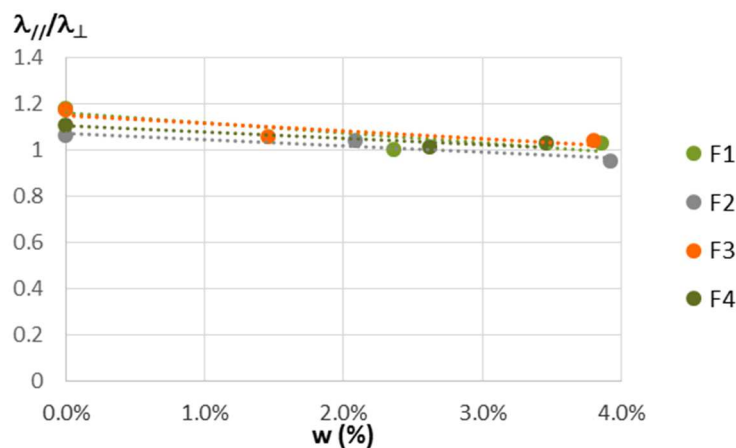


Figure 56 : Effet de l'anisotropie sur la conductivité thermique des formulations Labo en fonction de la teneur en eau.

L'effet d'anisotropie a été observé par plusieurs auteurs. Cet effet est plus ou moins marqué avec des ratios compris entre 1.01 et 1.10 dans (Niyigena, 2016), entre 1.13 et 1.33 dans (Dinh et al., 2015; Nozahic, 2012) et entre 1.20 et 1.80 dans (Nguyen, 2010).

4.5 Bilan et perspectives

4.5.1 Bilan

La Figure 57 présente une synthèse des conductivités thermiques au point sec.

Les **bétons de chanvre** développés, avec des matrices à base de chaux ou de fines, présentent une conductivité thermique adaptée à une utilisation en **isolation répartie** d'enveloppe du bâtiment (89 à 145 mW.m⁻¹.K⁻¹). Leur conductivité thermique au point sec dépend principalement de leur **masse volumique** elle-même induite par leur **formulation** et leur mode de **mise en œuvre** qui impactent notamment la porosité. Ces matériaux étant hygroscopiques, leur conductivité thermique est également impactée par leur teneur en eau liée à l'hygrométrie ambiante et à l'histoire hygrique du matériau. La conductivité thermique augmente de 13 à 22 % entre le point sec et le point 80% HR. Cette augmentation peut atteindre jusqu'à 30 % dans le cas de la formulation Labo F1. L'effet de la **teneur en eau** sur la conductivité thermique est d'autant plus marqué que la masse volumique est forte (ie que la porosité est faible). Par contre, l'isotherme de sorption est plus basse pour un rapport C/L plus faible. **La conductivité thermique sera finalement d'autant plus impactée par l'hygrométrie ambiante que le rapport C/L sera fort.** Enfin, un **effet d'anisotropie**, plus ou moins marqué, apparaît. L'identification du sens le plus conducteur pourrait conduire à des **recommandations** lors de la réalisation de blocs préfabriqués.

Les **enduits chaux-chanvre**, de masses volumiques plus élevées, ont des conductivités thermiques plus élevées.

Les **composites agro-sourcés** réalisés avec du chanvre permettent d'obtenir des masses volumiques plus faibles et donc des **conductivités thermiques plus faibles** (de 67 à 79 mW.m⁻¹.K⁻¹) que celles des

composites à matrice minérale. Le type de liant a un impact limité sur la masse volumique et donc la conductivité thermique du composite, à l'exception du PLA qui conduit à des valeurs plus fortes. Les composites agro-sourcés réalisés avec des **rafles de maïs** présentent des conductivités thermiques entre 128 et 148 $\text{mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Le type de liant a un impact plus marqué que pour le chanvre, la lignine permet d'obtenir les valeurs les plus faibles. L'utilisation envisagée pour ces composites étant un **usage en parement intérieur**, ces **conductivités sont satisfaisantes** comparativement à celles rencontrées pour d'autres parement (type BA 13 par exemple, pour lequel la conductivité est de $250 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$).

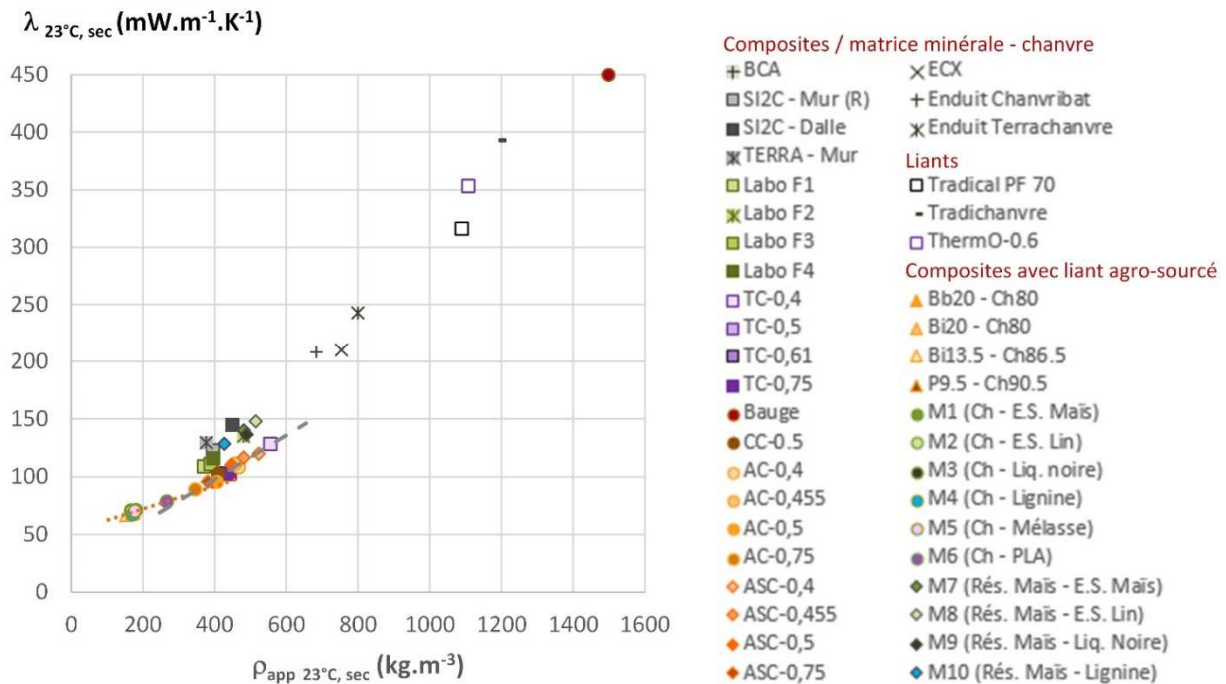


Figure 57 : Synthèse des conductivités thermiques au point sec.

L'homogénéisation par **méthode auto-cohérente s'avère performante** pour modéliser l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la masse volumique et de la teneur en eau. Cette modélisation n'intègre que les phénomènes de conduction pure, il conviendra d'ajouter les quantités de chaleur associées aux phénomènes d'adsorption-désorption et de condensation-évaporation dans l'établissement des modèles de comportement hygrothermique pour établir le bilan énergétique de la paroi.

4.5.2 Perspectives

Les relations établies entre les formulation et mise en œuvre, la masse volumique et la conductivité thermique permettent d'**identifier une formulation et une mise en œuvre associées pour atteindre une conductivité thermique cible**.

Dans le cas des composites agro-sourcés, il est envisageable de chercher à **atteindre une conductivité thermique permettant d'être classé isolant du bâtiment** : $65 \text{ mW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (AFNOR, 1983). Ainsi, afin de réduire la masse volumique, en vue de réduire la conductivité thermique, de **nouvelles investigations** sont à mener **en réduisant le compactage** lors de la production des composites.

Enfin, d'un point de vue **protocole expérimental**, les mesures en régime transitoire (type sonde fil) sont les plus pertinentes pour évaluer l'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau. Les méthodes de type plaque chaude gardée (en régime permanent) étant les seules validées pour les essais normatifs, il s'avère nécessaire de vérifier **l'écart entre ces différentes méthodes de mesure**, si cet écart est constant quelle que soit l'**anisotropie** du matériau et si une **loi de transcription** d'une méthode à l'autre est identifiable. Ces travaux vont être entrepris dans le cadre du Technical Committee TC 275 HDB de la Rilem. De plus, de nouveaux protocoles sont à développer pour identifier les **caractéristiques thermiques du régime transitoire** (mesure de diffusivité ou de chaleur massique). En effet, les mesures classiques par calorimétrie conduisent à des résultats incohérents [L6], en association à des réactions exothermiques lors de la mesure.

5 Comportement hygrothermique à l'échelle de la paroi

5.1 Introduction

L'étude du comportement hygrothermique à l'échelle de la paroi a été développée dans le cadre du projet PRIR Ecomatx (Partie 1 – section 4.4.1.) J'ai mis en place ce nouveau dispositif d'essai au sein du LGCGM, élaboré conjointement avec le LIMATb qui s'est équipé d'une enceinte jumelle. Une fois ce dispositif mis en place, j'ai co-encadré Anthony BEBIN, technicien recruté dans le cadre de ce projet, afin de définir, étalonner puis mettre en place l'instrumentation de la paroi. Les travaux menés ont donné lieu à un article dans une revue internationale et différentes communications [A11¹³, C12, C16, F10]. Ils ont également été mis à profit dans le cadre du groupe de travail « hygrothermique » de Construction & Bioressources [J5, J6].

L'étude à l'échelle de la paroi constitue une étape entre la caractérisation à l'échelle du matériau et le comportement hygrothermique à l'échelle de l'enveloppe du bâtiment. En effet, à cette échelle les phénomènes de transfert hygrothermique sont bien sûr présents dans les matériaux mais également au niveau des interfaces entre matériaux ou entre surface de matériau et ambiance. De plus, cette échelle permet de s'intéresser aux interactions entre matériaux dans le cas de parois hétérogènes. Ainsi, l'échelle de la paroi est particulièrement intéressante dans le cas de murs en béton de chanvre. En effet, ce matériau hygroscopique est le lieu de transferts simultanés de chaleur et d'humidité. De plus, ce type de mur est composé d'une ossature bois et est, en général, recouvert d'enduits. L'objectif est donc d'appréhender les phénomènes hygrothermiques au sein de la partie courante de la paroi ainsi que d'identifier l'effet de l'ossature et celui des enduits sur ces phénomènes.

Le dispositif conçu permet une étude sur une paroi-test à l'échelle 1 (l : 2.30 m; h : 2.10 m; e : 0.30 m). Il s'agit d'une paroi en blocs préfabriqués de béton de chanvre avec une ossature bois, représentative de la mise en œuvre in-situ (Figure 58). Celle-ci est montée au sein d'une enceinte bi-climatique permettant de réguler la température et l'hygrométrie de part et d'autre de la paroi. Le choix des consignes se fait de façon à pouvoir étudier les phénomènes de transfert de chaleur et d'humidité séparément ou simultanément. Les ambiances et la paroi sont instrumentées en température (thermocouples K) et en hygrométrie (sensirion SHT 75). Du fait de l'hétérogénéité de la paroi, plusieurs zones font l'objet de mesures : en partie courante des blocs, autour des joints entre blocs, au droit de l'ossature (Figure 59). Afin d'identifier la contribution des différents éléments de la paroi, des mesures sont réalisées sur paroi non enduite puis sur paroi enduite.



Figure 58: Montage de la paroi-test par notre partenaire industriel - EASY CHANVRE

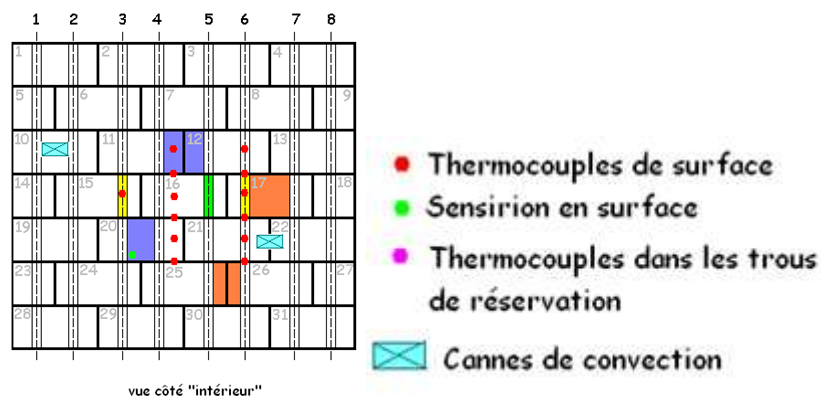


Figure 59: Métrologie mise en place au sein de la paroi test

¹³ Article fourni en annexe 8

5.2 Comportement hygrothermique en partie courante de la paroi non enduite

Les études réalisées montrent toutes des temps de réponse assez courts aussi bien en température qu'en humidité. Par exemple, pour un cas isotherme avec un créneau de 200 Pascals sur la pression de vapeur, le régime stationnaire est atteint après 7 jours sur toute l'épaisseur de la paroi.

Pour des conditions isothermes avec créneau sur le gradient de pression de vapeur, une **diffusion de vapeur homogène** dans toute l'épaisseur de la paroi est mise en évidence. En effet, le profil de pression de vapeur tend vers un profil linéaire avec des cinétiques qui présentent une évolution progressive sur toute l'épaisseur de la paroi (Figure 60).

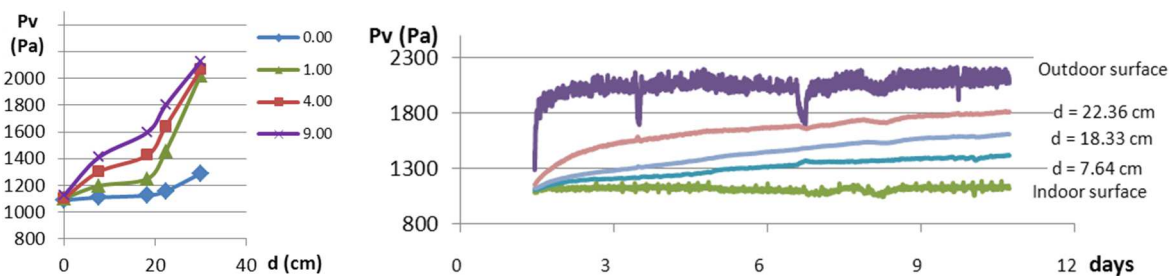


Figure 60: Etude en conditions isothermes avec créneau sur le gradient de pression de vapeur en partie courante - ambiance intérieure (23°C; 40%HR) et ambiance extérieure de (23°C ; 40%HR) à (23°C; 80%HR]

Gauche : profils de pression de vapeur à différents instants en jours,

Droite : cinétique de pression de vapeur à différentes profondeurs par rapport à la surface intérieure du mur.

La Figure 61 donne les profils et les cinétiques de température et de pression de vapeur en partie courante du mur pour des ambiances intérieure et extérieure où, d'un état initial avec gradients de température et de pression de vapeur, on atteint un état final à gradient de température mais pression de vapeur égale et constante. Ce scénario permet de mettre en évidence des **phénomènes d'évaporation-condensation ou de désorption-adsorption** au sein du béton de chanvre. En effet, la pression de vapeur évolue très rapidement après le changement de consigne et un pic de pression de vapeur, supérieure à celle des ambiances, est observé au sein du béton de chanvre. Ces phénomènes mettent en jeu des quantités de chaleur à inclure également dans le bilan énergétique de la paroi.

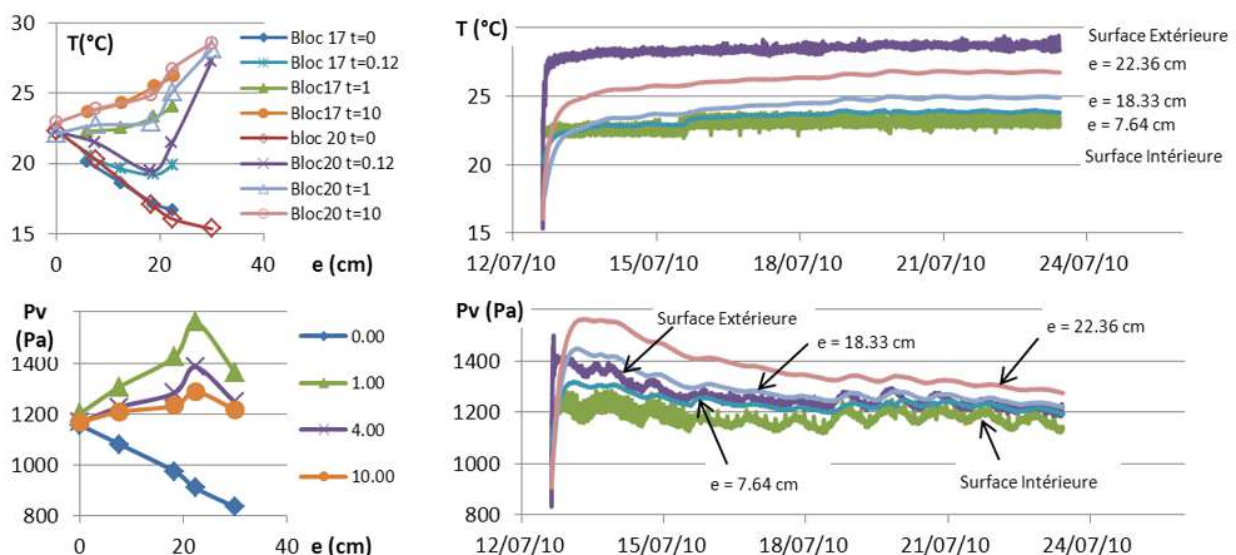


Figure 61: Etude en partie courante : état initial avec gradients de température et de pression de vapeur, état final avec gradient de température mais pression de vapeur constante - ambiance intérieure (23°C; 40%HR) et ambiance extérieure de (15°C; 45%HR) à (28°C; 32%HR]

Gauche : profils de température et de pression de vapeur à différents instants en jours,

Droite : cinétique de température et de pression de vapeur à différentes profondeurs par rapport à la surface intérieure du mur.

Enfin, les études réalisées dans le cas de gradients simultanés de pression de vapeur et de température montrent également la présence de phénomènes d'adsorption-désorption ou évaporation-condensation. En effet, lors du changement de consigne de l'essai présenté Figure 62, on observe une chute de la pression de vapeur avant une remontée puis une atteinte d'équilibre. Ce phénomène se produit avec un déphasage sur toute l'épaisseur du mur avec des constantes de temps plus grandes pour la chute et la remontée en pression de vapeur pour le côté le plus éloigné de la sollicitation.

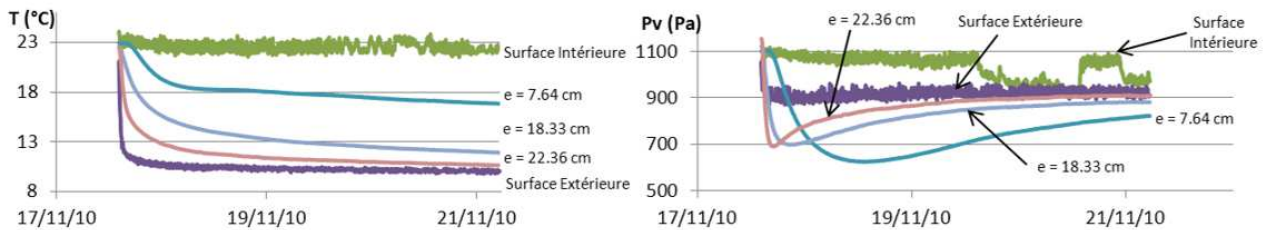


Figure 62: Cinétique de température et de pression de vapeur en partie courante - ambiance intérieure (23°C; 40%HR) et ambiance extérieure de (23°C; 40%HR) à (9.5°C; 77%HR).

Les travaux menés à l'ENTPE montrent également que le comportement hygrothermique du béton de chanvre met en jeu des quantités de chaleur alors associées à des changements de phase (Samri, 2008)[H1, H2].

5.3 Comportement hygrothermique au droit de l'ossature bois pour la paroi non enduite

Les mesures réalisées au droit de l'ossature bois montrent que celle-ci **ne perturbe pas le comportement hygrothermique** de la paroi. En effet, qu'il s'agisse des cinétiques ou des profils, les résultats obtenus en température et en pression de vapeur au droit de l'ossature sont similaires à ceux obtenus en partie courante. Le bois présente une conductivité thermique similaire à celle du béton de chanvre et ne constitue donc pas un pont thermique au sein de la paroi. Ceci est également confirmé par des visualisations Infra-Rouge. D'un point de vue hydrique, les pressions de vapeur à l'instant initial de l'essai présenté Figure 63 sont différentes au contact du poteau et en partie courante, témoignant d'un état d'équilibre différent pouvant être associé à des capacités de sorption différentes. Il semble que, d'un point de vue hydrique, l'évolution dans l'épaisseur de la paroi soit principalement gouvernée par celle au sein du béton de chanvre qui enveloppe l'ossature bois.

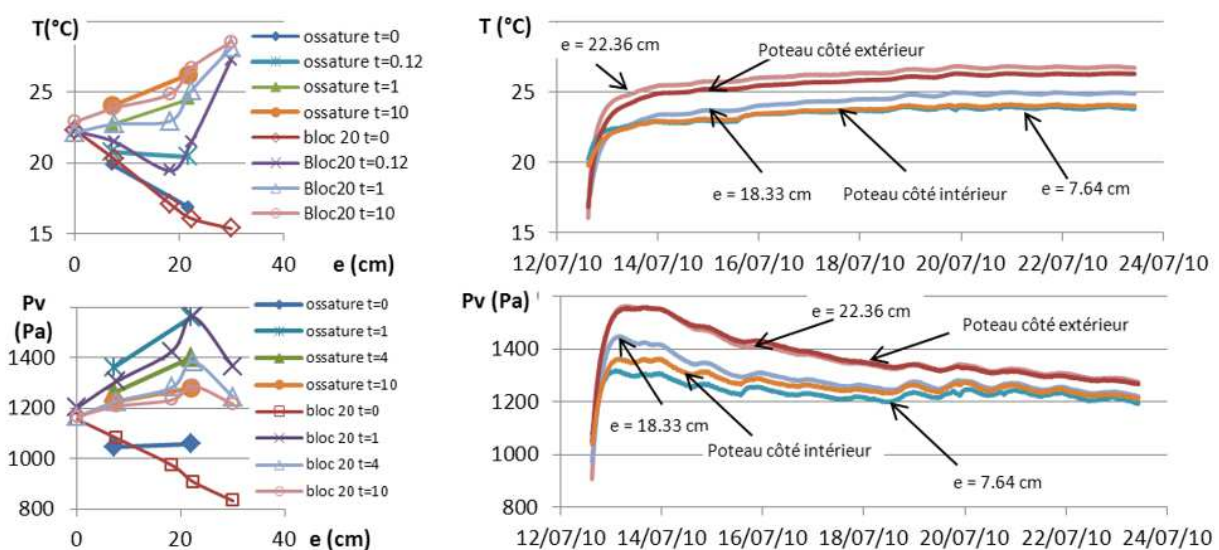


Figure 63: Etude au droit de l'ossature : état initial avec gradients de température et de pression de vapeur, état final avec gradient de température mais pression de vapeur constante - ambiance intérieure (23°C; 40%HR) et ambiance extérieure de (15°C; 45%HR) à (28°C; 32%HR)

Gauche : profils de température et de pression de vapeur à différents instants en jours,

Droite : cinétique de température et de pression de vapeur à différentes profondeurs et au contact de l'ossature.

5.4 Comportement hygrothermique en partie courante de la paroi enduite

La présence d'enduits sur la paroi agit sur le comportement hygrothermique de celle-ci. L'effet est d'autant plus marqué côté hydrique. Pour des conditions isothermes, avec créneau sur le gradient de pression de vapeur, l'**enduit réduit le flux de vapeur** à travers la paroi. La pression de vapeur est plus faible sur toute l'épaisseur de la paroi (Figure 64) que pour une paroi non enduite (Figure 60) et la **diffusion de vapeur est retardée** (Figure 65).

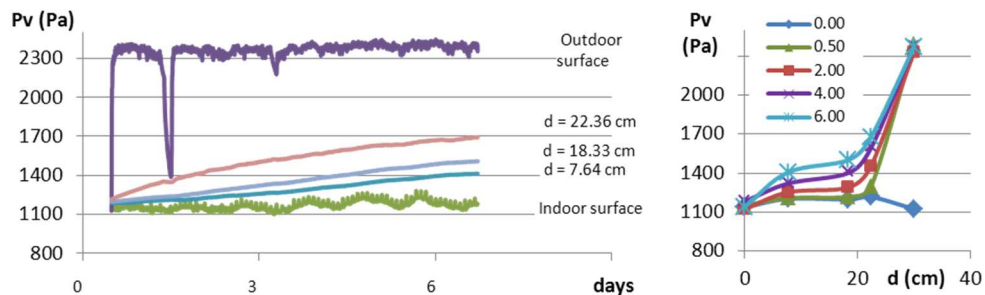


Figure 64: Etude en conditions isothermes avec créneau sur le gradient de pression de vapeur en partie courante - ambiance intérieure (23°C; 40%HR) et ambiance extérieure de (23°C ; 40%HR) à (23°C ; 80%HR)

Gauche : cinétique de pression de vapeur à différentes profondeurs,
Droite : profils de pression de vapeur à différents instants en jours,

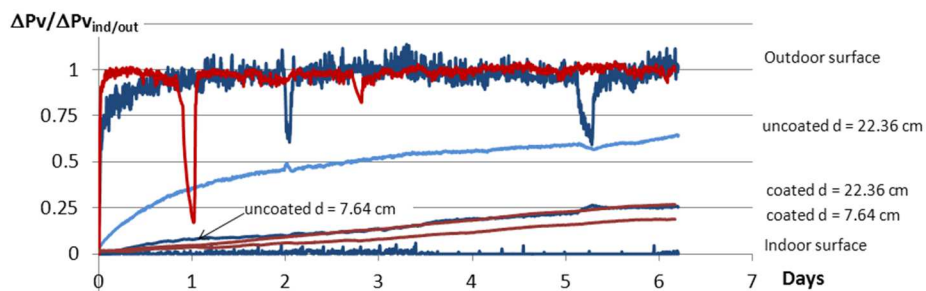


Figure 65: Comparaison des cinétiques obtenues sur mur enduit et sur mur non-enduit pour des conditions similaires (valeurs de pressions de vapeur normalisées par $\frac{\Delta P_v}{\Delta P_{v, ind/out}} = \frac{P_v - P_{v, indoor}}{P_{v, outdoor, av.} - P_{v, indoor, av.}}$)

5.5 Conclusion et perspectives

5.5.1 Paroi test en laboratoire

Les études menées à l'échelle de la paroi, en laboratoire, ont permis **de mettre en évidence les phénomènes hydriques et thermiques au sein d'une paroi** hétérogène en béton de chanvre avec ossature bois. Cet outil est particulièrement intéressant pour comprendre et appréhender les phénomènes au sein d'une paroi.

Dans le cadre du projet ISOBIO, deux bâtiments démonstrateurs sont construits avec la même composition de paroi extérieure : l'un à Séville (Espagne) et l'autre près de Bath (UK). Ces bâtiments feront l'objet d'un suivi in-situ des performances des parois. La paroi retenue pour la réalisation de ces bâtiments sera reproduite dans notre enceinte bi-climatique afin de pouvoir **étudier son comportement hygrothermique sous conditions maîtrisées**.

Afin de réaliser **une étude comparative avec d'autres solutions techniques**, la zone d'essai disponible au sein de l'enceinte bi-climatique est subdivisée en quatre parties (d'environ 1.20m × 1.00 m chacune). Ainsi, outre la **solution** retenue pour la réalisation des bâtiments démonstrateurs dans le cadre du projet **ISOBIO**, **trois autres solutions** qui nous semblent pertinentes vont pouvoir être étudiées. Les configurations mises en place sont les suivantes :

① configuration de la solution ISOBIO

Cette configuration correspond à la solution mise en œuvre dans les bâtiments démonstrateurs dans le cadre du projet ISOBIO. Elle inclut les matériaux développés par les partenaires industriels du projet et est constituée des éléments suivants :

Enduit intérieur Claytec (15 mm), Panneau de paille compressée Stramit (38 mm), laine isolante BiofibTrio® (145 mm), OSB, laine isolante BiofibTrio® (145 mm), Panneaux rigide CAVAC¹⁴ (50 mm), Enduit extérieur BCB (20+5 mm).

② configuration fines stabilisées – chanvre

Cette solution a pour objectif de tester à l'échelle de la paroi le composite fines stabilisées - chanvre (C/L=0.5) développé dans le cadre de la thèse de Brahim MAZHOUD. Dans cette solution, le composite fines stabilisées-chanvre joue un rôle d'isolation répartie. De plus, ce composite présente une valeur MBV le classant comme excellent régulateur hygrique. L'enduit apporté ne devrait pas impacter notablement cette qualité. Ceci sera vérifié en réalisant un essai MBV sur composite enduit de la même façon que le mur.

Cette solution est composée d'un mur en composite fines stabilisées – chanvre (C/L = 0.5) e=28 cm, d'un enduit intérieur Claytec pelliculaire et d'un enduit extérieur BCB (20+5 mm).



Figure 66 : Mise en œuvre et instrumentation de la paroi en fines stabilisées - chanvre

③ configuration colza auto-collé

Dans le cadre du projet ISOBIO et de la thèse de Marie VIEL, de nombreux composites agro-sourcés ont été développés en laboratoire. Parmi ceux-ci, des composites réalisés avec du colza recollé avec lui-même semblent particulièrement pertinents. En effet, les matières premières se limitent au colza et à de la soude (2.5 %) pour traiter l'échantillon. Le processus nécessaire à la mise en œuvre du composite consiste à réaliser le traitement puis à essorer, compacter et étuver l'échantillon. Les masses volumiques des composites sont de l'ordre de 220 kg.m^{-3} , leur conductivité thermique est de $0.08 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et leur valeur MBV est de $3.6 \text{ g.m}^{-2}.\% \text{HR}^{-1}$. Cette solution n'est pas suffisamment aboutie pour pouvoir être transposée à l'échelle industrielle puis utilisée dans les bâtiments démonstrateurs mais elle a retenu notre attention du fait du faible nombre d'entrants dans sa mise en œuvre.

Cette solution est composée de l'intérieur vers l'extérieur d'un enduit terre Claytec (5mm), d'un panneau de Colza auto-collé (70 mm), d'un isolant BiofibTrio® (145 mm), d'un panneau de Colza auto-collé (70 mm), et d'un enduit extérieur BCB (20 + 5 mm).

¹⁴ Ce panneau est développé dans le projet ISOBIO par la CAVAC (thèse de Valentin COLSON) en lien avec les travaux réalisés sur le développement des composites agro-sourcés.

④ configuration composites bi-couche

Résidus de rafles de maïs / extraits de rafles de maïs – Chanvre / PVA

L'objectif ici est de tester une configuration multi-couches comprenant un composite bi-couche (mis en place côté intérieur et côté extérieur de la paroi) et un isolant pour renforcer l'isolation de la paroi.

Le composite bi-couche comprend : (i) un parement en résidus de rafle de maïs liés à l'extrait de rafles de maïs ($e = 2$ cm), ce parement a pour objectif d'apporter une capacité tampon hygrique ainsi qu'une résistance mécanique au bi-couche, (ii) un corps en chanvre collé au PVA qui a pour rôle d'apporter le caractère isolant dans ce composite bi-couche ($e = 6$ cm). Bien sûr, le rôle tampon hygrique ne sera intéressant que pour le bi-couche placé du côté intérieur du mur.

La paroi est ainsi constituée de deux composites bi-couches entre lesquels un isolant BiofibTrio® ($e = 145$ mm) est placé, d'un enduit pelliculaire Claytec et d'un enduit extérieur BCB (20 + 5 mm).

Afin d'appréhender et de comparer le comportement hygrothermique de ces parois, leur instrumentation comprend des capteurs de température et d'hygrométrie Sensirion SHT 35 placés :

- en ambiance intérieure et extérieure,
- en surface intérieure et extérieure de chaque paroi,
- à l'interface des différentes couches pour les configurations multicouches
- dans l'épaisseur de la couche lorsque celle-ci est supérieure à 60 mm.

5.5.2 Etude in-situ

Dans le cadre d'un contrat avec Lafarge, nous réalisons le **suivi expérimental d'une grange normande réalisée en colombage et rénovée avec un remplissage en béton de chanvre**. Nous arrivons en phase de finalisation de l'instrumentation qui s'est déroulée au fur et à mesure de l'avancement du chantier (première pose de capteurs en octobre 2016). Plusieurs parois sont instrumentées en température et en humidité, avec des sondes sensirion SHT 35, en particulier :

- les parois en colombage remplies en béton de chanvre, en partie courante et au droit de l'ossature, côté nord et côté sud
- les soubassements côté sud (l'un rénové antérieurement : parement silex, parpaing, enduit intérieur ciment et l'autre rénové ici : parement silex, brique, enduit intérieur chaux),
- le plancher haut donnant sur combles rempli en béton de chanvre.

Des sondes d'ambiances intérieures et extérieures complètent également cette instrumentation. Le chauffage du bâtiment étant assuré par un poêle et/ou des radiateurs électriques, une sonde de température est placée au-dessus du poêle pour en identifier les périodes d'utilisation. Nous avons demandé un compteur électrique associé à l'usage des radiateurs.

Le suivi expérimental est programmé pour une durée de deux ans afin d'inclure l'effet des saisons sur le comportement de l'enveloppe du bâtiment.

6 Caractérisation mécanique à l'échelle du matériau

6.1 Méthodes

L'intérêt des matériaux étudiés pour la construction d'enveloppes de bâtiments vient de leurs qualités hygrothermiques. Toutefois, il est nécessaire de s'assurer de performances mécaniques minimales. Ainsi, les règles professionnelles Construire en Chanvre définissent les performances minimales à atteindre pour les bétons de chanvre, en fonction de l'usage (dalle, mur, toit), ainsi qu'un protocole d'essai pour la caractérisation mécanique (Construire en Chanvre, 2012). L'essai consiste à un chargement monotone conduisant à l'identification de la contrainte maximale et du module d'Young (module apparent de la courbe). Toutefois, selon les formulations, et en particulier selon les dosages en chanvre, les courbes contrainte-déformation peuvent présenter un pic ou pas (dans le cas d'un comportement compactant du matériau) (Figure 67). Il est alors nécessaire de définir la résistance en compression. De plus, à l'image de ce qui est discuté par (Niyigena, 2016), le module apparent n'est pas très représentatif du comportement réel

réversible (élastique) de ce type de matériau potentiellement endommageable et compactant. Pour cette raison, il convient d'analyser l'évolution du module élastique qui est déterminé sur les cycles de déchargement-rechargement. Ainsi, il est apparu nécessaire de modifier le protocole expérimental de caractérisation mécanique en compression. Les travaux menés dans le cadre du Technical Committee Rilem 236 BBM Bio-aggregates based Building Materials ont permis la réalisation d'un round robin test aboutissant à des préconisations pour la caractérisation mécanique des matériaux bio-sourcés [A13][C22].

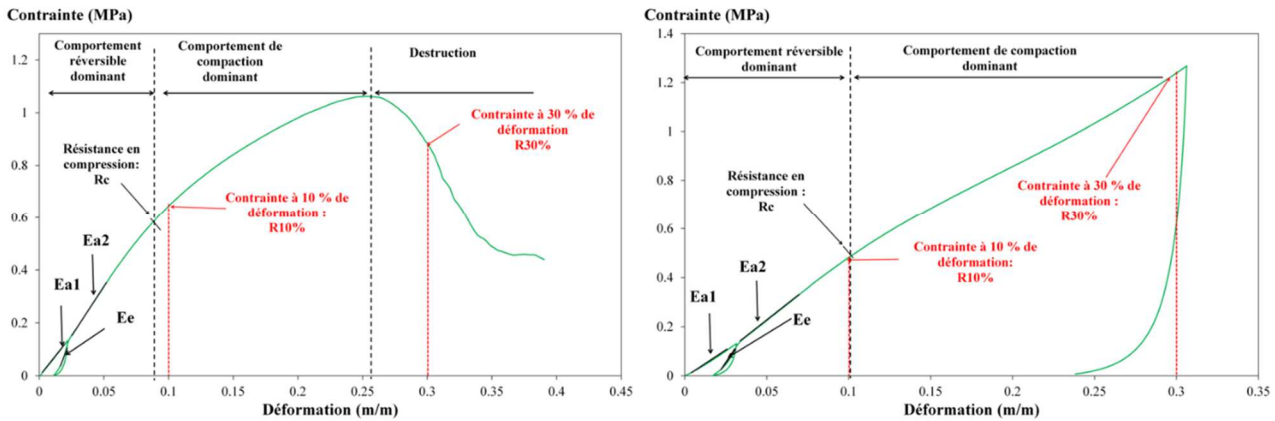


Figure 67: Courbes contrainte-déformation types - gauche : avec pic de contrainte, droite : comportement compactant (Mazhoud, 2017b)

Les études présentées ici ont été réalisées selon différents protocoles, les uns en chargement monotone, les autres en chargement cyclique avec un nombre de cycles différents. Elles permettent toutefois de présenter une tendance des évolutions des caractéristiques mécaniques avec le type de liant et le rapport C/L. Seuls les études en compression sont détaillées. En effet, les études montrent une corrélation importante entre les résistances en traction et les résistances en compression (Chamoïn, 2013; Mazhoud, 2017b).

6.2 Résistance en compression

La caractérisation mécanique des bétons de chanvre SI2C-Mur et EASY-Mur a été réalisée par nos partenaires du Projet ANR Bétonchanvre sur des échantillons moulés dans des moules prismatiques (Mounanga et al., 2009)[B2 , K2]. Les tests menés sont des tests de compression simple, pilotés en vitesse de déplacement. Les éprouvettes comprimées correspondent soit à des blocs entiers, soit des demi-blocs, comprimés verticalement ou horizontalement. Les résistances à la compression en fonction de la masse volumique apparente obtenues sont données Figure 68.

On constate que les résultats sont très bruités mais présentent cependant une évolution largement influencée par la masse volumique. **La composition en liant (nature et proportion) affecte visiblement la résistance en compression** des bétons de chanvre. Rappelons que SI2C-Mur est formulé avec un liant partiellement hydraulique alors que EASY-Mur est majoritairement constitué de chaux aérienne.

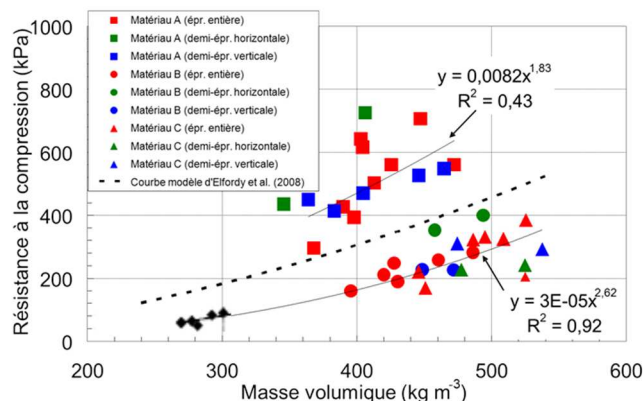


Figure 68 : Contrainte maximale de compression sur les bétons de chanvre de référence (A=SI2C Mur, B et C = Easy Chanvre Mur)[B2]

L'étude de l'effet de la substitution de Microcem 7® au Tradical PF70® sur les performances mécaniques est réalisée en incluant 3 cycles de chargement-déchargement. La **substitution de Microcem 7®** au Tradical PF70® conduit **tout d'abord** à une **augmentation sensible** des résistances mécaniques du fait des meilleures performances de ce dernier (Figure 69). Ensuite une augmentation du dosage en Microcem 7® conduit à une diminution de la résistance mécanique en lien avec une augmentation de la porosité ouverte.

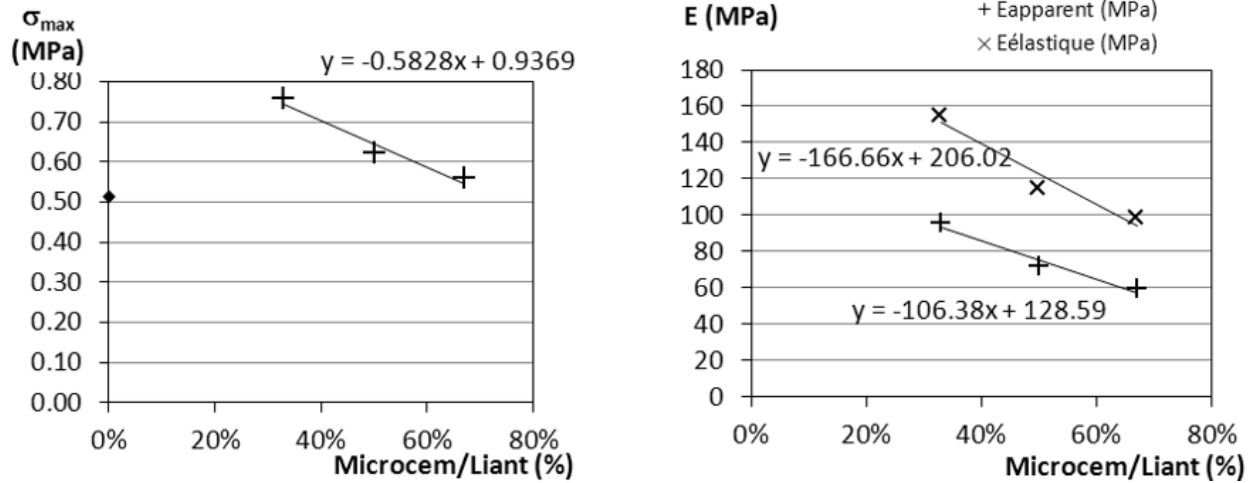


Figure 69 : Effet de la substitution de Microcem au Tradical PF 70 sur les caractéristiques mécaniques de bétons de chanvre (gauche : contrainte maximale à la compression; droite : modules de Young apparent et élastique) (Chamoïn, 2013)

Dans la thèse de Brahim MAZHOU, l'effet du type de liant sur le comportement mécanique des composites est également montré. Les composites à base de ThermO® ont un comportement plus ou moins fragile, ou compactant alors que les composites à base de terre (AC, ASC, CC) ont un comportement essentiellement compactant. Les résistances mécaniques les meilleures sont obtenues pour la matrice ThermO®. Cela s'explique par une meilleure performance de la matrice. De la même façon, la stabilisation des fines améliore clairement la résistance en compression, de 20 à 43 % selon le rapport C/L.

La résistance en compression est une fonction décroissante du rapport C/L et croissante de la masse volumique (Figure 70). L'évolution est plus ou moins marquée selon le liant considéré. Ainsi la résistance en compression diminue de 28 %, de 17 % et de 31 % pour les composites TC, AC et ASC respectivement lorsque le rapport C/L varie de 0.4 à 0.75. La diminution de la résistance en compression lorsque le rapport C/L augmente peut s'expliquer par l'augmentation de la porosité, ce qui a déjà été montré par plusieurs auteurs.

De plus, la comparaison des résistances de composites et des pâtes correspondantes montre que le passage de la pâte au composite se traduit par une diminution de la contrainte en compression d'un facteur 10 pour le ThermO®, 2 pour les fines stabilisées et proches de 1 pour les fines non stabilisées. Plus la matrice est performante, plus l'ajout de chanvre dans la matrice est pénalisant d'un point de vue mécanique (Mazhoud, 2017b).

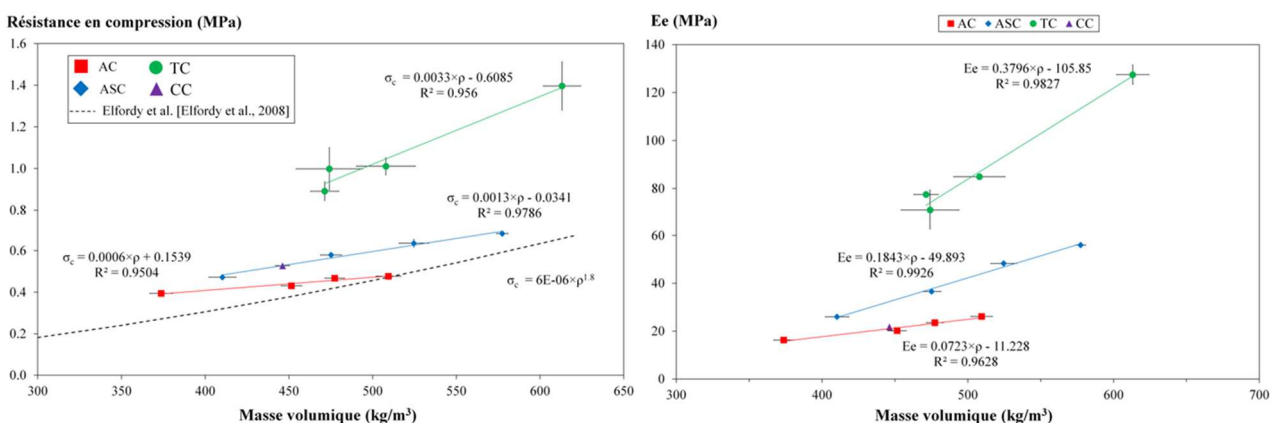


Figure 70 : Caractéristiques mécaniques des composites TC, AC, ASC et CC en fonction de la masse volumique (Mazhoud, 2017b) – gauche : résistance en compression, droite : module élastique

6.3 Modules apparents et élastiques

De la même façon que pour les résistances mécaniques, les modules apparents et élastiques sont impactés par le type de liant et le rapport C/L.

Dans le cas de la substitution de Microcem 7[®] au liant Tradical PF70[®], l'augmentation du dosage en Microcem 7[®] conduit à une diminution des modules apparents et élastiques (Figure 69).

Dans la thèse de Brahim MAZHOU, deux modules apparents sont identifiés : avant et après le premier cycle. Les modules apparents des formulations TC sont les plus élevés, quel que soit le rapport C/L. Pour ces formulations le module apparent Ea2 est inférieur à Ea1 potentiellement du fait de l'endommagement de la matrice liante au cours du premier cycle de chargement qui pénalise la rigidité du matériau. Pour les formulations AC et ASC les modules Ea2 sont inférieurs aux modules Ea1. Dans ce cas, le cycle de chargement-déchargement conduit à améliorer le module apparent, certainement en affectant la compacité et/ou l'orientation des particules. Le module apparent des composites reste assez peu élevé et son évolution en fonction de C/L ou de la masse volumique reste difficile à interpréter. Les modules apparents obtenus ne répondent pas aux exigences Construire en Chanvre.

Comme pour les modules apparents, les modules élastiques sont plus élevés pour les formulations TC que ASC et que AC. Pour chaque type de formulation, une évolution linéaire des modules élastiques en fonction de la masse volumique est mise en évidence (Figure 70). Ces modules élastiques dépassent largement les minimums recommandés par Construire en Chanvre pour les modules de Young.

6.4 Bilan et perspectives

Les caractéristiques mécaniques du béton de chanvre sont faibles.

Durant les travaux de thèse de Julien CHAMOIN, en appui du projet ANR BetonChanvre, une étude de substitution de Microcem 7[®] au Tradical PF70 a été menée. Cette substitution permet une amélioration des performances mécaniques des bétons de chanvre. Cette étude pourrait être poursuivie par la recherche d'un dosage optimal, situé entre 0 et 30% de substitution.

Tous les composites développés dans le cadre de la thèse de Brahim MAZHOU répondent aux exigences de Construire en Chanvre d'un point de vue résistance mécanique. L'étude de stabilisation des fines a été menée en considérant une même transcription entre la pâte et le composite que pour les bétons de chanvre étudiés dans le cadre du projet ANR. Il s'avère que le passage de la résistance mécanique de la pâte à celle des composites se fait par un facteur fortement influencé par le type de pâte (10 pour le ThermO[®], 2 pour les fines stabilisées et négligeable pour les fines). Ainsi, la stabilisation de la pâte n'est finalement pas nécessaire du point de vue mécanique seul (elle semble par contre présenter un intérêt vis-à-vis de la résistance fongique).

Le lien entre la formulation et les caractéristiques mécaniques reste mal maîtrisé, l'effet du type de liant et du dosage en chanvre est montré mais ce ne sont pas les seuls facteurs impactant la résistance mécanique. L'interface granulats-matrice a en effet également été identifiée comme un élément important.

Enfin, ces travaux doivent servir d'appui pour une redéfinition des règles professionnelles Construire en Chanvre, aussi bien d'un point de vue protocole expérimental que d'un point de vue critère à respecter (le module élastique étant plus pertinent pour caractériser le comportement du matériau en œuvre).

7 Autres caractérisations des matériaux

7.1 Analyse de cycle de vie

7.1.1 Introduction

L'analyse de cycle de vie d'un mur en béton de chanvre est l'un des volets du projet ANR Betonchanvre. Cette thématique a été initiée au sein du laboratoire dans le cadre du stage de Master de Charles GARNIER (Garnier, 2010) que j'ai co-encadré. Un classeur Excel, basé sur les séries de normes ISO 14040 et NF P 01-

010, a été développé. Ce travail a ensuite été approfondi et a donné lieu à un article et une communication [A10, C15], sur sa base un contrat industriel a également été réalisé [L5].

Dans un contexte de développement durable, il s'agit de réduire l'impact environnemental des activités humaines. L'analyse de cycle de vie (ACV) d'un produit, d'un procédé ou d'une activité permet d'en évaluer l'impact environnemental. Ces études permettent d'identifier une solution préférable d'un point de vue environnemental et de s'orienter vers une amélioration continue en réduisant les nuisances engendrées par les étapes du cycle de vie. Afin de limiter l'impact environnemental des bâtiments, une approche consiste à réduire les flux. D'un point de vue thermique, il s'agit d'améliorer la performance des enveloppes conduisant à des bâtiments à faibles besoins énergétiques (passifs, voire zéro énergie). Dans de telles conditions, l'impact des phases non-opérationnelles par rapport à la phase d'usage devient plus important. L'utilisation de matériaux à faibles impacts environnementaux s'avère alors d'autant plus intéressante.

Les parois en béton de chanvre ont des performances hygrothermiques qui permettent de les utiliser pour la réalisation de bâtiments à faibles besoins énergétiques. Il s'agit ici d'en évaluer les performances environnementales. Une étude menée par Boutin et al. (Boutin et al., 2005) sur un mur en béton de chanvre banché, incluant le béton de chanvre et l'ossature bois, a montré que celui-ci constituait un puits de carbone. Ici, les travaux sont menés à l'échelle de la paroi. Le système étudié comprend le béton de chanvre, l'ossature bois ainsi que les enduits intérieur et extérieur et le renouvellement de ceux-ci. Les résultats obtenus dans le cadre des différentes études conduisent à des conclusions similaires. L'étude [A10] est utilisée pour illustrer les principaux résultats.

7.1.2 Cas de base

Le mur est constitué de béton de chanvre projeté (épaisseur de 24 cm en partie courante), d'une ossature bois et d'enduits sable-chaux côtés intérieur et extérieur (épaisseurs respectives 1 cm et 2 cm). La résistance thermique du mur est alors de $2.78 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$. La durée de vie typique considérée est de 100 ans.

La Figure 71 montre que la phase de production des matières premières est la phase la plus impactante. Sa contribution est supérieure à 75% pour l'ensemble des indicateurs, à l'exception de l'indicateur Ozone photochimique où elle atteint 49 %, juste devant le transport qui contribue à 44% à cet indicateur. La phase production présente également la valeur la plus importante pour l'indicateur relatif au changement climatique. Cet indicateur est détaillé séparément car il peut être positif (dans le cas d'émission) ou négatif (dans le cas de captage).

Au sein de la phase production, l'élément le plus impactant est le liant (Figure 72). Celui-ci contribue à 49 % de la consommation de ressources énergétiques, à 68 % de la consommation d'eau et à 47 % de la pollution de l'air. Il présente également une valeur élevée pour l'indicateur relatif au changement climatique. En effet, la production de liant nécessite une cuisson à des températures élevées (900 à 1000°C pour la chaux) engendrant une consommation énergétique forte et des émissions de particules et d'espèces chimiques nocives. L'hydratation de la chaux vive pour obtenir la chaux aérienne explique la contribution du liant à la consommation d'eau.

L'indicateur relatif au changement climatique présente, sur l'ensemble du cycle de vie du mur, un bilan favorable (Figure 71 et Figure 72). En effet, le captage du carbone atmosphérique via la photosynthèse (phase de production) et la carbonatation (phase d'utilisation) est supérieur aux émissions associées aux différents process. Le mur en béton de chanvre se comporte donc au global comme **un puits de carbone**.

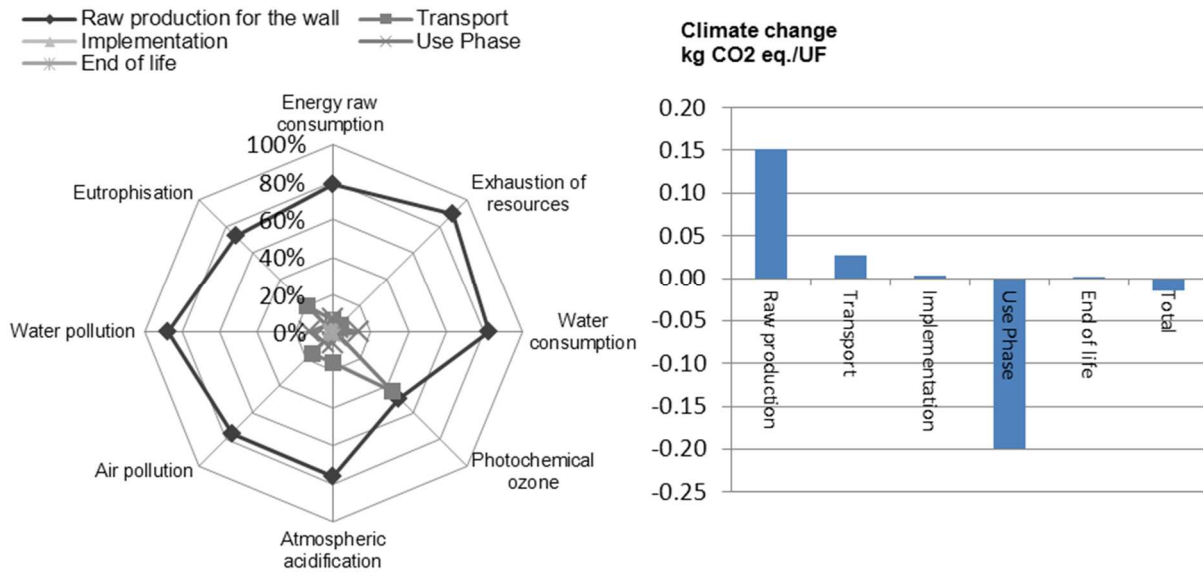


Figure 71: Impact environnemental d'un mur en béton de chanvre : contribution de chaque phase aux différents indicateurs environnementaux (gauche : Consommation de ressources énergétiques, Epuisement des ressources, Consommation d'eau, Ozone photochimique, Acidification atmosphérique, Pollution de l'air, Pollution de l'eau, Eutrophication – droite : changement climatique).

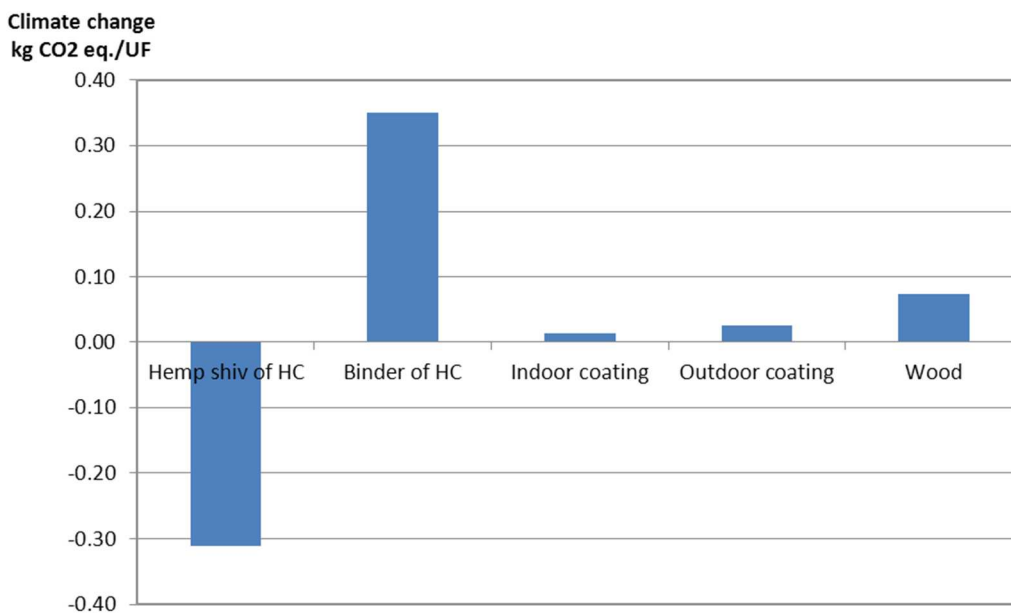
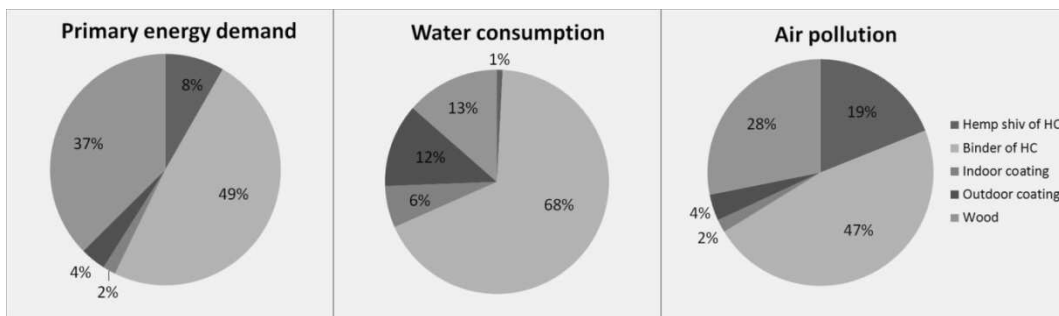


Figure 72: Contribution des éléments composant le mur à différents indicateurs durant la phase de production (haut : Consommation de ressources énergétiques, Consommation d'eau, Pollution de l'air, - bas : changement climatique).

Une comparaison à des parois usuelles présentant des performances similaires montre que le mur en béton de chanvre a un impact environnemental plus faible (Figure 73). Ceci permet de le classer parmi les solutions pertinentes d'un point de vue environnemental.

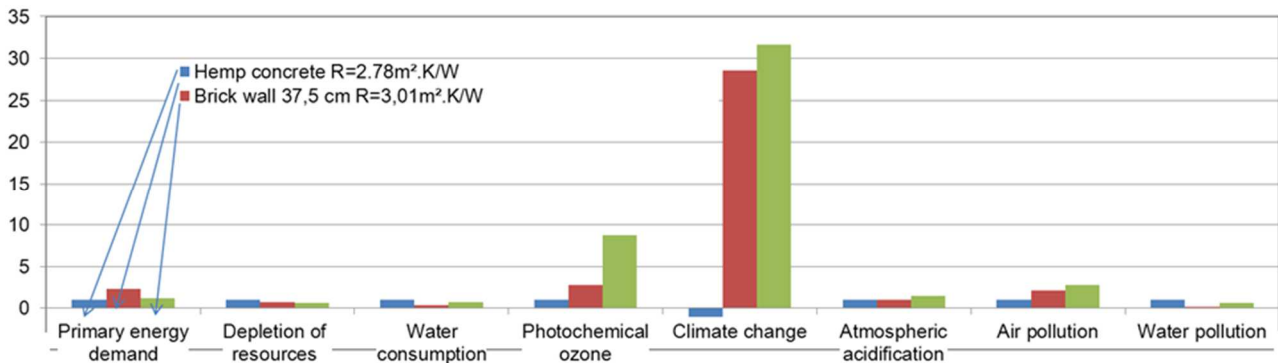


Figure 73: Comparaison d'un mur en béton de chanvre à des murs usuels de performance similaire.

7.1.3 Etude de sensibilité sur les enduits et l'épaisseur du béton de chanvre

Une étude de sensibilité a également été menée sur trois paramètres : la composition de l'enduit intérieur, le taux de renouvellement des enduits et l'épaisseur du béton de chanvre.

Il s'avère que l'enduit sable-chaux est moins impactant que l'enduit chaux-chanvre. Ceci provient du dosage en liant qui est plus faible pour l'enduit sable-chaux.

De façon générale, une augmentation du nombre de renouvellements induit une augmentation des impacts environnementaux. Toutefois, cet effet est limité (inférieur à 10 %) sur l'ensemble des indicateurs, à l'exception de celui relatif au changement climatique. Pour celui-ci, le scénario relatif aux enduits a un effet plus marqué. Lorsque le mur est laissé nu côté intérieur, l'indicateur est meilleur que pour le cas de base. Les économies en matières premières (et émissions associées) ont un effet plus important que la diminution de carbonatation au sein des enduits. A partir d'un certain nombre de renouvellements (2 enduits intérieurs et 3 enduits extérieurs), l'indicateur relatif au changement climatique devient positif. Le mur ne peut alors plus être considéré comme un puits de carbone et le bénéfice environnemental se voit réduit.

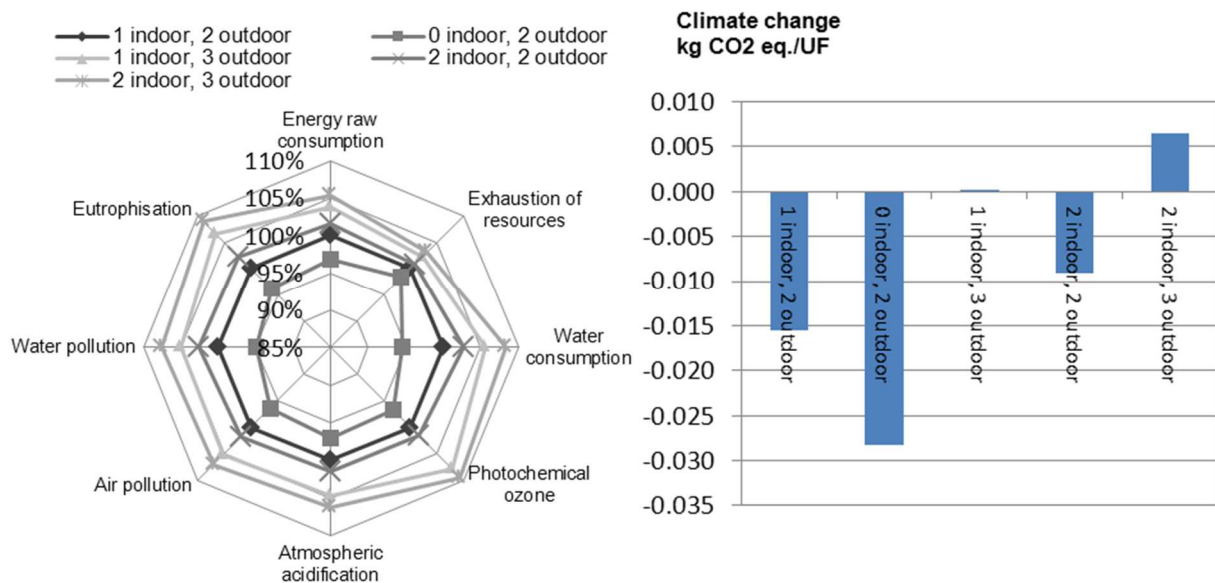


Figure 74: Effet du nombre d'enduits sur les indicateurs environnementaux (gauche : valeurs normalisées par rapport au cas de base - Consommation de ressources énergétiques, Epuisement des ressources, Consommation d'eau, Ozone photochimique, Acidification atmosphérique, Pollution de l'air, Pollution de l'eau, Eutrophisation ; droite : changement climatique).

Enfin, les indicateurs environnementaux augmentent avec l'épaisseur du mur à l'exception de l'indicateur relatif au changement climatique. Les indicateurs varient de façon inégale. Un effet très léger est observé sur la consommation d'eau (<1% entre 24 et 40 cm d'épaisseur de mur) alors que la pollution de

l'eau et la consommation d'énergie sont très impactées (respectivement 64 % et 40 % d'augmentation entre 24 et 40 cm d'épaisseur de mur), du fait de l'augmentation de la quantité de liant en particulier. L'indicateur relatif au changement climatique diminue avec l'épaisseur de mur. Pour une épaisseur de 20 cm, le bilan est positif. Il est nul pour une épaisseur de 22 cm et négatif au-delà. Le bilan devient alors favorable en lien avec le stockage de carbone associé à la photosynthèse du chanvre et à la carbonatation du liant.

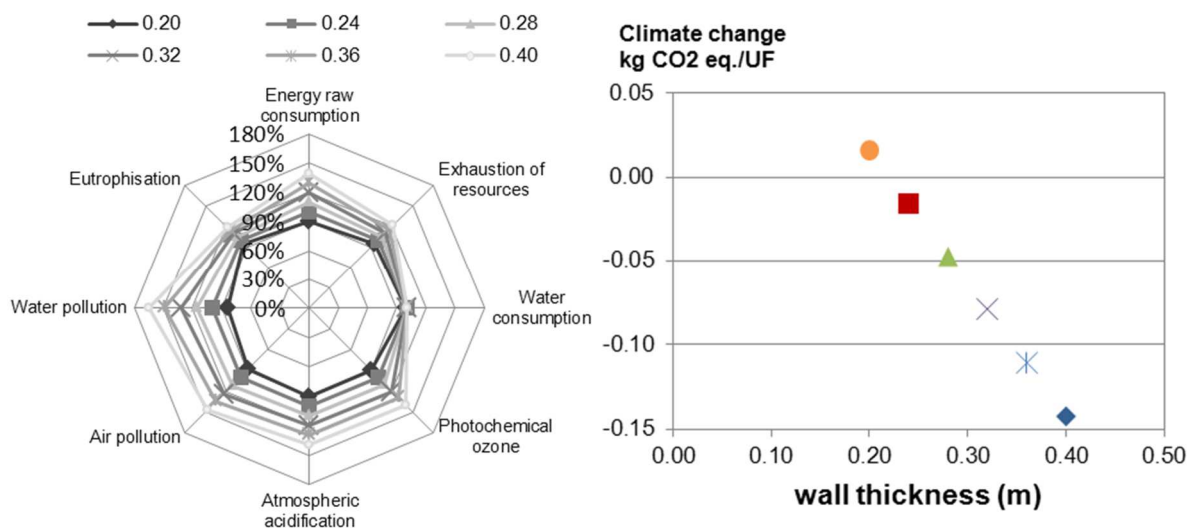


Figure 75: Effet de l'épaisseur de béton de chanvre sur les indicateurs environnementaux (gauche : valeurs normalisées par rapport au cas de base - Consommation de ressources énergétiques, Epuisement des ressources, Consommation d'eau, Ozone photochimique, Acidification atmosphérique, Pollution de l'air, Pollution de l'eau, Eutrophisation ; droite : changement climatique).

Il convient de pondérer cette analyse de sensibilité par le fait que l'augmentation de l'épaisseur de mur entraîne une augmentation de sa résistance thermique et donc une diminution des besoins énergétiques du bâtiment. Bien que l'impact environnemental augmente à l'échelle du mur, il est probable qu'il diminue à l'échelle du bâtiment. De la même façon, le type d'enduit influe sur le confort et le comportement hygrothermique de l'enveloppe. Il conviendrait donc, là aussi, de réaliser une étude à l'échelle du bâtiment. Les données issues de cette ACV peuvent en effet être utilisées en alimentation d'outils à l'échelle du bâtiment.

7.1.4 Bilan et perspectives

Les études réalisées montrent donc qu'un mur en béton de chanvre à ossature bois peut être assimilé à un **puits de carbone**, si l'épaisseur de béton de chanvre est suffisante (ici 22 cm) et dans le cas où l'on considère la fin de vie neutre.

Ces études montrent également que l'élément le plus **impactant** est le **liant** utilisé dans le béton de chanvre et dans les enduits. Afin de réduire l'impact environnemental d'un mur en béton de chanvre, l'utilisation d'un liant moins impactant (en tout ou partie) est donc à privilégier. Cette piste est explorée en partie dans le cadre du projet ANR Betonchanvre en substituant un **liant à base sulfatique** (Microcem) au Tradical PF70.

La thèse de Brahim MAZHOUD a permis le développement de **composites à base de fines et de fines stabilisées – chanvre** pour lesquelles la stabilisation est réalisée avec 5% de chaux et 5% de ciment. Les points forts de ces composites d'un point de vue environnemental sont : (i) le recours à une matière première renouvelable (le chanvre) et la valorisation d'un déchet (les boues de lavage) qui induisent un **impact limité sur l'aspect épuisement des ressources naturelles**, (ii) le recours à une matière première bio-sourcée (le chanvre) qui constitue un **puits de carbone** et donc est favorable vis-à-vis de l'indicateur lié au changement climatique. Toutefois, les impacts liés à la valorisation des boues de lavage ne sont pas nuls. En effet, cette valorisation nécessite différentes étapes dont notamment le séchage, le broyage et le tamisage des boues pour les transformer en fines. D'autre part, il convient également de comptabiliser les impacts liés à la stabilisation à la chaux et au ciment. Pour réduire encore l'impact environnemental, il serait intéressant d'envisager une **stabilisation des fines avec les liants agro-sourcés développés dans le cadre d'ISOBIO**.

De la même façon, le choix des matières premières utilisées dans le cadre de la thèse de Lydie THIEBLESSON s'est orienté vers la **valorisation de déchets locaux** en Côte d'Ivoire : le papier (qui n'est actuellement pas recyclé/valorisé) et l'amidon de manioc. Si l'aspect vis-à-vis de la problématique des ressources naturelles est indéniable, il serait intéressant de réaliser l'ACV des produits développés afin d'en connaître l'impact environnemental.

7.2 Durabilité des matériaux

Dans le cadre du projet européen ISOBIO, nous nous sommes intéressés à la durabilité des matériaux développés. Avec ma doctorante Marie VIEL, nous avons ainsi mis en place deux nouveaux essais au laboratoire : un test de résistance à l'eau (immersion accidentelle) et un test de vieillissement à (30°C, 90%HR).

Pour le **test d'immersion accidentelle**, les échantillons sont dans un premier temps stabilisés à (23°C, 50 %HR). Leur masse volumique apparente et leur conductivité thermique est mesurée. Les échantillons sont ensuite immergés pendant 5 minutes. Après le test d'immersion, les échantillons non dégradés sont de nouveau stabilisés à (23°C, 50%HR) avant mesure de leur masse volumique apparente et de leur conductivité thermique.

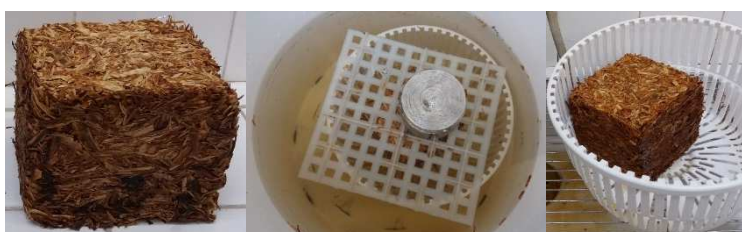


Figure 76 : Test d'immersion

Pour le **test de vieillissement biologique**, les échantillons sont dans un premier temps stabilisés à (23°C, 50 %HR) puis exposés à (30°, 90%HR) pendant 90 jours. Tout au long de cette période, les échantillons font l'objet d'un suivi massif et visuel (photographie) quotidien le premier mois puis un jour sur deux pendant les 2 mois suivants. A l'issue des 90 jours de suivi, dans le cas de développement de moisissures, celles-ci sont prélevées pour être visualisées au microscope afin d'être identifiées.

Les formulations étudiées présentent une résistance au développement fongique différente. Les moisissures sont observées à partir de 4 à 9 jours d'exposition (exemple Figure 77). L'observation visuelle de leur développement est simultanée à la perte de masse de l'échantillon.



Figure 77 : Test de vieillissement biologique - visualisations à 0, 7, 8, 9, 10 et 23 jours

L'analyse du développement fongique est réalisée pour l'instant de façon qualitative à partir des observations visuelles. Afin d'avoir une analyse plus précise, le recours à l'**analyse d'image pourrait permettre une quantification du développement fongique**.

8 Conclusion : Bilan et perspectives

8.1 Bilan

Mes travaux de recherche s'intéressent aux **matériaux de construction à faibles impacts environnementaux**, et particulièrement aux matériaux bio-sourcés utilisés pour la construction d'**enveloppes de bâtiments**. Ils débutent autour des performances énergétiques (enveloppe et système) et du confort des bâtiments, lors du suivi de la résidence Salvatierra à Rennes (sujet initial de ma thèse). Je propose alors d'investir la **caractérisation hygrique, thermique et hygrothermique** des matériaux. Depuis, mes travaux m'ont également menée à la formulation et à la caractérisation mécanique des matériaux ainsi qu'à l'étude de leur analyse de cycle de vie et désormais leur durabilité.

Mise en place, développement et adaptation de bancs et protocoles expérimentaux

Au cours de mes travaux de recherche, **j'ai ainsi mis en place, développé ou adapté plusieurs bancs et protocoles expérimentaux.**

Les **granulats bio-sourcés** étant différents des granulats minéraux usuellement utilisés en génie civil, il a fallu adapter les méthodes de caractérisation. Ce travail s'est fait notamment dans le cadre du **comité technique Rilem TC 236 BBM (Bio-aggregate based building Materials)** dont j'étais secrétaire.

A l'échelle du matériau, avant la mise en place des premiers bancs de caractérisation hygrique et thermique au cours de ma thèse, j'ai déterminé un **Volume Élémentaire Représentatif** commun à l'ensemble des matériaux étudiés, de façon à pouvoir utiliser le même banc pour tous les matériaux.

Les capacités de stockage d'humidité sont caractérisées par la **mesure des isothermes de sorption**. Le premier banc expérimental mis en place est réalisé avec des solutions salines. La mesure est faite selon la méthode discontinue par paliers successifs d'humidité relative ambiante croissante puis décroissante. La durée de l'essai est particulièrement longue (de l'ordre de 900 jours pour un béton de chanvre dont 400 à 97%HR) et le développement de moisissures est constaté à 97%HR sur certains matériaux. Ce banc a ensuite évolué. Côté matériel, le nombre important d'échantillons testés lors du projet ANR Betonchanvre a conduit à l'acquisition d'armoires climatiques. De plus, afin de **réduire la durée des essais** pour répondre aux problématiques de temps et de dégradation des échantillons. J'ai développé un protocole exploitant un modèle de cinétique [F5].

Les capacités de transfert hygrique sont caractérisées par la **mesure de la perméabilité à la vapeur**. Le banc mis en place pendant ma thèse est réalisé selon le projet de norme pr EN ISO 12572. La perméabilité est mesurée à 23°C pour les deux couples normatifs (0 ; 50 %HR) et (0 ; 85 %HR). La méthode d'essai est ensuite complétée afin de décrire **l'évolution de la perméabilité à la vapeur en fonction de l'humidité** (hygrométrie ou teneur en eau du matériau) [A7, A8, E3, F7, G1] (Bihan, 2007).

Enfin, afin de **caractériser le comportement hygrique en régime dynamique**, j'ai mis en place, accompagnée par ma collègue Sylvie PRETOT, la mesure de la valeur tampon hygrique MBV [A7, A8, F13]. Cette méthode permet de caractériser le matériau mais également un complexe tel que le matériau recouvert d'enduit [C14, C17, I2].

D'un point de vue **caractérisation thermique**, j'ai participé au choix des matériels achetés. Désirant pouvoir réaliser des mesures à différentes teneurs en eau, le choix s'est tourné vers des dispositifs permettant la **mesure en régime transitoire**. Le principal appareil utilisé est un **CT-mètre** équipé d'une sonde fil.

Le **comportement mécanique** des composites bio-sourcés diffère selon leur formulation. En effet, les courbes contraintes-déformations peuvent présenter différentes allures, avec un pic de contrainte ou au contraire une augmentation continue due à un comportement compactant. Il a alors été nécessaire de définir les grandeurs caractéristiques du comportement mécanique des composites bio-sourcés et un protocole expérimental associé. Ce travail a notamment été réalisé dans le cadre du comité technique Rilem TC 236 BBM.

Les derniers bancs expérimentaux mis en place à l'échelle du matériau portent sur la **durabilité** de ceux-ci avec l'étude de leur résistance à une **immersion accidentelle** ainsi que leur résistance au **développement fongique**.

A l'échelle de la paroi, dans le cadre du projet PRIR Ecomatx, un dispositif d'essai a été développé conjointement avec le LIMATb afin de **mesurer la réponse d'un mur aux sollicitations hygrothermiques**.

Projets de recherche, réseaux, contrats industriels

J'ai mené mes travaux dans différents cadres. Ainsi, depuis 2004 (alors ATER), je me suis **investie dans le montage et le portage de projets. J'ai animé et coordonné scientifiquement plusieurs d'entre eux** :

(i) Le projet régional **PRIR Ecomatx** (01/2007-12/2010) « Eco – matériaux appliqués à la construction ; Optimisation de la fabrication et étude du comportement thermique et hydrique du béton de chanvre ». Ce projet a réuni deux laboratoires et trois partenaires industriels. D'un coût total de 565 k€, il a bénéficié d'une aide de 181 k€ que nous avons obtenue auprès de la région Bretagne.

(ii) Le projet **ANR BetonChanvre** « Optimisation des procédés de fabrication du béton de chanvre » (05/2007-11/2010). Ce projet a réuni trois laboratoires et deux partenaires industriels. Il a bénéficié d'une aide de 378 k€ (dont 140 k€ pour le LGCGM).

(iii) Le **projet européen ISOBIO** «Development and Demonstration of Highly Insulating, Construction Materials from Bio-derived Aggregates» [<http://isobioproject.com/>] (02/2015-01/2020). Ce projet regroupe 12 partenaires européens dont 1 coordinateur de projet, 2 laboratoires universitaires et 9 partenaires industriels. Les ressources financières de l'équipe adossées à ce projet sont conséquentes (total de 900 k€ sur 4 ans).

Je suis impliquée dans plusieurs **réseaux à l'échelle locale, nationale et internationale**, au sein desquels non seulement je participe mais j'assure l'**animation** de groupes et j'ai des **responsabilités**. Je suis notamment **secrétaire de deux comités techniques de la Rilem** (TC 236 - Bio- aggregates based Building Materials, 2010-2015 et TC 275 Hygrothermal and Durability of Bio-based materials débuté en mars 2017).

Mon expertise m'a également conduite à réaliser des **contrats industriels** pour un montant total de **124 k€**.

Encadrement

Au cours de mes travaux de recherche, **j'ai encadré** quatre doctorants (deux thèses soutenues et deux en cours), huit étudiants Master-Ingénieur, trois étudiants L2-L3 et un ingénieur d'études. En particulier, j'ai mis en place et défendu au sein de l'équipe le sujet de thèse de Brahim MAZHOUD (sur le développement de composites terre-chanvre) pour être choisi comme **bénéficiaire de la bourse ministère**. **J'ai également porté le dossier de demande de bourse AMRUGE** pour la thèse de Lydie THIEBLESSON. J'ai inclus le **financement de la thèse de Marie VIEL** lors du montage du projet ISOBIO. Enfin, j'ai obtenu un **financement auprès de la DRIM** pour le stage de Master de Marwa LAARADH-MSALLEM. Pour ces doctorants dont j'ai obtenu le financement et pour lesquels j'ai assuré/j'assure l'encadrement quotidien, je n'ai pu être mise directrice de thèse du fait que je n'ai pas l'HDR.

Production scientifique

D'un point de vue **production scientifique**, j'ai 19 articles dans des revues internationales, 4 articles dans des revues nationales, 56 communications dans des congrès (37 dans des congrès internationaux et 19 dans des congrès nationaux). **Les étudiants que j'ai encadrés sont co-auteurs de 31 de ces productions** (6 articles dans des revues internationales, 3 articles dans des revues nationales et 22 communications dans des congrès). J'ai également contribué à la rédaction de 3 chapitres dans des ouvrages et été à la direction de l'un d'entre eux. L'expertise développée m'a permis d'être invitée pour donner 6 conférences « **invitée** » et j'ai également réalisé 13 autres présentations pour des workshops ou pour la promotion de la recherche et sa vulgarisation.

Principaux résultats

Les matériaux étudiés sont principalement des **matériaux bio-sourcés** incluant d'une part des composites à matrice minérale – chanvre et d'autre part des composites agro-sourcés. Ils présentent alors un intérêt environnemental du point de vue épuisement des ressources naturelles et empreinte carbone. D'un point de vue usage, leur intérêt repose sur leur performance hygrothermique.

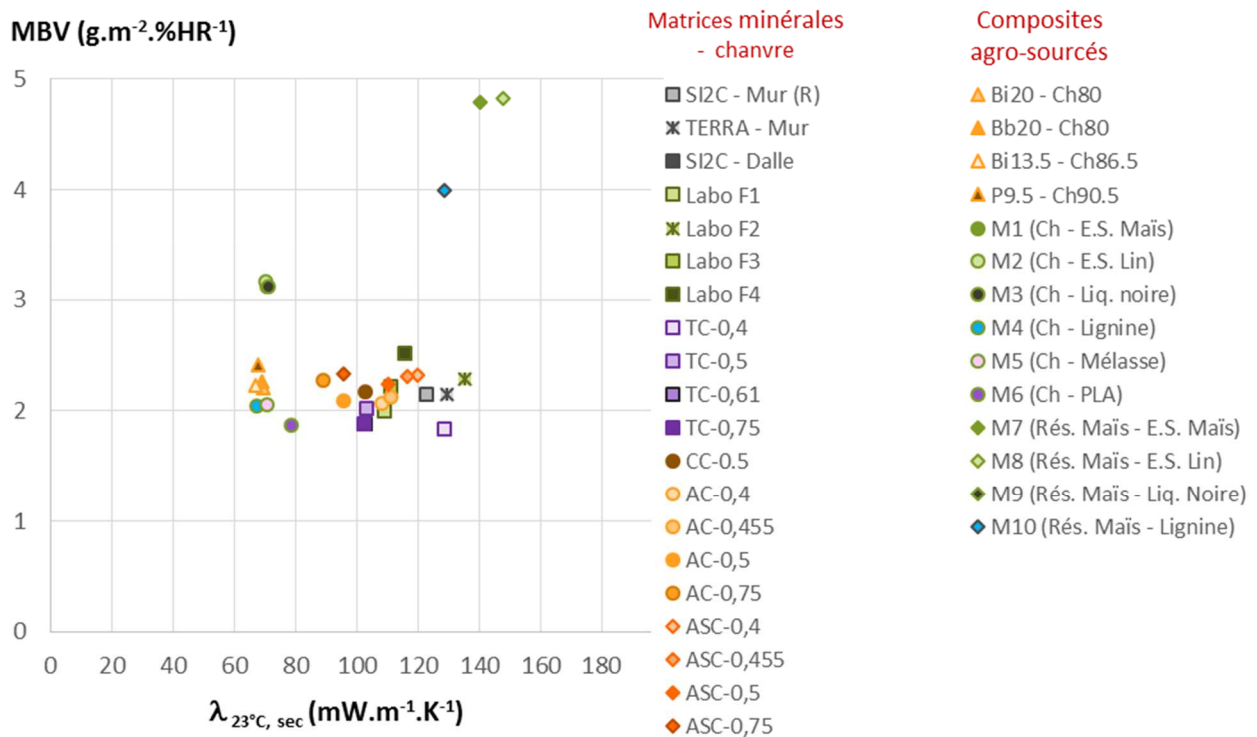


Figure 78 : Synthèse MBV en fonction de la conductivité thermique des composites matrice minérale-chanvre et composites agro-sourcés

Ainsi, les matériaux à **matrice minérale-chanvre** ont des conductivités thermiques adaptées à un usage en isolation répartie. La valeur de la conductivité est liée à la masse volumique, et donc au dosage en chanvre. De plus, ces matériaux présentent des valeurs MBV les classant très bons ou excellents régulateurs hygriques. Ils peuvent être mis en œuvre in-situ ou être préfabriqués, ce qui permet alors de réduire la durée de chantier en lien avec les temps de séchage. Les formulations mises en œuvre peuvent être adaptées en fonction d'une conductivité thermique, et donc d'une masse volumique, cible. Il est alors nécessaire de s'assurer que les matériaux ciblés répondent à des critères de performances mécaniques minimales.

Les **composites agro-sourcés** à base de chanvre ont des conductivités thermiques plus faibles tout en ayant des valeurs MBV comparables, voire (beaucoup) plus élevées, à celles des composites à matrice minérale-chanvre. Ainsi, pour atteindre une même résistance thermique de paroi, une épaisseur plus faible peut être utilisée. Les composites agro-sourcés à base de résidus de rafle de maïs ont des conductivités thermiques similaires à celles des composites à matrice minérale-chanvre. Leur valeur MBV est beaucoup plus forte. L'intérêt de ces composites repose donc surtout sur leur valeur MBV. L'ensemble de ces composites ne peut être produit qu'en usine du fait du procédé de fabrication.

A l'échelle de la paroi, les études menées ont permis de **souligner les phénomènes couplés** qui se produisent au sein d'une paroi en béton de chanvre. Ces phénomènes sont associés à des échanges de chaleur de sorption-désorption actuellement non pris en compte dans les calculs réglementaires, ce qui pénalise ces matériaux.

8.2 Perspectives

Mes perspectives portent sur différents aspects en regard de la synthèse présentée.

Méthodes de caractérisation, valorisation hygrothermiques des matériaux bio-sourcés

A l'échelle du matériau, l'effet de l'humidité sur les différentes caractéristiques hygrothermiques est souligné. Il est désormais nécessaire de **s'intéresser à l'effet de la température** sur ces mêmes caractéristiques. La caractérisation en régime dynamique présente d'ores et déjà des atouts, ceux-ci doivent être encore **complétés à travers un développement expérimental et l'exploitation d'études numériques associées**.

Les mesures de perméabilité à la vapeur et de la valeur MBV sont impactées par la vitesse d'air.

Pour la **perméabilité à la vapeur**, une vitesse d'air trop faible induit une sous-estimation de la perméabilité à la vapeur. La norme d'essai relative à la mesure de la perméabilité à la vapeur a ainsi été revue de façon à mieux prendre en compte la résistance de la lame d'air. Le nouveau protocole inclus des mesures sur deux épaisseurs d'échantillons afin d'identifier deux résistances : celle de la lame d'air et celle du matériau. Dans le cadre du comité technique Rilem TC 275 HDB (Hygrothermal Behaviour and Durability of bio-based building materials), un Round Robin Test est prévu pour éprouver cette méthode. Une troisième épaisseur d'échantillon est ajoutée pour valider les mesures. Ce RRT permettra ainsi de vérifier si les résultats sont consistants.

La **valeur MBV**, quant à elle, peut être surestimée en cas de vitesse d'air trop élevée qui favorise alors l'échange en surface de l'échantillon. Le Nordtest protocole recommande une vitesse d'air autour de 0.1 m/s pour être représentatif des vitesses d'air dans les locaux, mais cette valeur peut être difficile à maîtriser au sein des armoires climatiques. Ainsi, la mesure de la valeur MBV en fonction de la vitesse d'air permettra de montrer l'effet de celle-ci. L'objectif est d'identifier la plage sur laquelle la valeur MBV est caractéristique du matériau en usage en paroi de bâtiment et de définir une corrélation entre la vitesse d'air et la surestimation de la valeur MBV lorsque la vitesse d'air est trop forte.

Enfin, le comportement hygrothermique particulier des matériaux bio-sourcés se traduit de façon favorable sur le bilan énergétique des bâtiments et sur le confort ressenti. La réglementation thermique actuelle (RT 2012) ne permet pas de prendre en compte ces phénomènes, ce qui défavorise le recours aux matériaux bio-sourcés (les calculs conduisant systématiquement à une surestimation des épaisseurs nécessaires). Un objectif est d'aller vers une **définition de grandeur équivalente pouvant être introduite dans le code RT** et prenant en compte ces phénomènes ou d'un **coefficient correcteur des performances** (augmentant la valeur de consommation de référence par exemple). Les travaux menés au sein du comité technique Rilem TC HDB et du Groupe de Recherche Matériaux de Construction Biosourcés devraient permettre d'aller vers la définition de cette grandeur.

ACV, développement de matériau, transfert industriel

Les matériaux étudiés ayant recours à des matières premières bio-sourcées devraient présenter un impact environnemental faible. Toutefois, il serait nécessaire de **réaliser les analyses de cycle de vie** de ces matériaux pour pouvoir attester de cette qualité environnementale. Pour les composites à base de fines, il convient notamment de prendre en compte la transformation des boues de lavage en fine.

L'ACV des composite fines stabilisées – chanvre doit également prendre en compte les liants utilisés pour la stabilisation des fines. En vue de réduire l'impact environnemental lié à la stabilisation, il serait intéressant d'évaluer la possibilité de celle-ci en ayant recours aux **liants agro-sourcés** développés dans le cadre du projet ISOBIO.

La thèse de Brahim MAZHOUH a abouti à des formulations de composites à base de **terre - chanvre** largement caractérisées d'un point de vue thermique, hygrique et mécanique. La présentation de ces travaux que j'ai réalisée lors du dernier séminaire ECOMATERRE le 17/11/2017 a abouti à une **collaboration avec l'entreprise ACEIS** en vue d'utiliser ces matériaux à l'échelle industrielle. Nous avons alors été sollicités pour **utiliser ces matériaux** par les architectes responsables de deux des trois **programmes immobiliers** du projet

ECOMATERRE. Actuellement, je m'intéresse à la possibilité d'instrumenter ces bâtiments pour attester des performances des parois mises en œuvre in-situ.

Les matériaux développés dans le cadre du projet ISOBIO montrent un intérêt thermique et hygrique à l'échelle du matériau. Les atouts sont différents selon les composites considérés. La conductivité thermique est corrélée à leur masse volumique. Ainsi, afin d'**atteindre des conductivités thermiques plus faibles**, une piste consisterait à atteindre des masses volumiques plus faibles en réduisant la pression de compactage à la mise en œuvre. Pour bénéficier au mieux des qualités de chaque type de composite, il convient d'aller vers un **composite multi-couche**. Ainsi, par exemple, les composites à base de résidus de rafle de maïs vont être utilisés en parement intérieur d'un corps plus isolant à base de chanvre. Ces multi-couches seront mis en œuvre à **l'échelle de la paroi au sein de notre enceinte bi-climatique** afin de mettre en valeur les phénomènes thermiques et hygriques se produisant au sein des différentes couches.

De plus, les études menées dans le cadre du projet ISOBIO ont montré de grands potentiels pour les différentes agro-ressources. Tous n'ayant pu être exploités dans ce cadre, une poursuite à ce projet est d'ores et déjà envisagée avec l'université de Bath. D'autre part, les liants verts développés montrent une sensibilité à l'eau, il est donc nécessaire de **poursuivre leur développement afin de les rendre insolubles**.

Enfin, les études sont menées vis-à-vis de notre climat, il est nécessaire de **s'élargir à d'autres climats** pour caractériser les matériaux de façon pertinente par rapport à leur usage.

9 Références bibliographiques

- AFNOR (1983). NF P75-101 - Isolants thermiques destinés au bâtiment - Définition.
- AFNOR (1997). pr EN ISO 12572:1997 - Performances hygrothermiques des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination des propriétés de transmission de la vapeur d'eau - Méthode de la coupelle.
- AFNOR (2016). ISO 12572:2016 (F) - Performances hygrothermiques des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination des propriétés de transmission de la vapeur d'eau - Méthode de la coupelle.
- Agoua, E., Allognon-Houessou, E., Adjovi, E., and Togbedji, B. (2013). Thermal conductivity of composites made of wastes of wood and expanded polystyrene. *Construction and Building Materials* 41, 557–562.
- Aït Oumeziane, Y. (2013). Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique : application aux parois en béton de chanvre. INSA de Rennes.
- Al Rim, K., Ledhem, A., Douzane, O., Dheilily, R.M., and Queneudec, M. (1999). Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites. *Cement and Concrete Composites* 21, 269–276.
- Arnaud, L. (2000). Mechanical and Thermal properties of hemp mortars and wools : experimental and theoretical approaches. In 3 Symp Int of Bioresource Hemp 2000, (Hannovre, Allemagne), p.
- Arnaud, L., and Gourlay, E. (2012). Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. *Construction and Building Materials* 28, 50–56.
- Arnaud, L., Monnet, H., Cordier, C., and Sallet, F. (2000). Modélisation par homogénéisation auto-cohérente de la conductivité thermique des bétons et des laines de chanvre. In SFT 2000, (Lyon, France), p.
- Barett, E., Joyner, L., and Halenda, P. (1951). The determination of pore volume and area distributions in porous substances – I computations from nitrogen isotherms. *Journal of American Chemical Society* 73, 373–380.
- Bederina, M., Marmoret, L., Mezreb, K., Khenfer, M.M., Bali, A., and Quéneudec, M. (2007). Effect of the addition of wood shavings on thermal conductivity of sand concretes: Experimental study and modelling. *Construction and Building Materials* 21, 662–668.
- Benfratello, S., Capitano, C., Peri, G., Rizzo, G., Scaccianoce, G., and Sorrentino, G. (2013). Thermal and structural properties of a hemp–lime biocomposite. *Construction and Building Materials* 48, 745–754.
- Bihan, X. (2007). Caractérisation hydrique et mécanique de matériaux à faible impact environnemental. (LGCGM: Master Recherche Sciences, Techonolgie, Santé, Mention mécanique - spécialité IMC Ingénierie Mécanique et Génie Civil).
- Bonda Kouekam, G. (2012). Caractérisation hydrique de matériaux à base de chanvre. (LGCGM: Master Recherche Sciences, Techonolgie, Santé, Mention mécanique - spécialité IMC Ingénierie Mécanique et Génie Civil).
- Bouasker, M., Belayachi, N., Hoxha, D., and Al-Mukhtar, M. (2014). Physical Characterization of Natural Straw Fibers as Aggregates for Construction Materials Applications. *Materials* 7, 3034–3048.
- Bouguerra, A., Sallée, H., De Barquin, F., Dheilily, R.M., and Quéneudec, M. (1999). Isothermal moisture properties of wood-cementitious composites. *Cement and Concrete Research* 29, 339–347.

- Boutin, C. (1996). Conductivité thermique du béton cellulaire autoclavé: modélisation par méthode autocohérente. *Materials and Structures* 29, 609–615.
- Boutin, M., Flamin, C., Quinton, S., and Gosse, G. (2005). Analyse de cycle de vie d'un mur en béton de chanvre banché sur ossature bois (INRA, Lille, France).
- de Bruijn, P., and Johansson, P. (2013). Moisture fixation and thermal properties of lime–hemp concrete. *Construction and Building Materials* 47, 1235–1242.
- de Bruijn, P.B., Jeppsson, K.-H., Sandin, K., and Nilsson, C. (2009). Mechanical properties of lime–hemp concrete containing shives and fibres. *Biosystems Engineering* 103, 474–479.
- Brunauer, S., Emmet, P.H., and Teller, E. (1938). Adsorption of Gases in Multimolecular Layers.
- Cerezo, V. (2005). Propriété mécanique thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : Approche expérimentale et modélisation théorique. . Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- Chabriac, P.A., Gourdon, E., Gle, P., Fabbri, A., and Lenormand, H. (2016). Agricultural by-products for building insulation: Acoustical characterization and modeling to predict micro-structural parameters. *Construction and Building Materials* 112, 158–167.
- Chamoin, J. (2013). Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation. INSA de Rennes.
- Collet, F. (2004). Caractérisations hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux. INSA de Rennes.
- Construire en Chanvre (2012). Construire en chanvre : Règles professionnelles d'exécution.
- De Vries, D.A. (1958). Simultaneous transfer of heat and moisture in porous media. *Transaction of the American Geophysical Union* 39, 909–916.
- Dinh, T.M., Magniont, C., Coutand, M., and Escadeillas, G. (2015). Hemp concrete using innovative pozzolanic binder. In ICBBM, (Clermont-Ferrand, France), p.
- Elfordy, S., Lucas, F., Tancret, F., Scudeller, Y., and Goudet, L. (2008). Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete ("hemcrete") manufactured by a projection process. *Construction and Building Materials* 22, 2116–2123.
- Evrard, A. (2008). Transient hygrothermal behaviour of Lime-Hemp Materials. Université Catholique de Louvain - école polytechnique de Louvain.
- Flament, C. (2013). Valorisation des fines de lavage de granulats: application à la construction en terre crue. Artois.
- Garnier, C. (2010). Etude des impacts environnementaux d'un mur en béton de chanvre par l'analyse de son cycle de vie, rapport de stage de Master (LGCGM).
- LAARADH-MSALEM, M. (2015). Caractérisation thermique et hygrique de matériaux à base de terre (LGCGM - Université de Rennes 1).
- Labat, M., Magniont, C., Oudhof, N., and Aubert, J.-E. (2016). From the experimental characterization of the hygrothermal properties of straw-clay mixtures to the numerical assessment of their buffering potential. *Building and Environment* 97, 69–81.

- Latif, E., Lawrence, M., Shea, A., and Walker, P. (2015). Moisture buffer potential of experimental wall assemblies incorporating formulated hemp-lime. *Building and Environment* 93, 199–209.
- Lecompte, T., Levasseur, A., and Maxime, D. (2017). Lime and hemp concrete LCA : a dynamic approach of GHG emission and capture. (Clermont-Ferrand, France), pp. 513–521.
- Ledhem, A., Dheilly, R.M., Benmalek, M.L., and Quéneudec, M. (2000). Properties of wood-based composites formulated with aggregate industry waste. *Construction and Building Materials* 14, 341–350.
- Magniont, C. (2010). Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources. Université Toulouse III, Paul Sabatier.
- Magniont, C., Escadeillas, G., Coutand, M., and Oms-Multon, C. (2012). Use of plant aggregates in building ecomaterials. *European Journal of Environmental and Civil Engineering* 16, s17–s33.
- Mazhoud, B. (2017a). Elaboration et caractérisation mécanique, thermique et hygrique de composites biosourcés à base d'argile. In *Rencontres Universitaires de Génie Civil - Prix Jeunes Chercheurs René Houpert*, (Nantes, France), p.
- Mazhoud, B. (2017b). Elaboration et caractérisation mécanique, hygrique et thermique de composites biosourcés. INSA de Rennes.
- Mounanga, P., Poullain, P., Bastian, G., and Glouannec, P. (2009). Influence de la composition et du mode de mise en oeuvre sur le développement des propriétés mécaniques du béton de chanvre. (Saint Malo, France), p.
- Nguyen, T.T. (2010). Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre. Université de Bretagne Sud.
- Nguyen, T.T., Picandet, V., Amziane, S., and Baley, C. (2009). Etude de la formulation des bétons de chanvre pour la confection d'éléments préfabriqués par compactage. (Saint Malo), p.
- Niyigena, C. (2016). Variabilité des performances de bétons de chanvre en fonction des caractéristiques de la chènevotte produite en Auvergne. phdthesis. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II.
- Nozahic, V. (2012). 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. Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II.
- Nozahic, V., Amziane, S., Torrent, G., Saïdi, K., and De Baynast, H. (2012). Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice–lime binder. *Cement and Concrete Composites* 34, 231–241.
- Peuhkuri, R., and Rode, C. (2005). Using dynamic moisture loading tests for determination of moisture buffer value. International Report A41-T2-Dk-05-1, IEA-Annex 41.
- Rahim, M., Douzane, O., Tran Le, A.D., Promis, G., Laidoudi, B., Crigny, A., Dupre, B., and Langlet, T. (2015). Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity. *Energy and Buildings* 88, 91–99.
- Rahim, M., Douzane, O., Tran Le, A.D., Promis, G., and Langlet, T. (2016). Characterization and comparison of hygric properties of rape straw concrete and hemp concrete. *Construction and Building Materials* 102, 679–687.

- Rode, C., Peuhkuri, R.H., Mortensen, L.H., Hansen, K.K., Time, B., Gustavsen, A., Ojanen, T., Ahonen, J., Svennberg, K., and Arfvidsson, J. (2005). Moisture buffering of building materials - BYG-DTU R-126.
- Rode, C., Peuhkuri, R., Hansen, K.K., and Time, B. (2007). Moisture Buffer Value of Materials in Buildings. *Journal of ASTM International* 4, 1–12.
- Roels, S., Talukdar, P., James, C., and Simonson, C.J. (2010). Reliability of material data measurements for hygroscopic buffering. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 53, 5355–5363.
- Samri, D. (2008). Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction. Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, Lyon.
- Seng, B., Magniont, C., Spagnol, S., and Lorente, S. (2017). Assessment of a precast hemp concrete hydrothermal properties. In 2nd International Conference on Bio-Based Building Materials & 1st Conference on ECOlogical Valorisation of GRAnular and Flbrous Materials, (Clermont-Ferrand, France), p.
- Taoukil, D., El bouardi, A., Sick, F., Mimet, A., Ezbakhe, H., and Ajzoul, T. (2013). Moisture content influence on the thermal conductivity and diffusivity of wood–concrete composite. *Construction and Building Materials* 48, 104–115.
- Tran Le, A.D. (2010). Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment (sous titre: simulation numérique et approche expérimentale). phdthesis. Université de Reims - Champagne Ardenne.
- Tran Le, A.D., and Mai, T.H. (2010). Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment (Reims, France: S.C.D. de l'Université).
- Walker, R., and Pavía, S. (2014). Moisture transfer and thermal properties of hemp–lime concretes. *Construction and Building Materials* 64, 270–276.

Annexes

Annexe 1 : [A16] S. Amziane, F. Collet, M. Lawrence, C. Magniont, V. Picandet, M. Sonebi, Recommendation of the RILEM TC 236-BBM: characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity, *Materials and Structures*. 50 (2017). doi:DOI 10.1617/s11527-017-1029-3.

Annexe 2 : [C31] M. Viel, F. Collet, et C. Lanos, « Chemical and hygrothermal characterization of agro-resources' by products as a possible raw building material », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017, p. 620-628.

Annexe 3 : [A2] F. Collet, M. Bart, L. Serres, J. Miriel, Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials, *Construction and Building Materials*. 22 (2008) 1271-1280. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.01.018.

Annexe 4 : [A8] F. Collet, J. Chamoin, S. Prétot, C. Lanos, Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes, *Energy and Buildings*. 62 (2013) 294-303. doi:10.1016/j.enbuild.2013.03.010.

Annexe 5 : [A9] F. Collet, S. Prétot, Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content, *Construction and Building Materials*. 65 (2014) 612-619. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039.

Annexe 6 : [A14] B. Mazhoud, F. Collet, S. Prétot, C. Lanos, Development and hygric and thermal characterization of hemp-clay composite, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*. (2017) 1-11. doi:http://dx.doi.org/10.1080/19648189.2017.1327894.

Annexe 7 : [C32] M. Viel, F. Collet, et C. Lanos, « Thermal insulation materials from renewable resources: Thermal and hygric performances », 2nd International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, 2017.

Annexe 8 : [A11] F. Collet, S. Prétot, Experimental highlight of hygrothermal phenomena in hemp concrete wall, *Building and Environment*. 82 (2014) 459-466. doi:10.1016/j.buildenv.2014.09.018.

Annexe 9 : [A17] B. Mazhoud, F. Collet, S. Pretot, C. Lanos, Mechanical properties of hemp-clay and hemp stabilized clay composites, *Construction and Building Materials*. 155 (2017) 1126-1137. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.08.121.

Recommendation of the RILEM TC 236-BBM: characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity

Sofiane Amziane  · Florence Collet · Mike Lawrence ·
Camille Magniont · Vincent Picandet · Mohammed Sonebi

Received: 13 November 2016 / Accepted: 28 March 2017
© RILEM 2017

Abstract This recommendation is the outcome of research conducted by a working group within the RILEM Technical Committee 236-BBM ‘Bio-aggregate-based building Materials’. The work of the group related to the study of construction materials made from plant particles. The major raw material utilised being renewable, recyclable and easily available plant particles. These particles are obtained from the

processing of hemp, flax, miscanthus, pine, maize, sunflower, bamboo and other plants. In this report, the outcome of the Round Robin Testing is centred on hemp because hemp shiv is the bio-aggregate that is the most widely used in building materials and the most studied in the literature. The first round robin test of the TC-BBM published in the State of The Art Report of Technical Committee 236-BBM ‘Bio-aggregate-based building Materials’ was carried out

This recommendation was prepared by a working group within RILEM TC-236 coming from eight laboratories: Institut Pascal (Clermont University), BRE Centre for Innovative Construction Materials (University of Bath), IRDL (Université de Bretagne Sud), DGCB (ENTPE, Lyon), LGCGM (Rennes 1), LMDC (Université de Toulouse/UPS/INSA), Combloux-Agro ressource (Université de Liège). The draft was approved by the all TC members of RILEM TC 236-BBM (See the list below). The contributions by the other contributors (cited below), to the work of the TC are gratefully acknowledged.

TC 236 BBM Members:

Chairman: Sofiane AMZIANE, Institut Pascal, Clermont Université, France.

Secretary: Florence COLLET, Université de Rennes 1, LGCGM, France.

TC Members: Laurent ARNAUD, Ecole Nationale Supérieure d’Arts et Métiers, ENSAM Cluny, France. Laëtitia BESSETTE, Centre Technique Louis VICAT, L’Isle d’Abeau, France. Paulien De Bruijn, Lund University, Faculty of Engineering (LTH), Dept of Building Materials, Lund, Sweden. Gilles ESCADEILLAS, Université de Toulouse, UPS, INSA, LMDC, France. Etienne GOURLAY, CETE de l’Est - Laboratoire Régional de Strasbourg, France. Christophe LANOS, Université de Rennes 1, LGCGM, France. Mike

LAWRENCE, University of Bath, BRE Centre for Innovative Construction Materials, UK. Camille MAGNIONT, Université de Toulouse, UPS, INSA, LMDC, France. Sandrine MARCEAU, Université Paris-Est, IFSTTAR, France. Sara PAVÍA, Department of Civil Engineering, Trinity College, Ireland. Ulrike PETER, Lhoist, Lhoist Recherche et Développement S.A., Belgium. Vincent PICANDET, IRDL, Université de Bretagne Sud, France. Mohammed SONEBI, School of Natural and Built Environment, Queen’s University Belfast, UK. Pete WALKER, University of Bath, BRE Centre for Innovative Construction Materials, UK.

Other contributors: Thibaut COLINART, IRDL, Université de Bretagne Sud, France. Guillaume DELANNOY, Université Paris-Est, IFSTTAR, France. Yunhong JIANG, University of Bath, BRE Centre for Innovative Construction Materials, UK. César NIYIGENA, Institut Pascal, Clermont Université, France. Vincent NOZAHIC, Institut Pascal, Clermont Université, France. Sylvie PRETOT, Université de Rennes 1, LGCGM, France. Pierre TRONET, IRDL, Université de Bretagne Sud, France. Samuel DUBOIS, Université de Liège (Ulg), Gembloux Agro-Bio Tech, Belgique. Harald Garecht, Universität Stuttgart, Institut für Werkstoffe im Bauwesen (IWB), Stuttgart, Deutschland. André Klatt, Universität Stuttgart, Institut für Werkstoffe im Bauwesen (IWB), Stuttgart, Deutschland.

to compare the protocols in use by the different laboratories (labs) to measure initial water content, bulk density, water absorption, particle grading and thermal conductivity. The aim was to define a standardised characterisation protocol developed from those used by the different labs. The different methodologies used by 7 labs constitute a set of statistically representative data which have been analysed to develop this recommendation for the characterisation of hemp shiv.

Keywords Hemp shiv · Initial water content · Water absorption · Dry density · Particle size distribution · Thermal conductivity

1 Scope

These RILEM Technical Recommendations aim to give a description of methods to measure initial water content, bulk density, water absorption, particle size grading and thermal conductivity of bio-aggregate. The characterisation protocol has been derived from those used by the different participating labs of the TC 236-BBM [1–3]. This recommendation is based on the first Round Robin Test, which was carried out on one variety of hemp shiv [1–3]. These testing procedures may also be applied to other plant aggregates obtained from the processing of flax, miscanthus, pine, maize,

sunflower, bamboo, coconut, rice husk, typha, date palm and other plant aggregates.

2 Significance and use

This recommendation focuses on bio-based aggregates produced from the stem of plants cultivated either for their fibres (hemp, flax, straw, coconut, etc.) or for their seeds (oleaginous flax, sunflower, etc.) [4–6]. The nature of the structure of the stem of plants such as hemp produce aggregate (shiv) which is generally malleable, elongated and highly porous with a low apparent density [4–6]. They are very different from the traditional aggregates typically used in the production of concrete, for which there exist standards and techniques to be used for the characterisation. Amongst these bio-based aggregates, hemp shiv (the woody core of the stem of the hemp plant) is probably the most widely used as alternative or eco-friendly building material in Europe and is also representative of most of the aggregate made from the stem because hemp is an annual plant (around 4 months for harvesting) requiring no herbicides and no pesticides in growth [4–6]. This is usually mixed with a lime-based binder to produce bio-based building materials which is known as hemp concrete. These bio-aggregate based concretes with lime-based binders are mainly used in construction for roof insulation, filling of self-bearing structure, realisation of insulating screeds and decorative [4–6].

Hemp shiv aggregates derive from the inner part of the fragmented stalk of the hemp plant, as a co-product of the mechanical defibering process (shiv represents around 40–60% by mass) [6]. Hemp shiv aggregates can have different origins, can be grown under different climatic conditions, be harvested at different stages and using different harvesting methods so their microstructure can differ considerably. Historically, hemp shiv aggregates were a by-product of the hemp fibre industry [4–6]. In the recent years, hemp shiv aggregates have predominantly been used as aggregates to make hemp concrete, and the price of mineral aggregates is steadily increasing as resources become less readily available. The characterisation of these aggregates, however, which is crucial to a proper understanding of the quality of the materials in which they are incorporated, requires adaptations to be made to the tests and techniques usually employed for

S. Amziane (✉)
CNRS, Institut Pascal, UMR 6602, Université Clermont
Auvergne, Clermont-Ferrand, France
e-mail: sofiane.amziane@uca.fr

F. Collet
LGCGM, Université Rennes 1, Rennes, France

M. Lawrence
BRE Centre for Innovative Construction Materials,
University of Bath, Bath, UK

C. Magniont
Université de Toulouse, UPS, INSA, LMDC, Toulouse,
France

V. Picandet
IRDIL, Université de Bretagne Sud, 56100 Lorient, France

M. Sonebi
School of Natural and Built Environment, Queens
University of Belfast, Belfast, UK



mineral aggregates, or developing new characterisation procedures for this kind of plant aggregate.

The first round robin test of the RILEM TC-BBM-236 was carried out to compare the protocols to be used by different laboratories. The aim was to define a test method to measure the initial water content and water absorption of bio-aggregates. This first round robin test was carried out with one variety of hemp shiv coming from the same production of a processing factory located in France. Seven laboratories conducted the measurements of water absorption.

Similar to other lignocellulosic materials, hemp shiv is known to present a highly hygroscopic behaviour. The water content of hemp shiv will then be largely influenced by relative humidity of air at the time of bagging or mixing. This property needs to be assessed as it can strongly influence the mix proportioning of hemp-lime and consequently the properties of hardened hemp-lime.

The woody part occupies a largest quantity of hemp stem. Hemp shiv is extracted from this woody part after extraction of hemp fibres. Hemp shiv is a highly porous material which has therefore an excellent capacity to absorb and retain water. Microscopic investigation shows that shiv possesses capillaries of different diameters which are oriented longitudinally. These capillaries are empty in a dry state and the diameters of capillaries range from 10 to 50 μm [4–6]. Their complex architecture and microstructure is marked by a multi-scale porosity which exists in order to conduct the necessary fluids for their development (sap and water). Even after cutting and being subjected to different production process, this porosity continues to function and is therefore the main route for absorption of water following the Laplace laws. This absorption occurs mainly through conducting vessels or tracheids before the water spreads to the rest of the cells by diffusion through the cell walls and fractures.

The bulk density of hemp shiv is linked to the porosity of the particles and to the inter-particular porosity. In this round robin test, bulk density of hemp shiv is measured in a cylindrical mould with a loose packing and without compaction. Four laboratories measured it with one mould and at one state (dry state or ambient relative humidity). The other laboratories studied the effect of the size of the mould on bulk

density measurement at 23 °C, and relative humidity (RH) at 50%RH and also the effect of relative humidity on the bulk density of hemp shiv.

3 Material and sampling procedure

When hemp shiv is placed in a container, vibrations induce a segregation of the particles. The finest particles generally move towards the bottom of the container. When shiv is removed piecemeal from a container in order to make a sample, the coarser particles are generally removed first, while the finest remain at the bottom of the container. If the container is made of plastic, this effect is magnified due to electrostatic forces which stick the finest particles to the walls of the container.

To prevent this kind of segregation of the particles when samples are taken, a quartering procedure should be applied (Fig. 1).

3.1 Equipment required

- Smooth flat plate.
- Container of 10 l.
- Sample splitter or spatula.
- Small scoop.

3.2 Size of sample

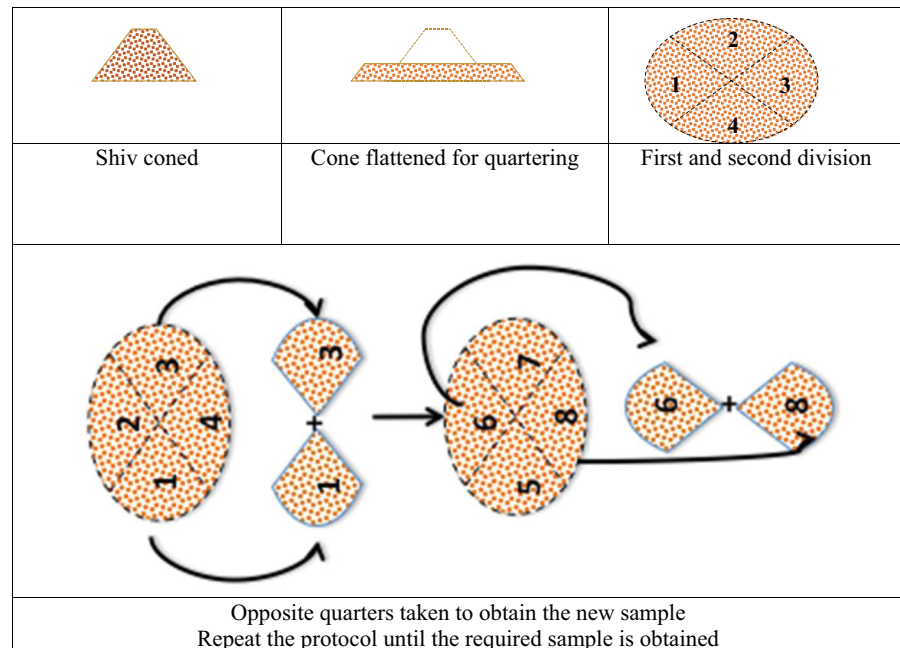
A sample of 10 l (around 1 kg) of hemp shiv is required for one test of sampling.

3.3 Operating instructions

1. Place all of the hemp shiv on flat and smooth surface (a smooth table for example). Homogenize the shiv (by mixing manually) and place the hemp shiv into a pile.
2. Quarter the pile vertically (divide it manually in two similar separate piles and repeat this procedure to the divided piles). Use a non-cutting blade or a long and straight spatula to separate the piles.
3. Repeat this procedure until you obtain a pile with required quantity to make sample.



Fig. 1 Sampling procedure for bio-aggregates. *Note* When this procedure is applied, you cannot obtain an exact given mass. Therefore only upper and lower limit of sample mass should be specified, especially for sampling aimed at the study of granular distribution or of water absorption



4 Testing methods

4.1 Precision

For this recommendation, the standard deviation is determined to be used to quantify the amount of variation or dispersion of a set of data values. The standard deviation of data set is the square root of its variance. For a finite set of data, the standard deviation is found by taking the square root of the average of the squared deviations of the values from their average value.

The coefficient of variation (COV) indicates the dispersion of the experimental results; it is calculated by the ratio between the standard deviation and the mean value, in (%).

4.2 Initial water content

The measurement of initial water content consists of weighing aggregates in their initial state and after drying [1].

4.2.1 Equipment required

- Balances or scales, accurate to $\pm 0.1\%$ of test portion mass.

- Small scoop.
- Moulds to take sample of hemp shiv aggregates.
- Ventilated oven, thermostatically controlled to maintain a temperature of $(60 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C})$, or other suitable equipment for drying the bio-aggregates, provided it does not cause any particle size breakdown.

4.2.2 Size of sample

A sample of 200 g of hemp shiv is required to determine the initial water content.

4.2.3 Operating instructions

1. After sampling (Fig. 1), weigh the initial mass of aggregates m_0 (g) ($m_0 > 50$ g).
2. Dry the material at a temperature between 50 and 60 $^\circ\text{C}$ until constant mass is reached (change in mass of the sample less than 0.1% over 24 h).
3. Weigh the dry mass of aggregates m_D (g).
4. Calculate the initial water content with Eq. 1.

$$W = \frac{m_0 - m_D}{m_D} \times 100 \quad (1)$$



where W is the water content [%], m_0 is the mass of the sample [g] and m_D is the mass of dry sample [g].

- Repeat the test 3 times (with 3 different samples of shiv).

4.2.4 Precision

If the coefficient of variation is less than 5%, the mean value is considered to be representative. If not, repeat the protocol again until the statistical test can be validated.

4.3 Water absorption

The measurement of water absorption consists in drying aggregates and then calculating their water content at a number of different immersion times [1].

4.3.1 Equipment required

- Balances or scales, accurate to $\pm 0.1\%$ of test portion mass.
- Synthetic or metallic permeable bag (with perforations around 1 mm^2).
- Common salad spinner.
- Ventilated oven, thermostatically controlled to maintain a temperature of $(60 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C})$, or other suitable equipment for drying the bio-aggregates, provided it does not cause any particle size breakdown.
- Water supply.

4.3.2 Size of sample

A sample of 1 kg a hemp shiv is required for one test of water absorption.

4.3.3 Operating instructions

The water absorption test is illustrated in Fig. 2. The operating instructions are:

- After sampling (Fig. 1), dry 200 g of shiv at $60 \text{ }^\circ\text{C}$ until the change in mass of the sample is less than 0.1% over 24 h.
- Put hemp shiv in a sealed bag or a sealed bucket until equilibrated with room temperature.
- Place a synthetic or metallic permeable bag (with perforations around 1 mm^2) in water and ensure a complete wetting.
- Place the bag in a “salad spinner” and turn the spinner 100 times at approximately 2 rotations per second.
- Tare the spun permeable bag and note the value in a data sheet.
- After Sampling (Fig. 1), weigh 25 g (M_0) of dry hemp shiv in the spun water permeable plastic or metallic bag.
- Immerse the shiv bag in water for a period of 1 min.
- Place the bag in a “salad spinner” and turn the spinner 100 times at approximately 2 rotations per second.
- Weight the spun shiv bag and note the value M (1 min).
- Repeat steps 6, 7 and 8 with the same sample at different immersion times: 15, 240 min (4 h) and 2880 min (48 h).

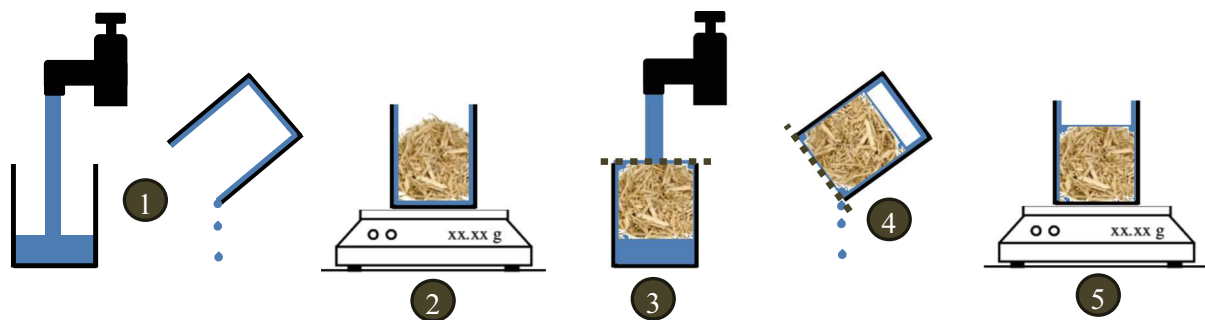


Fig. 2 Experimental protocol to measure the water absorption

11. Calculate, for each time, the value of absorption (water content) using Eq. 1, and calculate:
 - Initial rate of absorption (IRA) which corresponds to W (1 min).
 - K_I which correspond to the slope of the curve W (t) as a function of logarithmic time.
12. Repeat the test 3 times (with 3 different samples of shiv).

4.3.4 Precision

Considering the value of absorption for each time, if the coefficient of variation is less than 5%, the mean value is considered to be representative. If not, repeat the protocol again until the statistical test can be validated.

4.3.5 Report

The report should include:

- Identification of test sample.
- Date of test.
- Data related to the drying of the sample.
- Description of the protocol with description of the bag giving the size of the sample and its volume.
- picture of the salad spinner.
- bulk density of shiv in a dry state and the bulk density of the sample used for the measurement of water absorption.
- value of water absorption obtained for each measurement (1, 15 min, 4, 48 h).
- diagram: time (log)/water absorption in [%].
- Initial rate of absorption (IRA) which corresponds to W (1 min).
- K_I which correspond to the slope of the curve W (t) as a function of logarithmic time.
- average value, standard deviation and coefficient of variation between the 3 measurements.

4.4 Bulk density

The measurement of bulk density consists in weighing aggregate and measuring the corresponding volume with water [1].

4.4.1 Equipment required

- Balances or scales, accurate to $\pm 0.1\%$ of test portion mass.
- Small scoop.
- Cylindrical mould (glass or Plexiglas) 10 cm to 20 cm in diameter and at least twice the diameter in height to take sample of hemp shiv aggregates.
- Sealed bags.
- Cardboard disc.
- Ventilated oven, thermostatically controlled to maintain a temperature of $(60 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C})$, or other suitable equipment for drying the bio-aggregates, provided it does not cause any particle size breakdown.

4.4.2 Size of sample

After sampling (Fig. 1), the quantity of the material for one measurement should be adjusted to be half the volume of the cylindrical mould intended to be used to measure the bulk density.

4.4.3 Operating instructions

1. Dry the material at $60 \text{ }^\circ\text{C}$ until constant mass is reached (variation less than 0.1% between two readings at 24 h).
2. Place hemp shiv in a sealed bag or a sealed bucket until equilibrated with room temperature.
3. Weigh the empty cylindrical mould.
4. Put the dried material in the dry cylindrical mould. The quantity of the material should be adjusted to be half the volume of the cylinder.
5. Upend the cylinder ten times.
6. Shake to obtain a horizontal surface.
7. Place a cardboard disc on the surface of the shiv and mark the level on the cylinder.
8. Remove the shiv from the cylinder.
9. Fill the cylinder with water to the level of the mark.
10. Weigh the cylinder and calculate the volume of water.
11. Calculate the bulk density of the shiv. The bulk density of aggregate is calculated from



the mass and the volume of the sample according Eq. 2:

$$\rho = \frac{M}{V} \quad (2)$$

where ρ is the bulk density [kg/m^3], M is the mass [kg] and V is the volume [m^3] of the sample.

12. Repeat the test 3 times (with 3 different samples of shiv).

4.4.4 Precision

If the coefficient of variation is less than 5%, the mean value is considered to be representative. If not, repeat the protocol again until the statistical test can be validated.

4.4.5 Report

The report should include:

- Identification of test sample.- date of test.
- Data related to the drying of the sample.
- Description of the protocol precisising the size and the mass of the cylindrical mould.
- For each measurement: the mass of the sample, the mass of filling water, the calculated volume and the calculated bulk density.
- Average value, standard deviation and coefficient of variation between measurements.

4.5 Particle size distribution

The particle size distribution of bio-aggregate may be studied from sieving method and/or from image analysis [2].

4.5.1 Sieving methods

The test consists of dividing and separating a material into several particle size classifications of decreasing sizes by means of a series of sieves. The aperture sizes and the number of sieves are selected in accordance with the nature of the sample and the accuracy required.

4.5.1.1 Equipment required All sieving apparatus shall conform to the general requirements of EN 932-5 [7]. The equipment required is:

- Test sieves, with apertures shall be in accordance with EN 933-2 [8].
- Tightly fitting pan and lid, for the sieves.
- Ventilated oven, thermostatically controlled to maintain a temperature of $(60 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C})$, or other suitable equipment for drying the bio-aggregates, provided it does not cause any particle size breakdown.
- Balance or scales, accurate to $\pm 0.1\%$ of test portion mass.
- Trays, brushes.
- Sieving machine (optional).

4.5.1.2 Size of sample After sampling (Fig. 1), a sample of 0.25 kg a hemp shiv is required for sieving method.

4.5.1.3 Operating instructions The test should be done laboratory at control temperature $21 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

1. Dry the material at $60 \text{ }^\circ\text{C}$ until constant mass is reached (variation less than 0.1% between two weightings at 24 h). A slight increase of sample mass during the test due may occur due to adsorption of humidity from the air. This increase will be a function of the test duration and the ambient relative humidity. To avoid this drawback, sieved fractions should be weighed with a very short time lapse after the sieving process. Other tests could also be done at moisture equilibrium with the ambient conditions.
2. The mass of sample used should be $100 \pm 20 \text{ g}$ of the in case of 300 or 315 mm diameter sieves and $45 \pm 10 \text{ g}$ in case of 200 or 203 mm diameter sieves.
3. Spread out the shiv over the first sieve. The operating time should be about 30 min with 6–7 sieves maximum.
4. Weigh each sieve before and after sieving. The difference with initial empty sieve will give the corresponding retained fraction. Check if the sum



of the retained masses corresponds to the initial input mass of material.

The nominal aperture of the last sieve should be set at 0.5 mm to evaluate the dust content.

The aperture ranging should be adjusted according to the sizes of the aggregate being studied.

4.5.2 Image analysis method

4.5.2.1 Equipment required

- Ventilated oven, thermostatically controlled to maintain a temperature of $(60 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C})$, or other suitable equipment for drying the bio-aggregates, if it does not cause any particle size breakdown.
- Balance or scales, accurate to $\pm 0.1\%$ of test portion mass.
- Scanner.
- Computer.
- Software ImageJ or similar.

4.5.2.2 Size of sample After Sampling (Fig. 1), a sample of 3–6 g of hemp shiv is required for sieving method.

4.5.2.3 Operating instructions

1. Sample of 3–6 g should be studied in order they include at least 2000 identified particles that cover more than 100 pixels (i.e.: with an area greater than 0.18 mm^2 at 600 dpi resolution).
2. A commonly available flatbed scanner can be used (it is cheap and convenient). It avoids image distortion and ensures repetitive calibration. 8-bit gray scale image with 600 dpi (dot per inch) definition appears to be a good compromise.
3. Use a dark background in order to obtain the maximum contrast. Particles can be laid and stuck on a black sheet using a glue spray, or directly laid on the glass of scanner. Spread the particles in a manner that they do not touch or overlap one another.
4. Use ImageJ (or equivalent software) to analyse the images. (NB guidelines and user manual are available online).
 - Setting the appropriate threshold is a crucial step that needs to be adjusted to obtain the most representative binary image, i.e. the

binary image should match the original image of real particles as closely as possible.

5. Save the results file and provide the following information:
 - Accurate mass of the sample analysed (at moisture equilibrium with ambient conditions).
 - Method used to obtain the pictures and resolution of images.

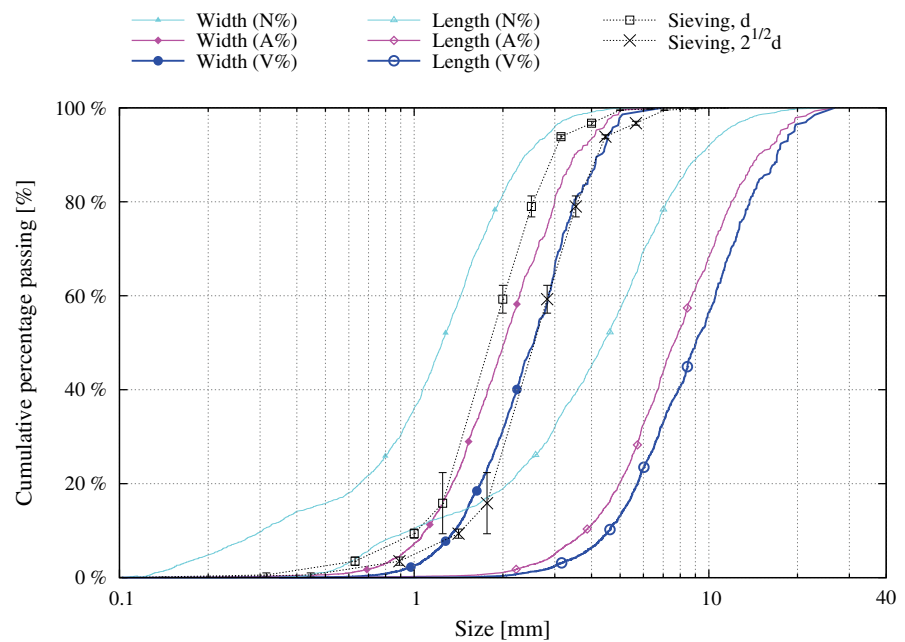
4.5.3 Report

The report should include:

- Identification of test sample.
- Total number of identified particles.
- Chosen scale (i.e. size of pixel) and at least the following information for each identified particle: projected area and perimeter; length of major and minor axis of fitted ellipse and/or the Feret diameters (min. and max. calliper).
- Shape parameters such as the solidity ratio are useful to detect the non-convex particle portion that may induce bias in width estimation [2].
- Optionally, circularity or roundness parameters can be used to make more detailed analysis.
- Sieving results are usually based on size gradation, i.e. on cumulative percentage passing by weight. But such graphical representation of PSD obtained by image analysis should consider similar distribution for both length and width of particles, which can depart strongly since particle can be significantly elongated. Since weight distribution cannot be directly assessed with 2D image analysis, many ways can be used to plot the results of image analysis in order to relevantly compare the size distributions.
 1. Frequency distribution, denoted as $N\%$ in Fig. 3, is very sensitive to size of the smallest particle. It is inappropriate in case of shiv as in most of cases dealing with natural granular material, i.e. when the range of size is wide and the smallest particles are numerous [2, 4].
 2. Area based distribution, denoted as $A\%$ in Fig. 3, can be directly assessed from the data results. Considering 2D image analysis, it is probably the best method to characterize the PSD even the results cannot be directly



Fig. 3 Plotting of cumulative distributions of lengths and widths deduced from 2600 analysed hemp shiv particles and comparison with results obtained from mechanical sieving with corresponding error bars, according to the square aperture of sieve, d , and to the diagonal of the square aperture ($2^{1/2} d$)



compared to those obtained with mechanical sieving [2].

3. Volume fraction distribution, denoted as V% in Fig. 3, can be approached if the relationship between length, or width, and thickness of particles is known. Basically, a constant ratio between these dimensions can be assumed, leading to consider particles with homothetic shape [4]. In such a case, if the density of particles is assumed independent of the size, the volume distribution can be relevantly compared to the weight distribution obtained by mechanical sieving. For instance, the “volume” gradation of widths of hemp shiv corroborates the sieving “mass” gradation considering the size of the diagonal square aperture ($2^{1/2} d$) [4]. Moreover, knowing the mass and the density of the whole analysed particles, the mean flatness of particles can be estimated by such method [1].
- In case of shiv coming from a comminution process, the gradation of particle size, as shown in Fig. 3, usually shows uni-modal distributions for both particle width and length. The log-normal distribution models provide adequate and robust fits. As a consequence, the weighted geometric mean, X_{gm} , and its associated standard deviation,

σ_{gm} , directly computed from data results, appear to be relevant parameters to characterise the considered size distribution [2].

4.6 Thermal conductivity

The thermal conductivity can be measured in dry state or in a humid state [3].

For dry state, either hot plate or hot wire can be used to measure thermal conductivity. For humid state, hot wire is better. The hot plate induces moisture migration altering the repeatability of the measure.

4.6.1 Equipment description

For sample conditioning, the optimal method consists in the use of a container of known volume to control density during measurement (Fig. 4). An overall view of the thermal conductivity equipment is shown in Fig. 4.

4.6.2 Size of the sample

One single thermal conductivity test of hemp shiv requires a minimum volume of approximately 2 l (around 200 g).





Fig. 4 Examples of devices to control density during measurement (left: guarded hot plate, right: hot wire)

4.6.3 Operating instructions

1. Dry the material at 60 °C until constant mass is reached (variation lower than 0.1% between two weightings at 24 h).
2. Put the hemp shiv in a sealed bag or a sealed bucket until equilibrated with room temperature.

(A) Hot plate method

3. To measure thermal conductivity with hot plate, the minimum thickness is 4.5 cm and the minimum lateral length is twice the thickness.
4. The bulk density must be measured: hemp shiv is placed in a known volume. Hemp shiv is weighed before and after the measurement.
5. The measurement is held once a steady state is considered to be reached (when the change in conductivity is less than 1% in 60 min).
6. The gradient of temperature should be given.
7. Repeat the test 3 times (with 3 different samples of shiv).

(B) Hot wire

3. Hemp shiv particles are placed in a container to measure bulk density.
4. The power of hot wire should be between 0.1 and 0.2 W. The duration of the measurement should be between 60 and 120 s.
5. Repeat the test 5 times (with 5 different samples of shiv).

4.6.4 Precision

If the coefficient of variation is less than 5%, the mean value is considered to be representative. If not, repeat the protocol again until the statistical test can be validated.

4.6.5 Report

The report should include:

- Identification of test sample.
- Data related to the drying of the sample.
- Description of the protocol with parameters:
 1. for hot plate: temperature gradient and duration of the test.
 2. for hot wire: heating power and duration of the measurement.
- Description of the device giving the size of the sample and its volume.
- Bulk density of shiv in a dry state and the bulk density of the sample used for the measurement of thermal conductivity.
- Mass of shiv before and after measurement of thermal conductivity.
- Value of thermal conductivity obtained for each measurement.
 1. with temperature gradient and correlation coefficient for hot plate.
 2. with temperature increase and correlation coefficient for hot wire.
- Average value, standard deviation and coefficient of variation between measurements.

Compliance with ethical standards

Conflict of interest The authors declare that they have no conflict of interest.

References

1. Amziane S, Collet F, Lawrence M, Magnion C, Picandet V (2017) Round robin test for hemp shiv characterisation: part 1 Evaluation of initial water content and water absorption. In: Amziane S, Collet F (eds) Bio-aggregates based building materials: state of the art report of 236 TC bio based building materials. Springer. doi:[10.1007/978-94-024-1031-0](https://doi.org/10.1007/978-94-024-1031-0)
2. Amziane S, Collet F, Lawrence M, Magnion C, Picandet V (2017) Round robin test for hemp shiv characterisation: part 2 Bulk density and particle size distribution. In: Amziane S, Collet F (eds) Bio-aggregates based building materials: state of the art report of 236 TC bio based building materials. Springer. doi:[10.1007/978-94-024-1031-0](https://doi.org/10.1007/978-94-024-1031-0)
3. Amziane S, Collet F, Lawrence M, Magnion C, Picandet V (2017) Round robin test for hemp shiv characterisation: part 3 Thermal conductivity. In: Amziane S, Collet F (eds) Bio-aggregates based building materials: state of the art report of 236 TC bio based building materials. Springer. doi:[10.1007/978-94-024-1031-0](https://doi.org/10.1007/978-94-024-1031-0)
4. Amziane S, Arnaud L (2013) Bio-aggregate-based Building Materials: Applications to Hemp Concretes. Ed. Wiley-ISTE
5. Amziane S, Sonebi M (2016) Overview on Biobased Building Material made with plant aggregate. Rilem Tech Lett 1:31–38
6. Amziane S, Sonebi M (2014) In: Proceedings of the First International Conference on “Bio-Based Building Materials”, ICBBM-2-15, Proceedings PRO 99, Ed. Amziane, S., Sonebi, M., Clermont-Ferrand (France) RILEM Publications s.a.r.l., 746 p. e-ISBN: 978-2-35158-154-4
7. EN 932-5:2012—Tests for general properties of aggregates. Common equipment and calibration
8. EN 933-2:1996, Tests for geometrical properties of aggregates. Determination of particle size distribution. Test sieves, nominal size of apertures





CHEMICAL AND HYGROTHERMAL CHARACTERIZATION OF AGRO-RESOURCES' BY-PRODUCT AS A POSSIBLE RAW BUILDING MATERIAL

M. Viel*, F. Collet, C. Lanos

Université Rennes 1, Laboratoire Génie Civil et Génie Mécanique, BP 90422, Rennes, France

* Corresponding author: marie.viel@univ-rennes1.fr

Abstract

The ISOBIO project proposes an innovative strategy to bring bio-based construction materials into the mainstream. A key innovation consists of the use of bio-based aggregates from a local culture, with green binders for the production of ecofriendly composites. This work aims to combine existing technologies in order to develop bio-based panels with high insulating properties, low embodied energy, low embodied carbon and hydrothermally efficient.

This study aims to value the agro-resources by-products from flax, hemp, corn, rape and wheat, provided by one of the project partner, for find out new alternative materials that respond to sustainable development criteria.

In the present work, the chemical characterization of agro-resources's by-product are studied by Van soest method and Phenol sulfuric method to determine the content of cellulose, hemicellulose, lignin and polysaccharides. Measurement of thermal conductivity and Moisture Buffer Value are also achieved in these raw materials to determine their hygrothermal properties at bulk density. Thermal Conductivity and MBV evolve according to the density whatever the agro- resources type. All these materials have different properties but they are all excellent hygric regulators. These results suggest that agro-resources's by-product may be used as a raw building material but not for the same types of use. In fact, some raw materials would be more suitable for thermal insulating products and others would be better suited to indoor facing panels.

Keywords:

Sustainable building materials, Hemp shiv, Flax shiv, Rape straw, Wheat straw, Corn cob, Van soest method, Phenol sulfuric method, Moisture Buffer Value, Thermal conductivity

1 INTRODUCTION

In recent years, the quantity of agricultural waste has been rising rapidly all over the world and will continue to increase rapidly. More, several studies, which estimate the availability of crop residues in 2020 or 2030 in Europe, have been produced. Thus, all these studies show that the availability of crop residues will continue to increases more and more quickly [Searle 2013].

As a result, the environmental problems and negative impacts of agricultural waste draw more and more attention. Therefore, there is a need to adopt proper approaches to reduce and reuse agricultural waste. The agricultural residues mainly consist of different straws, such as wheat or maize. A wide range of agricultural waste could potentially be used to produce biomaterials, aiming at the valorization of the whole biomass and basing on a zero-waste concept, such as biofuels, food and feed ingredients, chemicals and buildings materials [Fava 2015; Hameed 2014].

Recently, the Isobio project was initiated. This project, supported by the European Union Horizon 2020 program, proposes an innovative strategy to bring bio-based construction materials into the mainstream. A key

innovation consists in using bio-based aggregates from a local culture with green binders to produce ecofriendly composites. This work aims to combine existing technologies in order to develop bio-based panels with low embodied energy, low embodied carbon and high hygrothermal efficiency.

This study aims to value five agro-resources' by-products from flax, hemp, corn, rape and wheat, produced in France, to find out new alternative materials that meet the sustainable development criteria. In this work, the chemical and physical properties of these agricultural by-products, are measured and compared. Composition is studied by Van soest method and Phenol sulfuric method to determine the content of cellulose, hemicellulose, lignin and pectin. Thermal conductivity and moisture buffer value are investigated. Finally, the conclusions are drawn and the potential uses of the agro-resources' by-product in building materials are highlighted.

2 MATERIALS AND METHODS

2.1 Materials

This study is performed on five kinds of raw materials with different particle size distributions, collected and processed

by CAVAC Company (Vendée, France) in 2015. The bio-based aggregates are obtained through an industrial defibering process by mechanical breaking. In fact, to separate the shiv from the fibre, straw bales are opened, crushed with a hammer mill and sorted into three different categories: fines, fibres and shiv, during the separation process. Only hemp and flax can be changed in fines and fibres. The fines are vacuumed in several process steps. Finally, the shiv are calibrated with different sieving grids (n°7, n°8, n°12 and n°14) using a grader. The uncalibrated shiv go back to hammer mill step (Fig. 1).

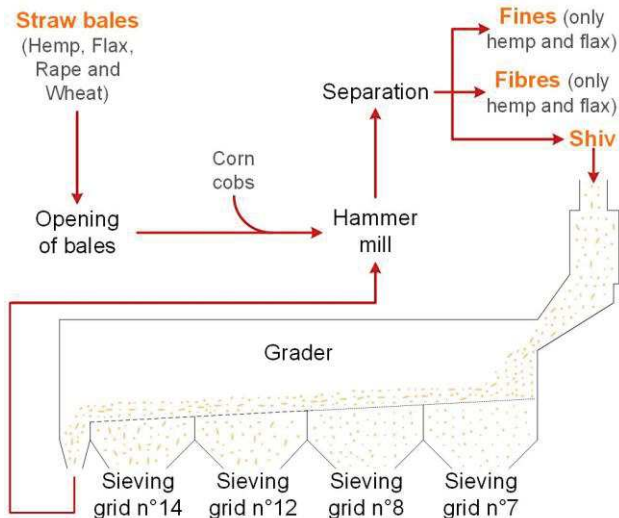


Fig. 1: Bio-based aggregates processing flow-chart

The 17 selected bio-aggregates are the following (G=grid diameter used to grade the aggregates, Fig. 2):

- Hemp shiv (*Cannabis sativa L., Futura 75*): G7, G8, G14 and fines
- Flax shiv (*Linum Usitatissimum L., Angora*): G7, G8, G12, G14 and fines
- Rape straw: G7, G8 and G14
- Wheat straw: G7, G8, G12 and G14
- Corn cobs

The species and variety of rape, wheat and corn are unknown because they are cultivated for their seeds.

Therefore, straws or cobs, which are by-products, are mixed without distinctions between variety or species before being sold by the trading. These raw materials are grown in Vendée (France).

Different physical characterization were performed in laboratories as bulk density or particle size distribution. Tab. 1 and Tab. 2 summarize the bulk density, the particle size distribution analysis, the dust content and the fiber content.

Bulk density was measured at dry state following the recommendations of the Rilem TC BBM [Amziane 2017]. The bulk density of all tested aggregates ranging from 29 to 373 kg/m³ logically decreases when the size of aggregate increases.

The particle size distributions lead to the evaluation of complementary particle geometrical parameters: width and length of particles, elongation, dust content and fibre content. Size distribution was determined by image analysis of scanned samples (based on the recommendations of the Rilem TC BBM, [Amziane 2017]) or by laser granulometry (using the Malvern Mastersizer 2000 apparatus with the Scirocco 2000 dry dispersion unit). Globally, the particle size (width and length) increases with the grader grid number. The dust content ranges from 0 % for corn cob to 1.17% for G7 wheat straw. Only hemp and flax include fibres. Conversely to dust content, the biggest the shiv is, the highest the fibre content is (except for G14 hemp shiv).

Tab. 1 : Bulk density at dry state and particle size distribution of fines (hemp and flax)

Raw materials		Hemp fines	Flax fines
Bulk density at dry state (kg/m ³)	Av.	133.21	140.30
	σ	4.24	3.26
	CoV	3.19%	2.32%
r_{10} (laser)		0.100	0.112
r_{50} (laser)		0.502	0.564
r_{90} (laser)		1.262	1.125

2.2 Methods for chemical characterization

Van Soest Method

The Van Soest method consists in successive extractions to determine the composition of a vegetal sample (Fig. 3).

The raw materials are crushed and sieved through a 1mm mesh. Then, 800 mg of sample are collected and



Fig. 2 : Photos of agro-resources' by-product

Tab. 2: Bulk density at dry state and particle size distributions of hemp shiv, flax shiv, rape straw, wheat straw and corn cob

Raw materials	Hemp shiv				Flax shiv				Rape straw			Wheat straw				Corn Cob
	G7	G8	G14	G7	G8	G12	G14	G7	G8	G14	G7	G8	G12	G14		
Bulk density at dry state (kg/m ³)	Av.	104.01	87.89	96.65	111.28	129.91	93.69	90.72	88.06	78.71	73.20	53.89	49.70	29.69	31.20	372.75
	σ	1.44	0.62	2.70	3.49	3.05	1.48	1.61	1.05	2.13	0.93	0.51	2.35	1.20	1.18	3.66
	CoV	1.38%	0.71%	2.79%	3.14%	2.35%	1.58%	1.77%	1.19%	2.71%	1.28%	0.95%	4.73%	4.04%	3.79%	0.98%
w₁₀ (mm)	1.051	1.257	2.353	0.842	0.898	0.939	0.864	1.050	1.278	1.780	0.848	0.866	1.381	1.239	2.249	
w₅₀ (mm)	2.105	2.319	4.215	1.402	1.480	1.509	1.485	1.967	2.159	3.079	1.700	1.721	2.360	2.169	3.784	
w₉₀ (mm)	3.761	4.042	6.275	1.987	2.090	2.257	2.275	3.186	3.389	5.550	2.977	3.005	3.921	3.703	4.765	
L₁₀ (mm)	3.238	3.859	10.361	3.715	3.242	4.878	4.871	3.005	4.593	8.754	4.112	4.127	11.906	9.463	3.374	
L₅₀ (mm)	6.703	7.615	17.622	7.014	6.282	9.490	9.509	7.073	9.239	15.922	9.331	8.819	22.466	17.931	5.145	
L₉₀ (mm)	12.360	13.100	29.993	12.763	11.720	16.753	18.495	14.639	16.362	27.270	22.031	19.106	39.022	30.901	6.472	
ε₁₀	1.765	1.849	2.481	2.615	2.291	3.115	3.301	1.509	1.995	2.630	2.488	3.080	4.856	3.872	1.142	
ε₅₀	3.052	3.142	4.250	5.204	4.349	6.262	6.582	3.585	4.345	5.105	6.013	6.544	9.482	8.372	1.357	
ε₉₀	5.678	5.655	7.921	10.154	8.418	12.270	12.793	7.714	8.936	9.789	12.861	12.920	17.845	15.535	1.756	
Dust content	0.80%	0.65%	0.04%	0.46%	0.74%	0.25%	0.21%	0.31%	0.14%	0.02%	1.17%	1.03%	0.05%	0.06%	0.00%	
Fibre content	5.01%	6.51%	2.31%	4.64%	1.66%	5.37%	8.09%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	0.00%	

introduced in porous bag. The first extraction is realized with NDF (Neutral Detergent Fiber) solution, in the ANKOM 2000 Automated Fiber Analyzer at 100°C during 1 hour, to remove soluble cell contents like fat, wax, pectin, proteins and polysaccharides. The remaining fraction contains cellulose, hemicellulose, lignin, and minerals. ADF (Acid Detergent Fiber) solution is used for the second extraction which lasts 1 hour at 100°C, to remove hemicellulose. The remaining fraction contains cellulose, lignin, and minerals. The last extraction is realized with ADL (Acid Detergent Lignin) solution which is 72% sulfuric acid, in Daisy incubator (Ankom) during 4 hours. During this last extraction, cellulose is shed off leaving only lignin and recalcitrant materials. After each extraction, porous bags are rinsed in water, is shed with acetone and dried overnight at 103°C. Then, the calcination of the samples at 550°C for 3 hours is done to determine the ash content [Contreras 1999; Carrier 2011; Van Soest 1991].

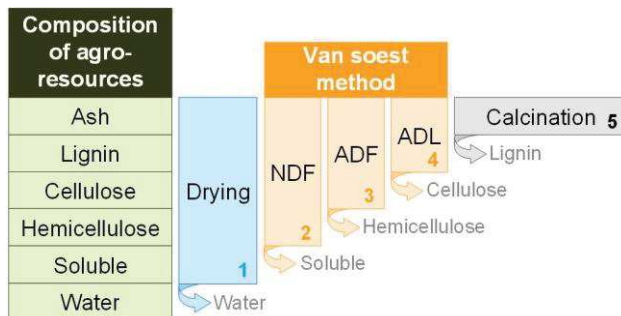


Fig. 3: Synthetic sketch of Van Soest Method allowing accessing the biomass composition [Carrier 2011]

$$\%_{Ash} = \frac{W_{550} - W_{crucible}}{W_{sample} \times \%_{DM}} \quad (1)$$

$$\%_{Lignin} = \%_{ADL} = \frac{W_{ADL} - (W_{bag} \times CC_{ADL}) - (W_{550} - W_{crucible})}{W_{sample} \times \%_{DM}} \quad (2)$$

$$\%_{Cellulose} = \%_{ADF} - \%_{ADL} = \frac{W_{ADF} - (W_{bag} \times CC_{ADF}) - (W_{550} - W_{crucible})}{W_{sample} \times \%_{DM}} - \%_{ADL} \quad (3)$$

$$\%_{Hemicellulose} = \%_{NDF} - \%_{ADF} = \frac{W_{NDF} - (W_{bag} \times CC_{NDF}) - (W_{550} - W_{crucible})}{W_{sample} \times \%_{DM}} - \%_{ADF} \quad (4)$$

$$\%_{Soluble} = \frac{(W_{sample} \times \%_{DM}) + (W_{bag} \times CC_{NDF}) - (W_{550} - W_{crucible})}{W_{sample} \times \%_{DM}} \quad (5)$$

with:

- **W_{sample}**: weight of the sample
- **%_{DM}**: percentage of dry matter
- **W_{NDF}, W_{ADF} and W_{ADL}**: weight of the sample with the porous bag after the first, second or last extraction

The soluble, cellulose, hemicellulose, lignin and minerals contents of each sample are estimated with the equations (1) to (5).

Phenol Sulfuric Method

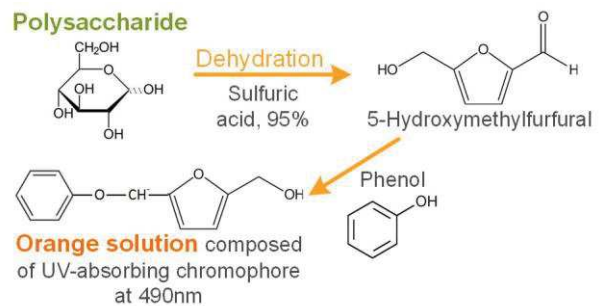


Fig. 4: Schematic overview of the phenol sulfuric method for the total carbohydrate analysis

The phenol sulfuric method consists in total carbohydrate content dosage. Like for the Van Soest method, the raw materials are crushed and sieved through a 1mm square mesh. Then, 3.0 mg of sample are collected and introduced in test tube. After, 9 ml distilled water, 3 ml 5% solution (%w/v) of phenol/water and 15 ml concentrated sulfuric acid are added. Test tube is mixed thoroughly and leave for 30 minutes minimum. The sulfuric acid causes the hydrolysis of the osidic links and the dehydration of the released monosaccharides to form furfural derivatives which react with the phenol and give the orange color to the solution (Fig. 4). The absorbance of the sample solution is measured by a UV-Visible

- **W₅₅₀**: weight of the sample after the calcination with the crucible
- **W_{bag}**: weight of the porous bag
- **W_{crucible}**: weight of the crucible
- **CC_{NDF}, CC_{ADF} and CC_{ADL}**: correction coefficient for the porous bag after the first, second or last extraction

spectrophotometer in the range 550 to 400 nm. The maximum absorbance read off the sugar content in mg/l from the calibration curve which is established for the range of D(+)-xylose (5 - 67 mg/l) [Dubois 1956; Evon 2008]. The amount of color is proportional to the amount of furfural, so the percentage of D(+)-xylose is converted to furfural by using a coefficient of 92.5% [Dubois 1956].

2.3 Methods for physical characterization

Thermal conductivity

The thermal conductivity is measured on bulk aggregate, at 23°C and dry state, following the recommendation of the Rilem TC BBM [Amziane 2017]. The device consists in two containers filled with bulk aggregates. The sensor is embedded between the two containers (Fig. 5). The sensor used is a five centimeter long hot wire. The heat flow and heating time are chosen to reach high enough temperature rise (>10°C) and high correlation coefficient (R^2) between experimental data and fitting curve given equation **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**7). The heating power is 0.142 W and the heating time is 90 s.

$$\Delta T = \frac{q}{4\pi\lambda} (\ln(t) + K) \quad (6)$$

where q is the heat flow per meter ($W \cdot m^{-1}$) and K is a constant including the thermal diffusivity of the material. The sensor is regularly checked by measuring thermal conductivity of reference material which thermal conductivity is 0.039 $W/(m \cdot K)$.

The containers allow to control the bulk density of aggregates. Their size is chosen to be height enough to ensure that heat flux stays in the sample. Their diameter is twice the length of the sensor. The container is thus 10 centimeters in diameter and 7.5 cm in height. When the sample is prepared, its bulk density is checked to ensure representativeness of the material. The upper side of the top container is covered with a plate to prevent any moisture exchange during measurement. The measurement of thermal conductivity is repeated 5 times for each material. According to the manufacturer, the hot wire is well adapted for the measurement of thermal conductivities ranging from 0.02 to 5 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ and the expected accuracy is 5%.



Fig. 5: Experimental device for the measurement of thermal conductivity

Moisture Buffer Value

The moisture buffer value MBV of materials quantifies their ability to moderate the variations of surrounding air. It is measured according to the method defined in the NORDTEST project [Rode 2005]. This value relates the amount of moisture uptake (and release), per open surface area, under daily cyclic variation of relative humidity as shown in the following equation:

$$MBV = \frac{\Delta m}{A \times (RH_{high} - RH_{low})} \quad (7)$$

Where MBV is the Moisture Buffer Value ($g/(m^2 \cdot \%RH)$), Δm is the moisture uptake / release during the period (g), A is the open surface area (m^2) and $RH_{high/low}$ are the high/low relative humidity level (%).

Within the NORDTEST project, a round robin test is performed on nine representative building materials. It gives initial results and leads to a classification of moisture buffer values from negligible to excellent (Fig. 6).

In this study, the samples are put in containers of about 12 cm in diameter. The volume of the samples is about 800 to 1000 cm^3 . The average horizontal air velocity is 0.07 m/s, which meets the requirement of the Nordtest Project protocol.

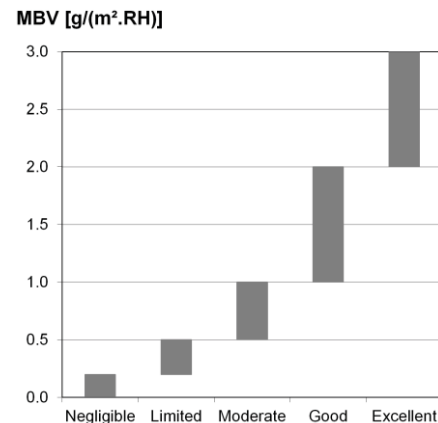


Fig. 6: Nordtest project classification of materials versus Moisture Buffer Value

3 RESULTS AND DISCUSSIONS

3.1 Chemical Characterization

Van Soest Method

The content of cellulose, hemicellulose, lignin, soluble and ash, determined by the Van Soest method, from agro-resources' by-product, are shown in Tab. 3. Soluble is mainly composed of pectin, protein and lipid (fat and wax). Large differences in the chemical composition between these raw materials are evident. On a dry-weight basis, agro-resources' by-product contain 55 - 95% of polysaccharides (cellulose, hemicellulose and pectin). The cellulose is the most abundant component in the plant cell, except in the case of the corn cob. The cellulose is present in all the different walls of plant cell, in the form of cellulose microfibrils (fiber-like strand), randomized in the primary wall and then in parallel of varying inclination according to the layer of the second wall. Cellulose microfibrils has a rigid structure, formed from many cellulose molecules, in order to create the strong support structure that allows agro-resources to stand upright. Between the cellulose microfibrils, hemicellulose forms network and is the second component of plant cells. In the second wall, lignin which is the second most abundant polymeric organic substance in plant cell walls, acts as a cement, has a supportive structural function and also protects the cellulose and hemicellulose agro-resources to stand upright. Between the cellulose microfibrils, hemicellulose forms network and is the second component of plant cells. In the second wall, lignin which is the second most abundant polymeric organic substance in plant cell walls, acts as a cement, has a supportive structural function and also protects the cellulose and hemicellulose [Chen 2014; Sorieul 2016].

Tab. 3: Chemical composition of agro-resources by the Van Soest method

Agro-resources	Cellulose (%)	Hemicellulose (%)	Lignin (%)	Soluble (%)	Ash (%)
Hemp shiv	49.97 ± 1.63	21.42 ± 3.32	9.52 ± 1.17	17.75 ± 2.85	0.67 ± 3.32
Flax shiv	44.63 ± 1.44	24.41 ± 2.64	20.98 ± 1.01	7.56 ± 3.36	1.48 ± 0.04
Flax fines	28.51 ± 2.76	15.80 ± 1.65	18.14 ± 1.55	29.15 ± 1.22	4.20 ± 1.56
Rape straw	53.06 ± 1.07	18.13 ± 3.28	9.63 ± 3.33	17.68 ± 4.56	0.79 ± 2.54
Wheat straw	43.04 ± 0.38	29.66 ± 2.90	5.24 ± 0.18	20.43 ± 3.81	0.82 ± 2.04
Corn cob	36.78 ± 2.60	38.81 ± 1.86	3.30 ± 3.02	19.30 ± 5.84	0.46 ± 1.86

Tab. 4: Chemical composition (cellulose, hemicellulose, lignin, soluble and ash) of agro-resources based on the scientific literature

Agro-resources	Cellulose (%)	Hemicellulose (%)	Lignin (%)	Soluble (%)	Ash (%)	Ref.
Hemp shiv (Cannabis sativa L., LCDA - France)	44.00	18.00	28.00	8.00	2.00	[Vignon 1995]
Hemp shiv (Cannabis sativa L., Futura, Italy)	51.60	21.50	12.90	12.90	6.60	[Cappelletto 2001]
Hemp shiv (average on 15 references)	47.50 ± 3.50	6.40 ± 1.50	8.00 ± 1.00	29.40 ± 3.60	8.80 ± 1.00	[Godin 2010]
Flax shiv (Canada)	38.06 ± 0.57	25.03 ± 0.57	31.20 ± 0.22	4.00 ± 0.27	1.71 ± 0.05	[Ross 2010]
Flax shiv (Linum Usitatissimum L.)	53.00	13.00	24.00	1.50	> 2%	[Sain 2002]
Rape straw (Poland)	37.55	31.37	21.30	3.76	6.02	[Greenhalf 2012]
Wheat straw	38.60	32.60	14.10	-	5.90	[Sun 2000]
Corn cob (average on 10 species - Austria)	38.80 ± 2.50	44.40 ± 5.20	11.90 ± 2.30	5.21 ± 1.1	2.88 ± 0.11	[Pointner 2014]

Tab. 5: Content of pectin in agro-resources' by-product

Agro-resources	Pectin (%)	[Pectin] / [Soluble] (%)	Corrected Pectin (%)	[Corrected Pectin] / [Soluble] (%)
Hemp shiv	13.95 ± 0.36	78.59	9.19	51.77
Flax shiv	17.19 ± 0.93	227.44	6.71	93.20
Flax fines	17.48 ± 1.13	59.96	8.41	28.85
Rape straw	19.34 ± 0.83	109.41	14.53	82.15
Wheat straw	20.58 ± 1.46	100.73	17.96	87.92
Corn cob	19.99 ± 0.57	103.60	18.34	95.05

Tab. 6: Content of pectin, protein and lipid in agro-resources based on the scientific literature

Agro-resources	Pectin (%)	Protein (%)	Lipid (%)	Reference
Hemp shiv (Cannabis sativa L., LCDA - France)	4.00	3.00	1.00	[Vignon 1995]
Rape straw (Korea)	19.40 ± 0.50	1.60 ± 0.10	-	[Jeong 2011]
Corn cob (average on 10 species - Austria)	0.67 ± 0.12	4.26 ± 0.96	0.30 ± 0.02	[Pointner 2014]

Corn cob has the lowest lignin and ash content (3.30% and 0.46%) but the highest hemicellulose content (38.81%). Flax fines have the lowest hemicellulose and cellulose contents (15.80% and 28.51%) but the highest soluble and ash content (29.15% and 4.20%). Flax shiv has the lowest soluble content (7.56%) but the highest lignin content (20.98%). Rape straw has the highest cellulose content (53.06%).

In Tab. 4, these values are compared with these in the scientific literature. The composition are not exactly identical, even when agro-resources are the same variety and specie. Indeed, the chemical composition also depends on the area of production, the weather (sunlight, relative humidity, temperature, rainfall and wind) and the maturity of the plant [Kymäläinen 2008; Vignon 1995]. Agro-resources adapt to the environment in which they grow. Generally speaking, agro-resources from CAVAC (Vendée, France) contain less lignin and ash, and more soluble compared to the composition of lignocellulosic biomass resources in the scientific literature.

Phenol Sulfuric Method

Tab. 5 gives the content of pectin in different agro-resources determined by phenol-sulfuric method. Pectin is complex macromolecule, as it can be composed out of as many as 17 different monosaccharides containing more than 20 different linkages. Pectin is present, in the cell plant,

in the middle lamella, primary wall and second walls. Pectin plays several roles in the growth plant period: lends strength and supports to the plant, activates plant defense responses, and induces a lignification [Voragen 2009]. Following Tab. 5, almost all soluble are composed with pectin. For flax shiv, rape straw, wheat straw and corn cob, the quantity of pectin is higher than the quantity of soluble. This is due to pectin extraction process. Indeed, cold water allows to solubilize pectin and part of hemicellulose but no cellulose [Gao 2014; Silva 2014]. Flax shiv is the bio-based aggregates which has the biggest difference between the quantities of pectin and soluble, it's also the agro-resource which has the highest quantity of lignin. More, in Van soest method, the lignin is removed with 72% sulfuric acid at room temperature and the lignin is allowed to form chromophore [Dyer 1999] which interacts with those of phenol sulfuric method. So, the quantity of pectin is corrected by subtracting 50% of lignin's content to the quantity of pectin with the hypothesis that 50% of lignin react with sulfuric acid. After this correction, there are always very few protein and lipid except for hemp shiv and flax fines. The cell wall surfaces of the epidermic cell are covered with cutin and suberin (lipids) to reduce water loss from the plants [Chen 2014]. Proteins provide carbon, nitrogen, and sulfur resources for subsequent growth and development of the plant [Herman 1999].

In Tab. 6, these values are compared with these in the scientific literature. For hemp shiv and corn cob, agro-

resources from CAVAC (Vendée, France) contain more pectin compared to the composition of lignocellulosic biomass resources in the scientific literature. For hemp shiv, the proportion between pectin, protein and lipid are similar. For rape straw, agro-resource from CAVAC (Vendée, France) contains less pectin and more protein and lipid compared to the composition of lignocellulosic biomass resources in the scientific literature. Like for the content of cellulose, hemicellulose, lignin, solubles and ash, the compositions differ because of the area of production, the weather and the maturity of the plant [Kymäläinen 2008; Vignon 1995].

3.2 Physical characterization

Thermal conductivity

Tab. 7 and Fig. 7 summarize the thermal conductivity versus bulk density at (23°C, dry state) of all aggregates. For each aggregate, the coefficient of variation is lower than 5% as well for bulk density as for thermal conductivity. This induces high confidence in the results. The thermal conductivity ranges from 0.045 to 0.093 W/(m.K) for bulk density ranging from 30 to 392 kg/m³. Globally, the thermal conductivity increases linearly with bulk density. Corn cob shows much higher thermal conductivity than other aggregates due to much higher bulk density. Indeed, the thermal conductivity of corn cob is 0.093 W/(m.K) when it ranges from 0.045 to 0.058 W/(m.K) for other aggregates. For a given raw material, the discrepancy between thermal conductivity of shiv obtained with several grid size is low (coefficient of variation lower than 4% whatever the raw material) even if the discrepancy between bulk density is high (up to 30%). Thus, the thermal conductivity depends on raw material too. Wheat straw show the lowest thermal conductivity, about 0.045 W/(m.K). Rape straw show slightly higher values than wheat straw, about 0.05 W/(m.K). Flax shiv and hemp shiv show similar values of thermal conductivity, about 0.54 W/(m.K). Finally, the thermal conductivity of fines is higher than the thermal conductivity of shiv (0.058 W/(m.K) for flax fines).

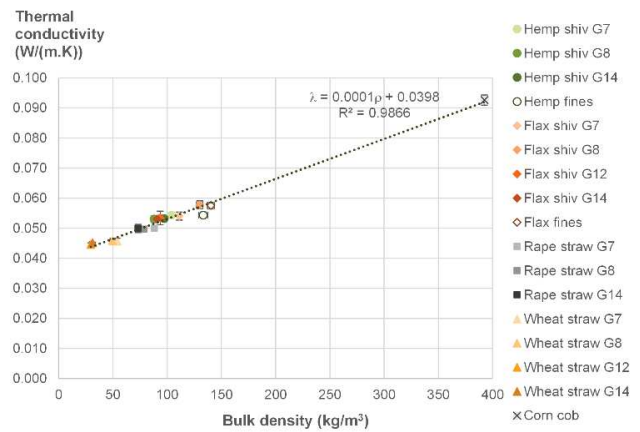


Fig. 7: Thermal conductivity versus bulk density at (23°C, dry state)

Tab. 8 summarizes thermal conductivities of agro-aggregates found in literature. The thermal conductivities of hemp shiv are in the range of bibliography. They are about 5 % higher than values found in [Rahim 2016] and 5 % lower than values given in [Balčiūnas 2016]. For rape straw, the values of thermal conductivity are close to the values found in literature too.

They are about 5 % higher than the value given in [Rahim 2016]. For flax shiv, there is more discrepancy with bibliography.

Actually, the thermal conductivity of flax shiv given in [Rahim 2016] is 22 % lower than the value found here. However, in [Rahim 2016], a self-consistent scheme is used to model the thermal conductivity of bio-based concrete. Experimental data and modelling are in good agreement for hemp concrete and flax concrete and are more scattered for flax concrete. According the authors, this can be explained by the simplified description of the geometrical model. This may also come from the value of thermal conductivity of flax shiv which can be underestimated.

Tab. 7: Thermal conductivity versus bulk density at (23°C, dry state)

Raw materials		Hemp shiv				Flax shiv					Rape straw			Wheat straw				Corn Cob
		G7	G8	G14	fines	G7	G8	G12	G14	fines	G7	G8	G14	G7	G8	G12	G14	
Bulk density (kg/m ³)	Av.	104.01	87.89	97.36	133.21	111.23	129.91	93.69	90.72	140.30	88.26	78.71	73.26	53.92	49.70	29.69	31.23	392.44
	σ	0.05	0.62	0.44	4.24	0.04	3.05	1.48	0.06	3.26	0.30	2.13	0.11	0.36	2.35	1.20	0.07	2.38
	CoV	0.04%	0.71%	0.45%	3.19%	0.03%	2.35%	1.58%	0.06%	2.32%	0.34%	2.71%	0.15%	0.66%	4.73%	4.04%	0.24%	0.61%
Thermal conductivity (W/(m.K))	Av.	0.0543	0.0530	0.0532	0.0543	0.0540	0.0577	0.0534	0.0531	0.0575	0.0499	0.0497	0.0499	0.0457	0.0457	0.0446	0.0451	0.0926
	σ	0.0008	0.0011	0.0008	0.0010	0.0013	0.0013	0.0022	0.0006	0.0011	0.0006	0.0006	0.0014	0.0009	0.0003	0.0005	0.0002	0.0017
	CoV	1.55%	2.11%	1.42%	1.82%	2.48%	2.33%	4.19%	1.11%	2.00%	1.26%	1.24%	2.75%	2.07%	0.68%	1.20%	0.46%	1.86%

Tab. 8: Thermal conductivity of agro-aggregates from literature

Aggregate	Conditioning	Bulk density (kg/m ³)	Thermal conductivity (W/(m.K))	Reference
Hemp shiv	-	110	0.048	[Cerezo 2005]
Hemp shiv	-	155	0.058	[Cerezo 2005]
0/2.5 Hemp shiv	10°C, air dry material	-	0.057	[Balčiūnas 2016]
2.5/5 Hemp shiv	10°C, air dry material	-	0.055	[Balčiūnas 2016]
5/10 Hemp shiv	10°C, air dry material	-	0.057	[Balčiūnas 2016]
10/20 Hemp shiv	10°C, air dry material	-	0.062	[Balčiūnas 2016]
0/20 Hemp shiv	10°C, air dry material	-	0.056	[Balčiūnas 2016]
Hemp shiv	20°C, dry state	-	0.050	[Rahim 2016]
Hemp shiv	30°C, dry state	-	0.052	[Rahim 2016]
Flax shiv	20°C, dry state	-	0.042	[Rahim 2016]
Flax shiv	30°C, dry state	-	0.044	[Rahim 2016]
Rape straw	20°C, dry state	-	0.047	[Rahim 2016]
Rape straw	30°C, dry state	-	0.049	[Rahim 2016]

Tab. 9: Moisture Buffer Value in adsorption, desorption and average - average value, standard deviation and coefficient of variation between the three samples of a given aggregate

Raw materials	Hemp shiv				Flax shiv					Rape straw			Wheat straw				Corn Cob	
	G7	G8	G14	finer	G7	G8	G12	G14	finer	G7	G8	G14	G7	G8	G12	G14		
Bulk density after stabilization at 23°C and 50% RH (kg/m³)	Av.	118.23	101.03	112.80	151.19	121.07	140.49	111.33	109.37	157.80	109.54	84.75	90.95	68.44	58.94	37.37	38.36	405.68
	σ	2.39	0.00	2.11	0.00	3.69	0.00	0.00	1.46	0.00	1.66	0.00	1.01	8.14	0.00	0.00	0.54	6.39
	CoV	2.03%	0.00%	1.87%	0.00%	3.05%	0.00%	0.00%	1.33%	0.00%	1.52%	0.00%	1.11%	11.89%	0.00%	0.01%	1.41%	1.58%
MBV Ads. (g/(m².%RH))	Av.	2.26	2.02	2.26	2.23	2.25	2.12	2.15	2.36	2.46	2.21	2.16	2.23	1.88	1.95	1.87	1.95	2.98
	σ	0.04	0.03	0.09	0.07	0.08	0.04	0.07	0.23	0.05	0.06	0.03	0.06	0.03	0.02	0.07	0.18	0.16
	CoV	1.90%	1.45%	3.76%	3.13%	3.37%	1.72%	3.29%	9.85%	1.92%	2.59%	1.29%	2.75%	1.62%	1.00%	3.90%	9.39%	5.36%
MBV Des. (g/(m².%RH))	Av.	2.32	2.12	2.28	2.32	2.30	2.31	2.28	2.36	2.55	2.24	2.26	2.26	1.89	1.99	1.88	1.92	3.23
	σ	0.04	0.03	0.09	0.06	0.08	0.04	0.06	0.22	0.05	0.06	0.02	0.05	0.03	0.02	0.06	0.19	0.15
	CoV	1.89%	1.57%	3.89%	2.73%	3.36%	1.59%	2.61%	9.46%	1.86%	2.61%	0.88%	2.22%	1.77%	1.14%	3.31%	9.66%	4.63%
MBV Av. (g/(m².%RH))	Av.	2.29	2.07	2.27	2.27	2.27	2.21	2.21	2.36	2.50	2.22	2.21	2.25	1.88	1.97	1.88	1.94	3.11
	σ	0.04	0.03	0.09	0.07	0.07	0.04	0.07	0.23	0.05	0.06	0.02	0.05	0.03	0.02	0.07	0.18	0.15
	CoV	1.79%	1.51%	3.82%	2.92%	3.25%	1.65%	2.94%	9.58%	1.89%	2.56%	1.02%	2.45%	1.66%	1.03%	3.52%	9.40%	4.93%

Moisture Buffer Value

Tab. 9 and Fig. 8 give the moisture buffer value for each type of aggregates. Considering all agro-resources, the MBV increases with bulk density. Tab. 9 also gives the average MBV of a given agro resource (from the results obtained on different grid sizes). For a given agro-resource, the results obtained with the different grid sizes are close, the coefficient of variation is low.

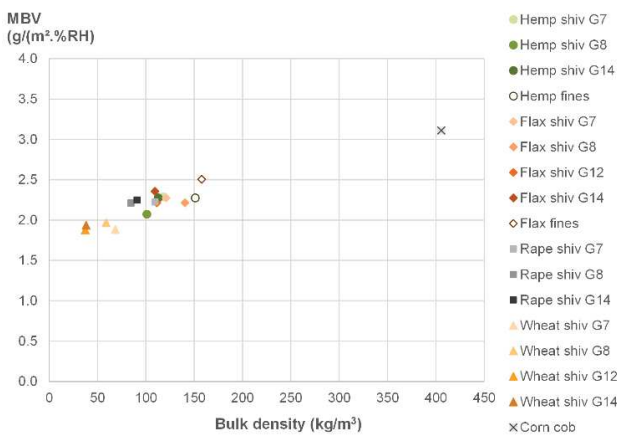


Fig. 8: Moisture Buffer Value versus density

Wheat straw has the smallest MBV, ranging from 1.88 to 1.97 g/(m².%RH). According to the classification of the Nordtest project [Rode 2005], it is a good hygric regulator (MBV between 1 and 2 g/(m².%RH)).

Hemp shiv, rape straw and flax shiv show similar MBV ranging from 2.07 to 2.36 g/(m².%RH), with average values about 2.21 to 2.26 g/(m².%RH). According to the classification of the Nordtest project, they are excellent hygric regulator (MBV higher than 2 g/(m².%RH)).

Corn cob shows the highest performances with MBV of 3.11 g/(m².%RH).

All these aggregates are very interesting on moisture buffering capacity point of view.

4 CONCLUSIONS

The building industry is one of those fields in which the agro-resources' by-product can have an important role as a bio-based construction material. Substantial economic and environmental benefits can result from the adoption of this solution.

This study considers five agro-resources (hemp, flax, rape, wheat and shiv) which are processed with several grading.

The chemical investigation shows that there are large differences in the chemical composition between these lignocellulosic materials. The high cellulose, hemicellulose and lignin content should allow using such resources as gluing materials or raw material to produce green binder.

The physical characterization shows that all aggregates are light. On a general way, this gives them low thermal conductivity and high moisture buffer value.

Hemp shiv, flax shiv, rape straw and wheat straw have a low thermal conductivity (lower or equal to 0.093 W/(m.K)) and are all excellent hygric regulators (MBV higher than or equal to 1.88 g/(m².%RH)). However, when the thermal conductivity decreases, the moisture buffer value decreases and vice-versa. Such bio-based aggregates can thus be used to produce thermal insulating products or indoor facing panels (like partition walls or ceiling), coupling them with mineral or green binders.

Hemp fines and flax fines also show high hygrothermal performances. Regarding their particle sizes, these materials should be used as load to produce plaster.

Finally, corn cob shows the highest performances on moisture buffering point of view. This aggregate would be very interesting to be used to produce indoor facing panels (the best MBV) and may be sound-insulating material (thanks to its specific geometric shape and its high density). Such quality need to be investigated further.

Further research is still required to qualify the durability and the fire resistance of these aggregates and to study other properties such as the mechanical ones.

4.1 Acknowledgements

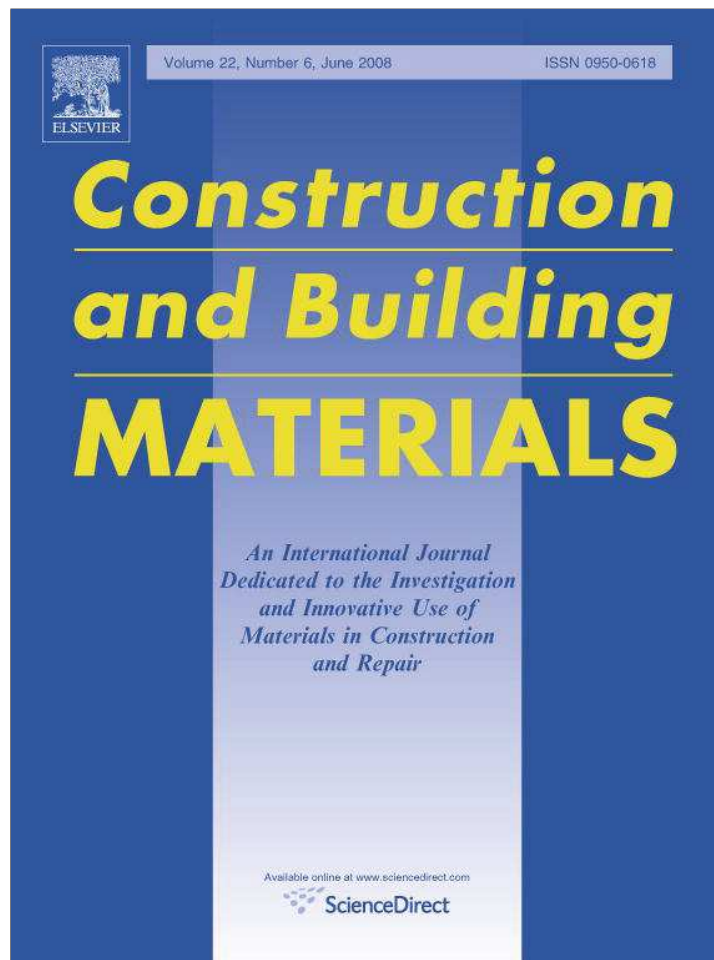
This project has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation program under grant agreement No. 636835 – The authors would like to thank them.

CAVAC, industrial partner of the ISOBIO project, is gratefully acknowledged by the authors for providing raw materials.

Thanks are due to Tony Hauteceur, Yolande Jaguelin (Van Soest analysis) and Stephane Freslon (UV-visible spectrophotometer).

4.2 References

- [Amziane 2017] Amziane, S.; Collet, F.; Lawrence, M.; Picandet, V. et al; Bio-aggregates Based Building Materials, RILEM State-of-the-Art Reports, Springer Netherlands, 2017, ISBN 978-94-024-1031-0.
- [Balčiūnas 2016] Balčiūnas, G.; Žvironaitė, J.; Vėjelis, S.; Jagniatinskis, A. et al; Ecological, thermal and acoustical insulating composite from hemp shives and saponin binder, *Industrial Crops and Products*, 2016, 91, 286–294, ISSN 09266690.
- [Cappelletto 2001] Cappelletto, P.; Brizzi, M.; Mongardini, F.; Barberi, B. et al; Italy-grown hemp: yield, composition and cannabinoid content, *Industrial Crops and Products*, 2001, 13, 2, 101–113, ISSN 0926-6690.
- [Cerezo 2005] Cerezo, V.; Propriété mécanique thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales: Approche expérimentale et modélisation théorique, Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005.
- [Contreras 1999] Contreras, L.; Gutiérrez Chavez, D.; Valdivia Macedo, I.; Govea Casares, R. et al; Two techniques for measuring neutral detergent (NDF) and acid detergent fibers (ADF) in forages and by-products.pdf, *Archivos de Zootecnia*, 1999, 48, 183, 351–354.
- [Chen 2014] Chen, H.; Chemical composition and structure of natural lignocellulose, *Biotechnology of lignocellulose*, 2014, Springer, 25–71.
- [Carrier 2011] Carrier, M.; Loppinet-Serani, A.; Denux, D.; Lasnier, J.-M. et al; Thermogravimetric analysis as a new method to determine the lignocellulosic composition of biomass, *Biomass and Bioenergy*, 2011, 35, 1, 298–307, ISSN 09619534.
- [Dubois 1956] Dubois, M.; Gilles, K.A.; Hamilton, J.K.; Rebers, P. A. T. et al; Colorimetric method for determination of sugars and related substances, *Analytical chemistry*, 1956, 28, 3, 350–356.
- [Dyer 1999] Dyer, T.J.; Elucidating the formation and chemistry of chromophores during kraft pulping, Location: Atlanta, Georgia, University of Wisconsin-Stevens Point, 1999.
- [Evon 2008] Evon, P.; Nouveau procédé de bioraffinage du tournesol plante entière par fractionnement thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis: étude de l'extraction aqueuse des lipides et de la mise en forme du raffinat en agromatériaux par thermomoulage, Location: Toulouse, France, 2008.
- [Fava 2015] Fava, F.; Totaro, G.; Diels, L.; Reis, M. et al; Biowaste biorefinery in Europe: opportunities and research & development needs, *New Biotechnology*, 2015, 32, 1, 100–108, ISSN 18716784.
- [Gao 2014] Gao, X.; Kumar, R.; Wyman, C.E.; Fast hemicellulose quantification via a simple one-step acid hydrolysis, *Biotechnology and Bioengineering*, 2014, 111, 6, 1088–1096, ISSN 1097-0290.
- [Godin 2010] Godin, B.; Ghysel, F.; Agneessens, R.; Gofflot, S. et al; Détermination de la cellulose, des hémicelluloses, de la lignine et des cendres dans diverses cultures lignocellulosiques dédiées à la production de bioéthanol de deuxième génération, *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, 2010, 14, S2, 549–560.
- [Greenhalf 2012] Greenhalf, C.E.; Nowakowski, D.J.; Bridgwater, A.V.; Titiloye, J. et al; Thermochemical characterisation of straws and high yielding perennial grasses, *Industrial Crops and Products*, 2012, 36, 1, 449–459, ISSN 09266690.
- [Hameed 2014] Hameed, M.R.; Contribution of metallic fibers on the performance of reinforced concrete, Location: Toulouse, France, 2014.
- [Herman 1999] Herman, E.M.; Larkins, B.A.; Protein storage bodies and vacuoles, *The Plant Cell*, 1999, 11, 4, 601–613.
- [Jeong 2011] Jeong, T.S.; Oh, K.K.; Optimization of fermentable sugar production from rape straw through hydrothermal acid pretreatment, *Bioresource Technology*, 2011, 102, 19, 9261–9266, ISSN 09608524.
- [Kymäläinen 2008] Kymäläinen, H.-R.; Sjöberg, A.-M.; Flax and hemp fibres as raw materials for thermal insulations, *Building and Environment*, 2008, 43, 7, 1261–1269, ISSN 03601323.
- [Pointner 2014] Pointner, M.; Kuttner, P.; Obrlik, T.; Jager, A. et al; Composition of corncobs as a substrate for fermentation of biofuels, *Agronomy Research*, 2014, 12, 2, 391–396.
- [Rahim 2016] Rahim, M.; Douzane, O.; Tran Le, A.D.; Promis, G. et al; Effect of moisture and temperature on thermal properties of three bio-based materials, *Construction and Building Materials*, 2016, 111, 119–127, ISSN 09500618.
- [Ross 2010] Ross, K.; Mazza, G.; Characteristics of Lignin from Flax Shives as Affected by Extraction Conditions, *International Journal of Molecular Sciences*, 2010, 11, 10, 4035–4050, ISSN 1422-0067.
- [Rode 2005] Rode, C.; Peuhkuri, R.H.; Mortensen, L.H.; Hansen, K. K. et al; Moisture buffering of building materials, Technical University of Denmark, Department of Civil Engineering, 2005.
- [Sain 2002] Sain, M.; Fortier, D.; Flax shives refining, chemical modification and hydrophobisation for paper production, *Industrial Crops and Products*, 2002, 15, 1, 1–13.
- [Sorieul 2016] Sorieul, M.; Dickson, A.; Hill, S.; Pearson, H.; Plant Fibre: Molecular Structure and Biomechanical Properties, of a Complex Living Material, Influencing Its Deconstruction towards a Biobased Composite, *Materials*, 2016, 9, 8, 618, ISSN 1996-1944.
- [Searle 2013] Searle, S.; Malins, C.; Availability of cellulosic residues and wastes in the EU, White paper, 2013, 422.
- [Silva 2014] Silva, A.S.; Nunes, C.; Coimbra, M.A.; Guido, L.F.; Composition of pectic polysaccharides in a Portuguese apple (*Malus domestica* Borkh. cv Bravo de Esmolfe), *Scientia Agricola*, 2014, 71, 4, 331–336, ISSN 0103-9016.
- [Sun 2000] Sun, R.C.; Tomkinson, J.; Essential guides for isolation/purification of polysaccharides, Academic Press: Lond, 2000.
- [Van Soest 1991] Van Soest, P.J.; Robertson, J.B.; Lewis, B.A.; Symposium: carbohydrate methodology, metabolism, and nutritional implications in dairy cattle, *J. Dairy Sci*, 1991, 74, 10, 3583–3597.
- [Voragen 2009] Voragen, A.G.J.; Coenen, G.-J.; Verhoef R. P. and Schols H. A.; Pectin, a versatile polysaccharide present in plant cell walls, *Structural Chemistry*, 2009, 20, 2, 263–275, ISSN 1040-0400, 1572-9001.
- [Vignon 1995] Vignon, M.R.; Garcia-Jaldon, C.; Dupeyre, D.; Steam explosion of woody hemp chenevotte, *International journal of biological macromolecules*, 1995, 17, 6, 395–404.



This article appeared in a journal published by Elsevier. The attached copy is furnished to the author for internal non-commercial research and education use, including for instruction at the authors institution and sharing with colleagues.

Other uses, including reproduction and distribution, or selling or licensing copies, or posting to personal, institutional or third party websites are prohibited.

In most cases authors are permitted to post their version of the article (e.g. in Word or Tex form) to their personal website or institutional repository. Authors requiring further information regarding Elsevier's archiving and manuscript policies are encouraged to visit:

<http://www.elsevier.com/copyright>



Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials

Florence Collet *, Marjorie Bart, Laurent Serres, Jacques Miriel

Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique, Equipe Matériaux et Thermique de l'Habitat, IUT Génie Civil, 3, rue du Clos Courtel, BP 90422, 35704 Rennes Cedex 7, France

Received 23 March 2006; received in revised form 3 January 2007; accepted 30 January 2007

Available online 30 March 2007

Abstract

This paper deals with environmentally friendly building materials: lime–hemp render, hemp mortar and hemp wool. The investigations are based on porous structure and water vapour sorption studies that provide both hygric property and fruitful data on the porosity of materials. The pore size distribution is measured by mercury porosimetry and is computed from water vapour sorption with BJH model. The results show that lime–hemp render and hemp mortar include mainly macropores, and also mesopores and micropores. This result is in line with the water vapour sorption isotherms measured classified as type II. The specific surface areas are computed from mercury porosimetry and from water vapour sorption measures with BET, t and BJH methods. The values obtained with mercury porosimetry under-evaluate those calculated with other methods that are similar to each other. Lastly, with a hypothesis of fractal geometry, a fractal dimension is evaluated from water vapour sorption isotherms.

© 2007 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Keywords: Hemp; Sorption isotherm; Mercury porosimetry; Specific surface area; Pore size distribution

1. Introduction

In a context of sustainable development [1,2], this paper deals with environmentally friendly materials used in building construction: lime–hemp render, hemp mortar and hemp wool [3]. The investigations are based on porous structure and water vapour sorption studies. Actually, physical properties of porous media are linked with their porous structure and the characterization of the latter is a previous step in the prediction of physical behaviours of materials (like hygrothermal or mechanical). Various methods have been developed to characterize porous structure [4], but intrusive methods (like mercury porosimetry) and adsorption methods (nitrogen or water vapour sorption) are the most widely used. Indeed, the amount of gas adsorbed by physisorption (monolayer, multilayer and capillary condensation) depends on the surface area and on the porous structure of the material. The IUPAC gives

a classification of physisorption isotherms in six types (Fig. 1) with reference to pore size [5]. Besides, an hysteresis may appear between adsorption and desorption branches. This hysteresis is often explained qualitatively by capillary condensation, by existence of ink-bottle shaped pores or, more generally, interconnected pores spaces [6]. Like for physisorption isotherms, the IUPAC classifies hysteresis loops in four types (Fig. 2) and relates them with pore structures [5].

In this paper, at first, basic measurements are carried out and the pore size distribution is characterized by mercury porosimetry. Then, water vapour sorption isotherms are measured. This adsorptive was chosen because (i) the measure directly gives an hygric property of the materials and (ii) water vapour (at 23–25 °C) can penetrate narrow pores into which nitrogen molecules cannot (at 77 K) and thus give more fruitful data on the porosity of the materials [6]. Several methods are then used to compute specific surface area of materials and the pore size distribution is generated in mesopores and micropores domain.

* Corresponding author. Tel.: +33 2 23 23 40 56; fax: +33 2 23 23 40 51.
E-mail address: florence.collet@univ-rennes1.fr (F. Collet).

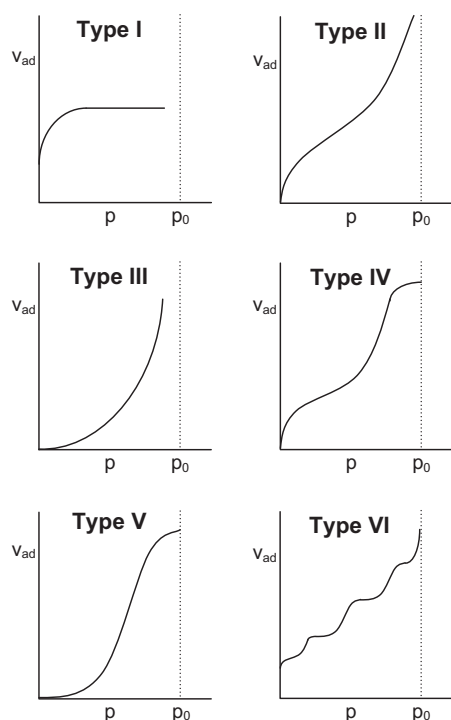


Fig. 1. Types of physisorption isotherms [5].

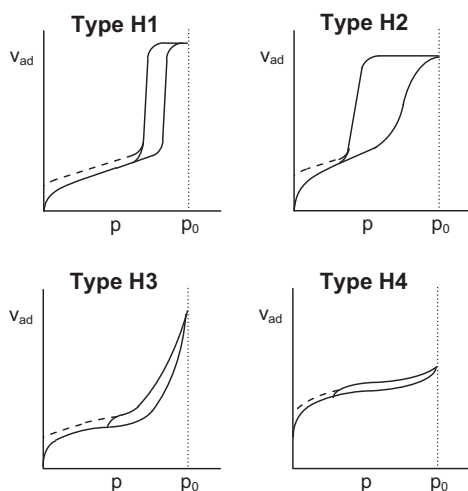


Fig. 2. Types of hysteresis loops [5].

2. Framework of the study

2.1. Experimental methods

2.1.1. Porous structure

The porous structure was quantitatively described with basic measures of bulk density ($\rho = m/V$), total porosity ($n = V_p/V$) and open porosity ($n_o = V_{po}/V$) (where m is the mass, V is the volume, V_p is the pore volume and V_{po} is the open pore volume of the sample). The bulk density was calculated from mass and volume measures, total porosity was determined by pycnometry and open porosity is carried out since water saturation of samples.

The pore size distribution was characterized by an intrusive method: mercury porosimetry [4,7]. This method is based on the principle that a non-wetting liquid requires a positive excess hydrostatic pressure P to enable it to enter pores. For cylindrical pores of equivalent diameter d , the Washburn (or Laplace) equation (Eq. (1)) relates these two parameters:

$$d = \frac{-4\sigma \cos \theta}{P} \quad (1)$$

where σ is the surface tension and θ is the fluid contact angle.

Mercury porosimetry also provides bulk density and specific surface area A according to (Eq. (2)):

$$A = \sum A_i; A_i = \frac{4 \times I_i}{D_{mi}} \quad (2)$$

where, for the i th point, A_i is the incremental specific surface area, I_i is the incremental intrusion volume and D_{mi} is the mean diameter.

The pore size distribution measurements were performed with Autopore III whose measuring range is 0.004–400 MPa that is 315–0.003 μm . The contact angle was 130° in intrusion and extrusion, and the surface tension was 0.485 J m^{-2} .

2.1.2. Sorption isotherms

Sorption isotherms can be measured according to continuous or discontinuous methods. The measurements were performed according to the discontinuous method: the moisture contents were determined in successive stages of increasing (and then decreasing) relative humidity. The samples were placed in chambers with saturated salt solutions for controlling relative humidity, temperature being

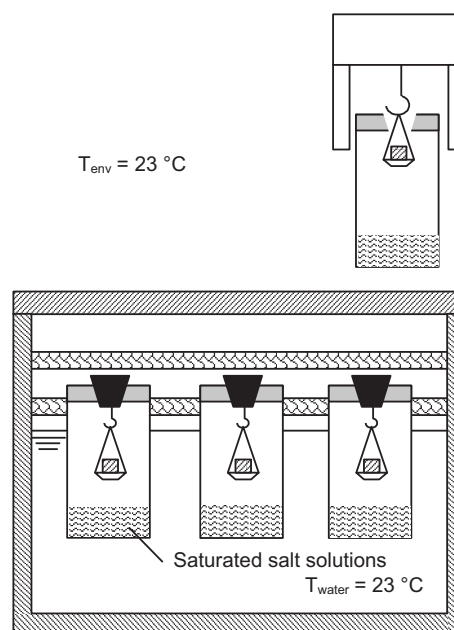


Fig. 3. Experimental bench.

controlled at 23 °C by a water tank (Fig. 3, Table 1). The samples were weighed until steady-state value of mass was achieved (difference lower than 0.01% for two consecutives weighing with 48 h time step). Then, the moisture content w was calculated according to the equation (Eq. (3))

$$w = \frac{m - m_0}{m_0} (\text{kg kg}^{-1}) \quad (3)$$

where m is the mass of the sample in steady state conditions and m_0 is the mass of the sample in the initial dry state.

In order to improve the legibility of the plot, experimental adsorption data are describe thanks to the GAB model (quoted by Merouani [8]).

2.2. Porous structure analysis from sorption isotherms

2.2.1. Determination of specific surface area

2.2.1.1. BET theory. The specific surface area is calculated according to the Brunauer–Emmett–Teller (BET) theory [9] that gives the isotherm equation for multilayer adsorption by generalization of Langmuir’s treatment of the unimolecular layer [10]. This method considers that the binding energy is equal to the heat of adsorption E_a between the first layer of adsorbed molecules and the adsorbent, and to the heat of liquefaction E_L for the second and consecutive layers. The isotherm equation obtained leads to (Eq. (4)):

$$\frac{w}{w_m} = \frac{C\varphi}{(1 - \varphi)(1 - \varphi + C\varphi)} \quad (4)$$

with

$$C = \exp\left(\frac{E_a - E_L}{RT}\right) \quad (5)$$

and

$$\varphi = \frac{p}{p_0} \quad (6)$$

where w_m is the moisture content when the adsorbent surface area is covered with a complete unimolecular layer, p and p_0 are the pressure and the saturation pressure of the water vapour.

In practice, to evaluate w_m and C values, equation (Eq. (4)) is putted in the form:

$$\frac{\varphi}{w(1 - \varphi)} = \frac{1}{w_m C} + \frac{C - 1}{w_m C} \varphi \quad (7)$$

Thus the plot of $\varphi/(w(1 - \varphi))$ against φ , which is a straight line whose intercept is $1/(w_m C)$ and whose slope is $(C - 1)/(w_m C)$, leads to w_m and C values.

In these equations, the number of layers is not limited by the width of the pores and the moisture content is unlimited when p approaches p_0 . So, its application is considered valid for p/p_0 values lower than ~ 0.35 .

The specific surface area A_{BET} is then calculated thanks to w_m with (Eq. (8)):

$$A_{\text{BET}} = \sigma_m N \frac{w_m}{\bar{M}} \quad (8)$$

where A_{BET} is the specific surface area calculated with the BET method ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$), σ_m is the surface area of one adsorbed molecule (for water $\approx 10 \text{ \AA}^2$), N is the Avogadro number (6.023×10^{23}) and \bar{M} is the molar mass (for water: 18 g mol^{-1}).

2.2.1.2. *t*-Method – determination of specific surface area from statistical thickness of the film adsorbed on non-porous adsorbent. The statistical thickness of the film adsorbed on a non-porous solid is given by [11] (Eq. (9)):

$$t(\varphi) = \frac{V_{\text{ads}}(\varphi)}{A} \quad (9)$$

where $t(\varphi)$ is the statistical thickness of the film adsorbed at the relative pressure $\varphi(m)$, $V_{\text{ads}}(\varphi)$ is the volume adsorbed at the relative pressure φ ($\text{m}^3 \text{g}^{-1}$) and A is the specific surface area of the adsorbent ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$).

This relation (Eq. (9)) is valid for multilayer adsorption without capillary condensation to. So, it is possible to:

1. Calculate a statistical thickness $t(\varphi)$ from sorption measures and specific surface area determination according to BET method, (ii) compare this t -curve to one obtained on a non-porous solid which matches the heat of adsorption of water on the studied materials.
2. Plot the curve $V_{\text{ads}}(\varphi)$ against statistical thickness of the film adsorbed on a non-porous solid with a similar C value, the slope (in multilayer adsorption without capillary condensation domain) leads to specific surface area A_t .

2.2.2. Determination of pore size distribution

Pore size distribution from water desorption isotherm is computed according to the BJH (Barrett, Joyner and Halenda) method [12] even if simplified methods have been proposed by other authors [13].

This method (Figs. 4 and 5) assumes that (i) pores are open ended and cylindrical, (ii) the classical Kelvin equation relates the radius of the capillary to the relative pressure at which desorption occurs (Eq. (10)), (iii) the film thickness remaining on the pore wall after the inner capillary desorption is the same as on a non-porous surface at the same relative pressure.

Classical Kelvin equation (Eq. (10)):

Table 1

Saturated salt solutions

Saturated salt solution	Relative humidity at 23 °C (%)
Potassium acetate	22.75 ± 0.30
Potassium carbonate	43.16 ± 0.36
Sodium bromide	58.20 ± 0.42
Potassium bromide	81.20 ± 0.21
Potassium sulphate	97.42 ± 0.47

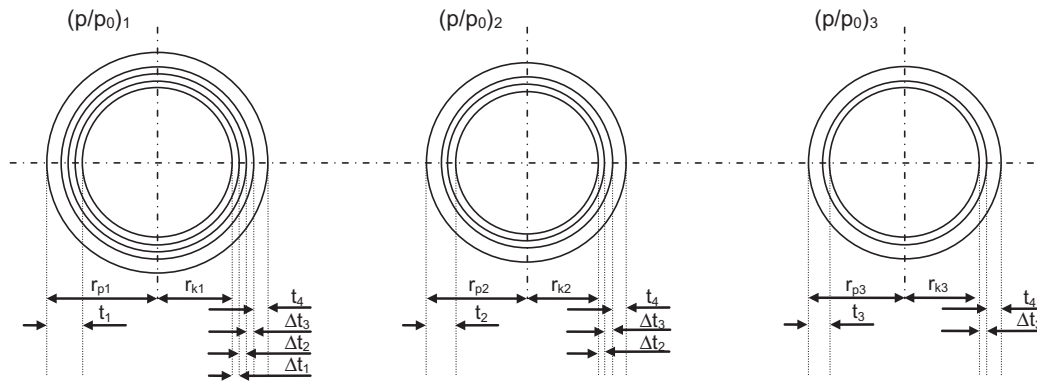


Fig. 4. BJH method: schematic representation of assumed desorption mechanism showing three different pores [12].

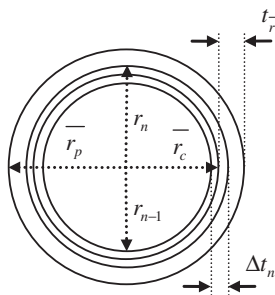


Fig. 5. BJH method: relation of $V\Delta t$ to r_p at the n th step.

$$\ln(p/p_0) = -\frac{2\sigma V_L}{RT} \frac{1}{r_k} \quad (10)$$

where σ is the surface tension of water (72.6 mJ m^{-2}), V_L is the molar volume (for water: $18.07 \times 10^{-6} \text{ m}^3 \text{ mol}^{-1}$), r_k is the radius of the capillary, T is the absolute temperature and R is the gas constant ($8.315 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$).

At the first step, when p/p_0 approaches 1, all pores are substantially filled with liquids and the pore volume V_{p1} is related to the capillary volume V_{k1} according to (Eq. (11)):

$$V_{p1} = V_{k1} \frac{r_{p1}^2}{r_{k1}^2} \quad (11)$$

where r_{k1} is the radius of the inner capillary and r_{p1} is the radius of the largest pore.

When the relative pressure decrease from $(p/p_0)_1$ to $(p/p_0)_2$, a measurable volume of adsorbed gas ΔV_1 is desorbed. This volume comes from the emptying of the largest pore of its capillary condensate and from the reduction in thickness of the physically adsorbed layer by the amount Δt_1 . Thus, the relationship between the pore volume V_{p1} and the desorbed volume ΔV_1 is given by (Eq. (12)):

$$V_{p1} = R_1 \Delta V_1$$

$$R_1 = \frac{\bar{r}_{p1}^2}{(\bar{r}_{k1} + \Delta t_1)^2} \quad (12)$$

For the following lowering relative pressure, at the n th desorption, the n th pore volume is given by (Eq. (13)) (Fig. 4):

$$V_{pn} = R_n \Delta V_n - R_n \Delta t_n \sum_{j=1}^{n-1} c_j A_{pj}$$

$$c = \frac{\bar{r}_p - t_{\bar{r}}}{\bar{r}_p} = \frac{\bar{r}_c}{\bar{r}_p}; \quad \bar{r}_c = \frac{r_{n-1} + r_n}{2} \quad (13)$$

$$A_p = \frac{2V_p}{r_p}$$

where A_p is the area of each pore, and r_{n-1} and r_n are the capillary radius before and after desorption.

The surface area of the material can then be calculated adding the area of all pores (Eq. (14)).

$$A_{BJH} = \sum A_{pj} \quad (14)$$

2.2.3. Fractal analysis of the sorption isotherm

Sorption isotherm can be used for fractal analysis of disordered materials (with fractal geometry). From the BET equation, Pfeifer et al. [14] (quoted by [15]) developed the fractal BET theory which is valid for multilayer adsorption only (without capillary condensation). The Kelvin equation for capillary condensation was extended to the case of fractal structure too [16]. This leads to $V_{ads} \sim \ln(1/\varphi)^{D-3}$, where V_{ads} is the adsorbed volume and D is the fractal dimension. It is then possible to evaluate the fractal dimension from sorption isotherm curve.

3. Materials and samples

The materials studied in this article are hemp-based materials: lime–hemp render, hemp mortar and hemp wool.

Hemp is an annual plant which provides two materials used in civil engineering: hemp hurds (granular form of hemp descended from the inner woody core) and hemp fiber (fibrous form of hemp descended from the bark-like bast fibers). Hurds is used in lime–hemp render and in hemp mortar, while hemp fiber is used in hemp wool. Lime–hemp render and hemp mortar are made according to commercial mixtures (Table 2). Cubic samples of 20 cm in edge are moulded and smaller samples are extracted from these. The hemp wool studied is a commer-

Table 2
Materials composition

Lime–hemp render
TRADICHANVRE (STRASSERVIL): 30 kg
Hurds CHANVRIBAT (STRASSERVIL): 48 l
Water: 25 l
TRADICHANVRE
Fillers (uncalcinated limestone CaCO_3): 35%
Binding:
Air-slake lime: 85%
Hydraulic lime: 15%
Hemp mortar
TRADICAL 70 (STRASSERVIL): 11 kg
Hurds CHANVRIBAT (STRASSERVIL): 48 l
Water: 16 l
TRADICAL 70
Air-slake lime: 75%
Hydraulic lime: 15%
Pozzolane: 10%

Table 3
Basic properties

	Lime–hemp render	Hemp mortar	Hemp wool
Bulk density (kg m^{-3})	805	440	40
Total porosity (%)	63.1	76.5	97.5
Open porosity (%)	64.9	70.6	–
Water saturation content (%)	87.0	168.3	–

Table 4
Porous structure characterization by mercury porosimetry

	Lime–hemp render	Hemp mortar	Hemp wool
Dry bulk density (kg m^{-3})	717	664	–
Accessible porosity (%)	65.6	64.4	–
Specific surface area A ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	14.79	22.39	–



Fig. 6. Samples of lime–hemp render, hemp mortar and hemp wool.

cial product: 5 cm thick boards, the samples are cut out of these boards.

Before sorption isotherms measures, representative volume was studied from apparent density variation against volume (with characteristic lengths of 20, 10, 5 and 2.5 cm). This study shows that cubic samples of 5 cm in edge are representative of the three materials. For each material, five cubic samples of 5 cm in edge are used for sorption isotherms measures (Fig. 6).

4. Experimental results and discussion

4.1. Porous structure

Table 3 presents results on porous structure characterization. The bulk density of lime–hemp render, hemp mortar and hemp wool are, respectively, 805, 440 and 40 kg m^{-3} . Their total porosity are 63.1, 76.5 and 97.5%. By comparison between total and open porosity, lime–hemp render and hemp mortar show mainly open pores (for lime–hemp render, the difference between total porosity, open porosity and accessible porosity would be within the error range of the measuring methods). Hemp wool is a fibrous material, so it shows an important porosity.

Fig. 7 shows that, in the range explored by mercury porosimetry, the pore size distributions (PSD) of lime–hemp render and hemp mortars are monomodal, with frequency peaks at about the same diameter: $0.9 \mu\text{m}$. More, these PSD include mesopores and mainly macropores ($d > 0.05 \mu\text{m}$): respectively, 96% and 94% of intrusive volume in mercury porosimetry test. It can be added that hemp mortar shows macropores of millimetric width (Fig. 6) in which mercury could enter without excessive pressure, that would explains the difference of bulk density values obtained basically and by mercury porosimetry (Tables 3 and 4).

Lastly, for lime–hemp render and hemp mortars, a hysteresis phenomenon appears between mercury extrusion and intrusion curves (Fig. 8). This phenomenon is currently explained by [7]:

- (i) The ink-bottle effect (Fig. 9): mercury enters pore when the pressure reaches a level P_{d_c} corresponding to the diameter of the neck of the pore (smaller than the body pore one), when the pressure decreases, the converse occurs, the entrance is drained and the continuity of mercury is broken, leading to mercury entrapment.
- (ii) The contact angle effect (Fig. 10): the contact angle during extrusion is smaller than the one during intrusion ($\theta_{\text{ext}} < \theta_{\text{int}}$), so, for a diameter d , the pressure during extrusion is smaller than the one during intrusion ($P_{\text{ext}} < P_{\text{int}}$). If the contact angle is assumed to be constant, the diameter d calculated for a pressure P is underestimated. By modifying extrusion contact angle, some authors have managed to overlap extrusion and intrusion curves each other [7].

4.2. Adsorption–desorption isotherms

Fig. 11 shows adsorption–desorption isotherms measured for the three materials.

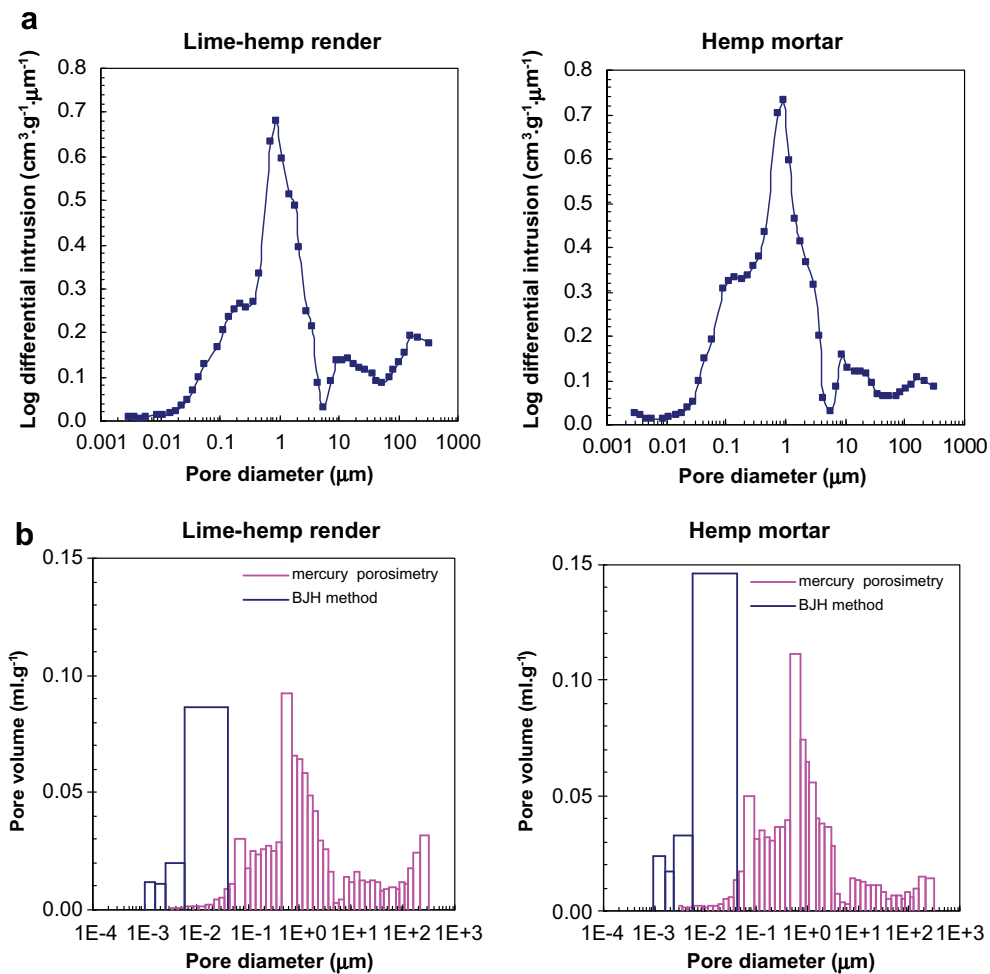


Fig. 7. Pore size distribution: (a) log differential intrusion volume vs pore diameter (mercury porosimetry) and (b) pore volume vs pore diameter (mercury porosimetry: incremental volume and BJH method).

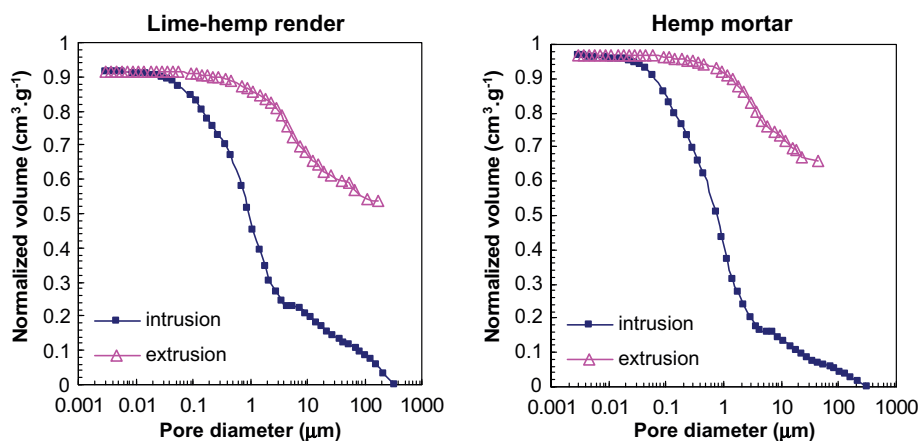


Fig. 8. Mercury intrusion/extrusion curves as a function of pore size.

In general, the results obtained are homogenous with variation coefficients lower than 10% for all materials. For the maximum relative humidity ($\phi = 97\%$), the results are quite scattered with variation coefficient values over 13% for hemp mortar and hemp wool and over 25% for

lime-hemp render. For hemp wool, the results are more scattered in desorption (appearance of mouldiness).

In adsorption, hemp wool presents the highest values of moisture content while lime-hemp render shows the lowest ones and hemp mortar shows values closed to those of

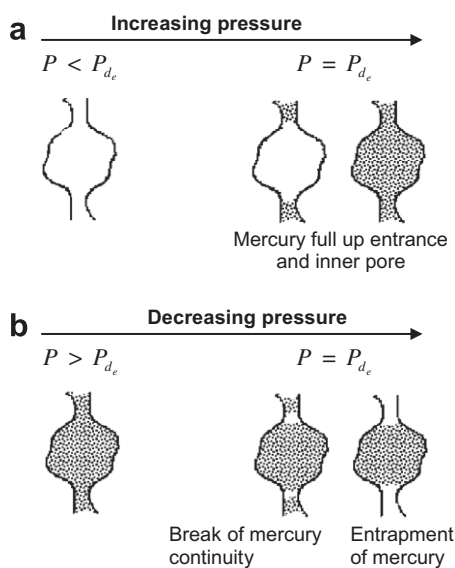


Fig. 9. Ink-bottle effect.

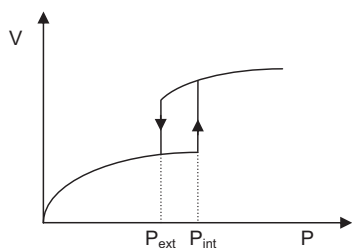


Fig. 10. Contact angle effect.

hemp wool. For the three materials, the isotherms obtained are S-shaped and can be classified as type II according to IUPAC classification [5]. Type II isotherms being obtained for macroporous solids and mercury porosimetry having shown that studied materials were macroporous (and mesoporous), these results are in agreement with previous ones.

In desorption, the water content values measured for hemp wool are lower than those measured in adsorption. Hemp wool being a fibrous material the values in adsorption and desorption should be the same. The difference may come from mouldiness appearance.

Desorption branches of lime–hemp render and hemp mortar show hysteresis with adsorption isotherm, which extend to the lowest pressures. The two branches are nearly parallel over a wide range of relative pressure; hence, these hysteresis loops may be classified as type H3 or H4. After desorption, an outgas at higher temperature leads to lower residual moisture content value. So, the low pressure hysteresis can be attributed on the one hand to micropores presence, on the other hand to irreversible uptake of molecules in pores (or through pore entrance) of the same width as that of the adsorbate, or

to irreversible chemical interaction of the adsorbate with the adsorbent [5].

4.3. Porous structure analysis from sorption isotherms

4.3.1. Determination of specific surface area

Fig. 12 and Table 5 present the results obtained for the determination of specific surface area according to the BET method. Even if Eq. (7) is considered valid for φ values lowers than ~ 0.35 , we used the point $\varphi = 0.43$ in order to plot the straight line to evaluate w_m . So, the moisture content for unimolecular layer and the specific surface area obtained may be under-evaluated. For hemp mortar and hemp wool, the moisture content values for complete unimolecular layer are similar (respectively, 0.024 and 0.026 kg kg^{-1}) while for lime–hemp render the value is half the previous ones (0.011 kg kg^{-1}). Of course, these results lead to similar specific surface area for hemp mortar and hemp wool (respectively, 80.82 and 88.77 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$) and a smaller specific surface area for lime–hemp render (36.24 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$). For lime–hemp render and hemp mortar, these values are, respectively, 2.45 and 3.61 times higher than those obtained by mercury porosimetry. Such results were obtained on other materials by other authors [8]. These differences are not surprising as each method presents its own error source and as the porosity domain explored by sorption isotherms is larger than the one explored by mercury porosimetry (reduced to mesopores and macropores). Finally, the C value obtained for the three materials are similar (mean value: 4.97). In fact, Brunauer, Emmett and Teller [9] underlined that the value of $E_a - E_L$ was approximately constant for a given gas regardless of the chemical nature of the adsorbent, and that C was exponentially dependent on temperature since $C = \exp((E_a - E_L)/RT)$, $E_a - E_L$ changes slightly with temperature.

Figs. 13 and 14, and Table 5 present the results obtained for the determination of specific surface area from statistical thickness of the film adsorbed on non-porous adsorbent (t -curves). For relative pressure values lower than 0.6, the t -curves obtained for the three materials (Fig. 13) are closed to the one given by Hagymassy et al. [11] for a non porous adsorbent with a C value of 5.2 (that matches the values obtained previously – Table 5). So, in this domain, the t -curves calculated, as well as the one given by Hagymassy et al., give the statistical thickness of the adsorbed layer. For relative pressure values higher than 0.6, the statistical thickness determined for the three materials shows an upward deviation: capillary condensation takes place into pore and the t -values calculated are then insignificant. Thus, the thicknesses used for the determination of pore distribution are the ones given by Hagymassy et al. Adsorbed volume is then plot since statistical thickness of adsorbed layer of a non porous adsorbent in multilayer adsorption domain (Fig. 14). The slope of the straight line and the correlation coefficient are then calculated (Table 5). Moreover, the specific surface areas obtained here are slightly higher than the ones obtained with BET method.

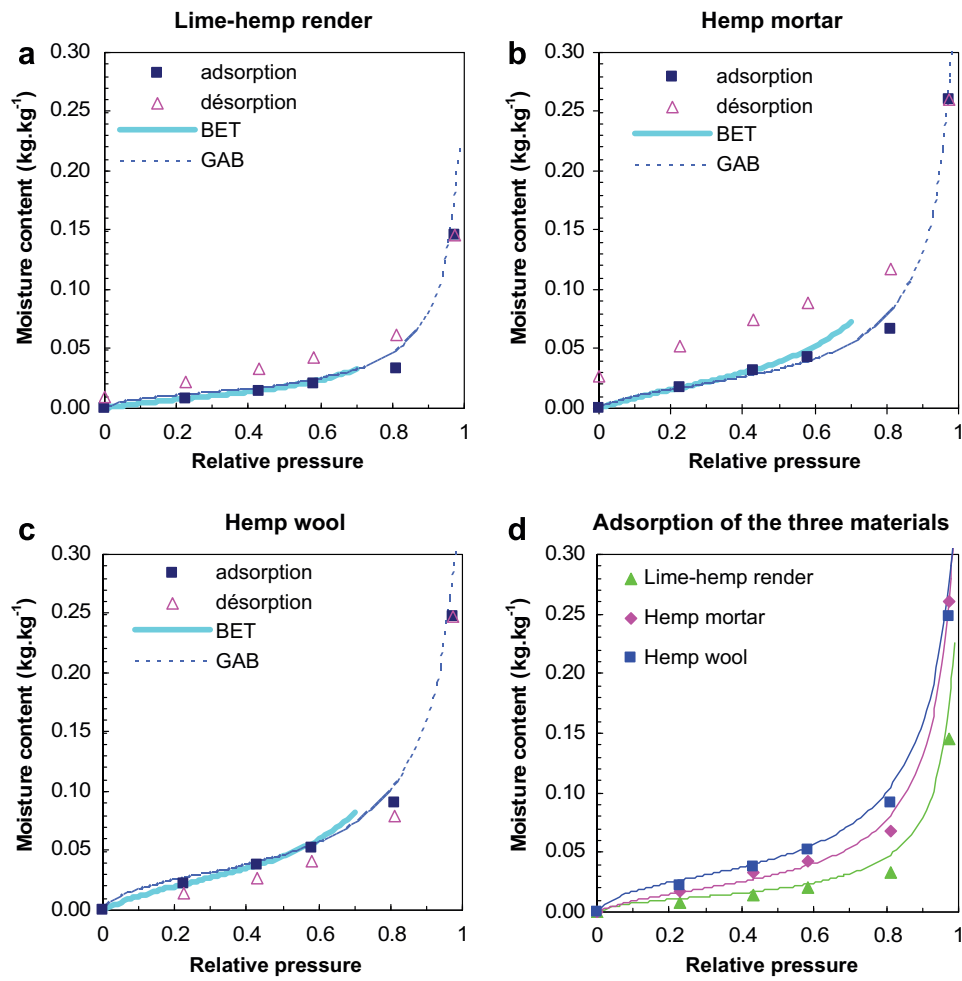


Fig. 11. Sorption isotherms lime-hemp render hemp mortar.

4.3.2. Determination of pore size distribution

Fig. 7 presents the results obtained from mercury porosimetry measures and with BJH method for lime-hemp render and for hemp mortar. In mesopores domain, for both materials, the volumes calculated with BJH method (0.12 and 0.20 ml g⁻¹, respectively) are widely more important

than those obtained by mercury porosimetry. This may be due an under-estimation by mercury porosimetry (mesopores would be penetrated only through micropores) or to an over-estimation with BJH method. Actually, the calculation made with the first desorption (from $\varphi = 0.97$ to $\varphi = 0.81$) may over estimate the volume of the range of

Table 5
Sorption isotherms exploitation

	Lime-hemp render	Hemp mortar	Hemp wool
<i>BET method</i>			
Moisture content for complete unimolecular layer w_m (kg kg ⁻¹)	0.011	0.024	0.026
C (-)	4.77	4.23	5.92
Specific surface area A_{BET} (m ² g ⁻¹)	36.24	80.82	88.77
$\beta = \frac{A_{BET}}{A}$ (-)	2.45	3.61	-
<i>Statistical thickness: t-method</i>			
Specific surface area A_t (m ² g ⁻¹)	39.12	83.64	101.75 ^a
R^2 (-)	0.945	0.944	0.950
$\frac{A_t}{A_{BET}}$ (-)	1.08	1.03	1.15
<i>BJH method</i>			
Specific surface area A_{BJH} (m ² g ⁻¹)	45.79	80.62	-
$\frac{A_{BJH}}{A_{BET}}$ (-)	1.26	1.00	-

^a 95.70 with only two points corresponding to $\varphi = 0.2275$ and 0.4316.

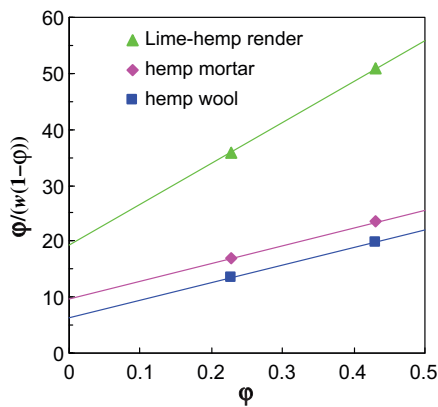


Fig. 12. Adsorption of water on hemp based materials.

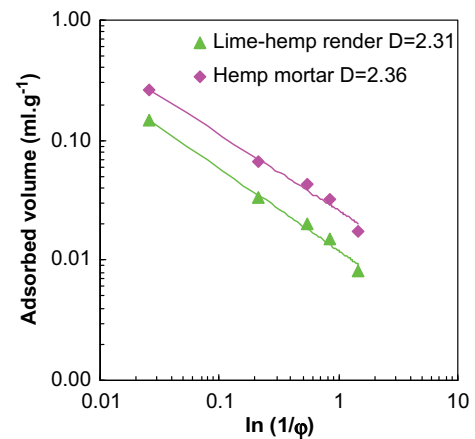


Fig. 15. Fractal analysis of the sorption isotherm.

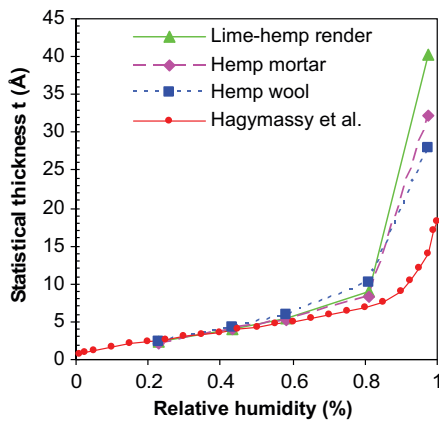


Fig. 13. Statistical thickness of adsorbed layer: comparison of studied materials to a non porous material with a C value of 5.2 studied by Hagymassy et al. [11].

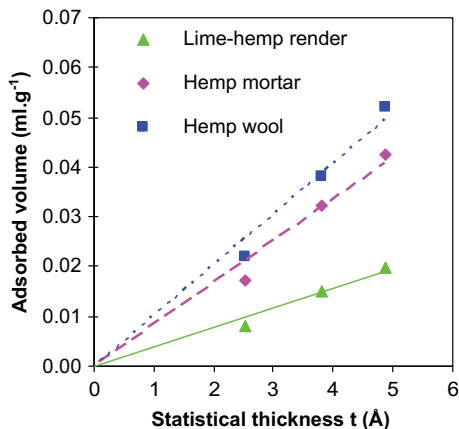


Fig. 14. Adsorbed volume against statistical thickness of adsorbed layer obtained by Hagymassy et al. [11] for a non porous material with a C value of 5.2.

pores corresponding to these relative pressures. However, a calculation was carried out considering the desorption on macropores (taking into account the surface area obtained with mercury porosimetry) and the results were similar to

those obtained previously (decreasing of volume of the first range of pores of 6.8% and 5.5%, respectively, for hemp-lime render and for hemp mortar). More, the surface areas calculated with this method are close to those calculated according to the BET method (Table 5). Thus, the mercury porosimetry would under-estimate the volume of mesopores.

4.3.3. Fractal analysis of the sorption isotherm

Lastly, if we consider that lime-hemp render and hemp mortar show a fractal structure, it is possible to evaluate the fractal dimension from the plot of adsorbed volume against $\ln(1/\phi)$ (Fig. 15). For lime-hemp render and hemp-mortar, the data can be fitted with straight lines corresponding to fractal dimension of 2.31 and 2.36, respectively. For cement materials, the fractal dimension obtained by other authors were around 2.5 [15,17]. The fractal structure of studied materials is a hypothesis that should be investigated specifying that the fractal structure can come from the matrix or from the pores of materials.

5. Conclusion

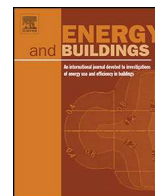
This work deals with lime-hemp render, hemp mortar and hemp wool. Hemp wool is a fibrous material, and the mercury porosimetry measure shows that lime-hemp render and hemp mortar include mesopores and mainly macropores. That is in good agreement with the water vapour sorption isotherms measured which we have classified as type II. The specific surface area are computed from mercury porosimetry and from water vapour sorption isotherms with BET method, t -method and BJH method. The results obtained by mercury porosimetry under-evaluate those obtained with other methods that are similar to each other. Lime-hemp render, hemp mortar and hemp wool show, respectively, specific surface area values of over 40, 80 and 90 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$. Moreover, the BJH method shows that lime-hemp render and hemp mortar include micropores.

At last, for these materials, the mercury porosimetry study agrees with the classification of sorption isotherms

but can not determine water vapour storage with accuracy. To analyse mass transfer and storage in such materials, water vapour measurements are essential.

References

- [1] Seyfang G. Environmental mega-conferences – from Stockholm to Johannesburg and beyond. *Global Environ Change* 2003;13:223–8.
- [2] Anink D, Boonstra C, Mark J. Handbook of sustainable building: an environmental performance method for selection of materials for use in construction and refurbishment. London: James & James; 1996.
- [3] Collet F. Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux, Ph.D., Thesis, Institut National des Sciences Appliquées, Rennes, 2004.
- [4] International Union of Pure and Applied Chemistry. Recommendations for the characterization of porous solids. *Pure and Applied Chemistry*. 1994; 66 (No. 8): pp. 1739–58.
- [5] International Union of Pure and Applied Chemistry. Reporting physisorption data for Gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure and Applied Chemistry* 1986; 57 (No. 4): pp. 603–19.
- [6] Naono H, Hakuman N. Analysis of porous texture by means of water vapour adsorption isotherm with particular attention to the lower limit of hysteresis loop. *J Colloid Interf Sci* 1993;158:19–26.
- [7] Leon y, Leon CA. New perspectives in mercury porosimetry. *Advances in Colloid and Interface Science* 1998;76–77:341–72.
- [8] Merouani L. Phénomène de sorption et de transfert d'humidité dans les bâtiments. Etude expérimentale comparative d'un mortier de ciment et d'un enduit de façade, Ph.D., Thesis, Institut national polytechnique de Grenoble, 1987.
- [9] Brunauer S, Emmet PH, Teller E. Adsorption of gases in multimolecular layers. *J Am Chem Soc* 1938;60:309–19.
- [10] Langmuir I. The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum. *J Am Chem Soc* 1918;40:1361–403.
- [11] Hagymassy J, Brunauer S, Mikhail RSH. Pore structure analysis by water vapor adsorption – I *t*-curve for water vapor. *J Colloid Interf Sci* 1969;29(3):485–91.
- [12] Barrett EP, Joyner LG, Halenda PP. The determination of pore volume and area distributions in porous substances – I computations from nitrogen isotherms. *J Am Chem Soc* 1951;73:373–80.
- [13] Pierce C. Computation of pore sizes from physical adsorption data. *J Phys Chem* 1953;57:149–52.
- [14] Pfeifer P, Obert M, Cole MW. Fractal BET and FHH theories of adsorption: a comparative study. In: Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, Fractals in the Natural Sciences, 1989, vol. 423, No. 1864, pp. 169–88.
- [15] Niklasson GA. Adsorption on fractal structures: applications to cement materials. *Cement Concr Res* 1993;23:1153–8.
- [16] Yin Y. *Langmuir* 1991;7:216.
- [17] Baroguel-Bouny V. Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons – Méthodes, analyses, interprétation, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 1994.



Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes



Florence Collet*, Julien Chamoin, Sylvie Pretot, Christophe Lanos

Université Européenne de Bretagne, Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique, Equipe Matériaux Thermo Rhéologie, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 29 November 2012

Received in revised form 15 February 2013

Accepted 3 March 2013

Keywords:

Bio-based material

Sorption isotherm

Water vapour permeability

Moisture diffusivity

Moisture buffer value

ABSTRACT

Hemp concrete is a bio-based building material the main qualities of which are its low environmental impact and its hygrothermal behaviour. Even for one kind of application (for example: wall), several compositions and manufacturing methods are encountered in the market. This study compares the hygroscopic behaviour of three hemp concretes used for building walls to identify whether composition and manufacturing have an impact on hygric properties. The investigations are based on the measurement of the sorption curve, of the water vapour permeability versus humidity and of the moisture buffer value. Moisture diffusivity is calculated from the sorption curve and from the water vapour permeability. The results underline the high transfer and storage capacities of these materials; they are classified as excellent (or nearly excellent) hygric regulators. A slight effect of porosity, connected with composition and manufacturing method, is observed.

© 2013 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

The hygrothermal behaviour of building envelopes impacts on energy needs, indoor comfort and indoor air quality. This behaviour depends on thermal and hygric properties of building materials like thermal conductivity, heat capacity, sorption curve and water vapour permeability. The use of hygroscopic materials appears as a good solution to reduce energy needs while maintaining high indoor comfort [1–4]. In order to understand and predict the hygrothermal behaviour of a building envelope implemented with such materials, numerical studies can be made. These studies are generally based on experimental data of sorption curve and water vapour permeability; and it was shown that, for hygroscopic materials, the uncertainty on this kind of data hampers reliable simulation of hygroscopic buffering [5]. In order to characterise the moisture buffering capacity of hygroscopic materials, dynamic experimental methods have thus been developed during the last 10 years [6–9]. In this study, we focus on the case of hemp concrete and we use several experimental methods to identify its hygrothermal behaviour.

Hemp concrete is a bio-based building material that was rediscovered at the end of the 20th century and has been improved over the last 20 years. Its main qualities are its low environmental impact due to bio-sourced components [10,11] and its

hygrothermal behaviour. This material is made of hemp shiv mixed with a mineral binder. According to its composition, it can be used for several applications: wall, floor and roof. Moreover, even for one kind of application, several compositions and manufacturing methods are encountered on the market. Hemp concrete shows low compressive strength [12–14] so, it is used as filling material associated with a wooden frame. From a thermal point of view, hemp concrete shows a low thermal conductivity (about 0.1 W/m/K [15,16]), so it is a good insulator that can be used without an added insulation layer. From a hygric point of view, hemp concrete was characterised with steady-state methods (sorption curve, water vapour permeability). It was shown that hemp concrete has high moisture transfer and storage capacities [17,18]. Recently, hemp concrete was also characterised with a dynamic method; it was emphasised that this material is an excellent hygric regulator [19]. Finally, the hygrothermal behaviour of hemp concrete was studied at full-scale. Pretot and Collet [20] have shown that simultaneous heat and moisture flows can lead to huge vapour pressure variations in the wall linked with sorption phenomena. Shea et al. [21] have shown that the energy performance of an experimental hemp–lime building was higher than predicted from SAP rating and *U*-value calculations. It was emphasised that relative humidity influences the dynamic behaviour of hemp concrete. Numerical studies have shown that the transient hygrothermal behaviour of hemp concrete can reduce the energy demand of a building while maintaining indoor relative humidity [22,23].

This study deals with three hemp concretes used for building walls. These materials differ in their composition and manufacturing methods: one of them is precast, the second one is sprayed and the last one is moulded. The aim of this study is to compare and analyse the hygroscopic behaviour of the three materials and to

* Corresponding author at: IUT Génie Civil, 3, rue du Clos Cour, BP 90422, 35704 Rennes, France. Tel.: +33 2 23 23 40 56; fax: +33 2 23 23 40 51.

E-mail addresses: florence.collet@univ-rennes1.fr (F. Collet), julien.chamoin@univ-rennes1.fr (J. Chamoin), sylvie.pretot@univ-rennes1.fr (S. Pretot), christophe.lanos@univ-rennes1.fr (C. Lanos).

identify whether composition and manufacturing have an impact on hygric properties. The investigations are based on the measurement of the sorption curve, the water vapour permeability and the moisture buffer value. Moisture diffusivity is then calculated versus water content from the sorption curve and the water vapour permeability.

2. Methods

2.1. Sorption isotherm

The sorption isotherm relates the amount of equilibrium moisture content to the ambient relative humidity for a given temperature.

Sorption isotherms can be measured according to continuous or discontinuous methods [24]. The continuous method consists of measuring the sorption curve under quasi-equilibrium conditions. The adsorptive is admitted (or removed) at a slow and constant rate. The variation of the amount adsorbed by the specimen, with increase (or decrease) in pressure is measured by the volumetric or gravimetric method. The discontinuous method consists of measuring the amount adsorbed by the specimen at successive stages of increasing (and then decreasing) pressure. It can be performed with desiccators and saturated salt-solutions, with climatic chambers or with DVS (dynamic vapour sorption) that has been developed to reduce the running time of measurement but can be used with small specimens only [25].

In this study, the sorption isotherms are measured according to the discontinuous method: the moisture content is determined at successive stages of increasing (and then decreasing) relative humidity. The specimens are placed in a climatic chamber (Vötsch VC4060) which regulates temperature and relative humidity. They are weighed two to three times a week. The sorption isotherm is measured at 23 ± 0.1 °C. Relative humidities used for this study are 11, 23, 33, 43, 58, 81, 90, 95 and 97%RH. The water content w is calculated from the mass of the specimen (1). In order to reduce the time of exposure (to avoid moulds growing), the kinetic of water content is modelled according to (2). The test runs until the rate between the experimental variation and the variation when steady-state is reached τ , defined in Eq. (3), is higher than 2/3. Moreover, the calculated water content at equilibrium should also show a discrepancy lower than 0.1% between the last three fits with the kinetic model.

$$w = \frac{m - m_0}{m_0} = \frac{m_w}{m_0} \quad (1)$$

w : water content (%), m : mass of wet specimen (g), m_0 : mass of dry specimen (g), m_w : mass of water (g).

$$w(t) = w_i + \Delta w(t); \text{ with } \Delta w(t) = a[1 - b \exp(-ct)] \quad (2)$$

$w(t)$: water content at time t (%), w_i : initial water content of the stage (%), $\Delta w(t)$: variation of water content within initial time and time t of the stage (%), a , b and c : fitting parameters (-).

$$\tau = \frac{w_{\text{exp},t} - w_i}{w_{\infty,t} - w_i} \quad (3)$$

$w_{\text{exp},t}$: experimental water content at time t (%), w_i : initial water content of the stage (%), $w_{\infty,t}$: water content at equilibrium, calculated with experimental values at time t (%).

Several models have been developed to describe the sorption curve [26,27]. Guggenheim [28], Anderson [29,30] and De Boer [31] have developed the GAB model (4). This model relates the water content to the specific surface area of the material for multilayer sorption. Despite it being physically valid when there is no capillary condensation; the GAB model covers a wide range of relative

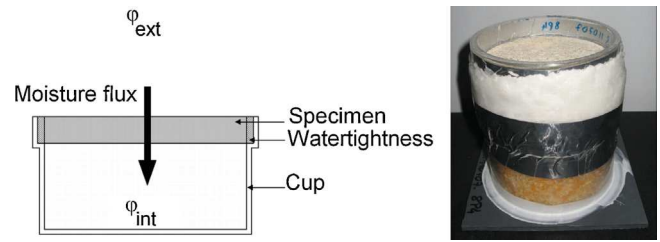


Fig. 1. Test cup.

humidity (0.05 to 0.8–0.9) and is convenient to fit experimental adsorption data all over the RH range.

$$\frac{w}{w_m} = \frac{C_G \cdot k \cdot \varphi}{(1 - k \cdot \varphi)(1 - k \cdot \varphi + C_G \cdot k \cdot \varphi)} \quad (4)$$

with w_m : the monomolecular water content (kg/kg), C_G , k : fitting parameters of the GAB model, φ : relative humidity (-).

2.2. Water vapour permeability

The water vapour permeability characterises the ability of a material to transfer moisture under a vapour pressure gradient once the steady state is reached. The commonly called “vapour permeability” includes (i) vapour transfer by diffusion (transport by collision of water molecules with each other), (ii) vapour transfer by effusion (transport by collision of water molecules with walls of pores) and (iii) liquid transfer (connected with capillary condensation).

Water vapour permeability is measured according to the cup method (EN 12572, 2001) under isothermal conditions (23 °C) for several sets of relative humidity: (0/50), (0/23), (43/58) and (58/81). These measurements were taken in adsorption. Firstly, the specimens were dried and tests were carried out from lowest RH to highest RH. Prior to each test, the specimens were stabilised to the lowest RH of the test.

The specimen is embedded at the top of the cup (Fig. 1). The relative humidity in the cup, φ_{int} , is controlled by saturated salt solutions or silica gel while the relative humidity around the cup, φ_{ext} , is controlled by air conditioning. The difference of water vapour pressures leads to a flux. The device is weighed periodically and when the gain in mass is constant, the mass rate G is calculated by linear regression of the kinetic of mass and the water vapour permeability π is then deduced:

$$G = \frac{\Delta m}{\Delta t} \quad (5)$$

$$\pi = \frac{G \cdot e}{A \cdot (\Delta p_v)} \quad (6)$$

where G : mass rate (kg/s), Δm : mass variation (kg), Δt : time (s), π : water vapour permeability (kg/(m s Pa)), e : thickness of the specimen (m), A : exposed surface area (m²), Δp_v : vapour pressure difference (Pa).

The vapour pressure is calculated from temperature and relative humidity measured during test period with the usual relationship:

$$p_v = \varphi \cdot 100 \exp \left(18.986 - \frac{4052}{235.89 + T} \right) \quad (7)$$

where T : temperature (K).

The experimental data on water vapour permeability versus relative humidity are fitted with a power law relationship according to [32]:

$$\pi = A + B \cdot \varphi^C \quad (8)$$

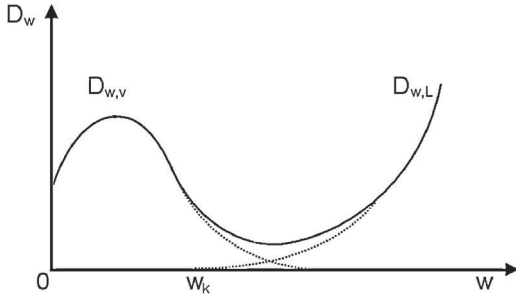


Fig. 2. Variation of hydric diffusivity versus water content according to De Vries theory [13].

2.3. Moisture diffusivity

Under the vapour pressure gradient, moisture transfer occurs through interconnected pores.

In an isothermal case, Fick's law states the relationship between the water vapour diffusion rate in air and the gradient of water vapour pressure:

$$g_v = -\delta \cdot \nabla p_v \quad (9)$$

where δ is water vapour diffusion permeability in air and p_v (Pa) is the water vapour partial pressure.

For building porous material, in large pores, vapour diffusion can be compared with the diffusion of water vapour in air. In small pores, the collision between molecules and pore walls are more numerous than collision between molecules: this mechanism is called effusion or Knudsen transport. Nevertheless, the effects of the porous structure can be described by water vapour diffusion resistance factor μ . At a macroscopic scale, moisture transfer under a vapour pressure gradient can be expressed as

$$g_h = -\pi \cdot \nabla p_v \quad (10)$$

where $\pi = \delta/\mu$ is commonly called "the vapour permeability". It was argued that π may be considered independent of temperature [33,34].

Besides, under isothermal conditions and for one-dimensional transfer, the flux of moisture can also be calculated with:

$$g_v = -\rho_0 \cdot D_u \cdot \frac{\partial w}{\partial x} \quad (11)$$

where D_u is the moisture diffusivity. Thus, the moisture diffusivity D_w of a material characterises the rate of change of its moisture content under transient moisture evolutions.

Taking the sorption isotherm into account, this equation can be rewritten as:

$$g_v = -\rho_0 \cdot D_u \cdot \frac{\partial w}{\partial \varphi} \cdot \frac{\partial \varphi}{\partial x} \quad (12)$$

Considering that the vapour pressure gradient is linear in the specimen, the relative humidity gradient is linear too and so:

$$g_v = -\rho_0 \cdot D_u \cdot \frac{\partial w}{\partial \varphi} \cdot \frac{\varphi_2 - \varphi_1}{e} = \rho_0 \cdot D_u \cdot \frac{\partial w}{\partial \varphi} \cdot \frac{1}{p_{vs}} \cdot \frac{p_{v2} - p_{v1}}{e} \quad (13)$$

So, moisture diffusivity is calculated from sorption and water vapour permeability versus ambient relative humidity with:

$$D_u = \frac{\pi \cdot P_{vs}}{\rho_0} \cdot \frac{1}{\partial w / \partial \varphi} \quad (14)$$

De Vries has shown that the variation of moisture diffusivity D_u versus water content w evolves according to three phenomena [35] (Fig. 2):

MBV [g/(m².RH)]

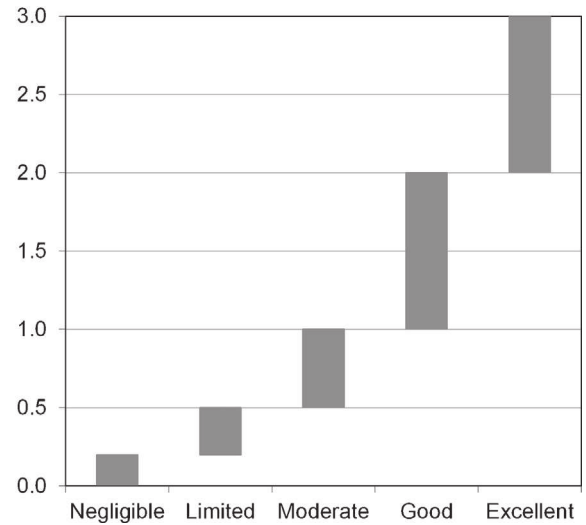


Fig. 3. Ranges for practical moisture buffer value classes [10].

- for low water content, moisture transfer is essentially due to vapour transport (diffusion and effusion). The condensed phase exists in the form of an adsorbed film or in small islands of water.
- when water content increases, small islands of water increase in number and in size, the area for vapour flux decreases and moisture transfer occurs by mechanisms of condensation and evaporation at vapour-liquid interfaces.
- then, for high water content, liquid transfer is predominant.

2.4. Moisture buffer value

The moisture buffer value MBV quantifies the moisture buffering ability of a material.

It is measured according to the method defined in the NORDTEST project. This project defines the practical moisture buffer value of materials, measured under dynamic conditions [36,6,37]. This value relates the amount of moisture uptake (and release), per open surface area, under daily cyclic variation of relative humidity according to Eq. (15). This value is mainly but not only a property of the material as the mass transfer coefficient at the boundary plays a role. Though, for many materials, the internal resistance to moisture transport is significantly larger than the convective surface resistance.

$$MBV = \frac{\Delta m}{A \cdot (RH_{high} - RH_{low})} \quad (15)$$

with MBV: moisture buffer value (kg/(m² %RH)), Δm : moisture uptake/release during the period (kg), A : open surface area (m²), $RH_{high/low}$: high/low relative humidity level (%).

The test method requires prismatic specimens to be sealed on five out of six sides. After stabilisation at (23 °C; 50%RH), specimens are exposed to daily cyclic variations: 8 h at high relative humidity (75%) followed by 16 h at low relative humidity (33%).

Within the NORDTEST project, a round robin test was held on nine representative building materials. It gave initial results and leads to a classification of moisture buffer values (Fig. 3).

The device used for MBV test consists of a climatic chamber (Vötsch VC4060) that can be controlled in the range +10 to +95 °C and 10 to 98%RH. The study is held at 23 °C. The relative humidity in the chamber is switched manually (75%RH; 33%RH). Temperature and relative humidity are measured continuously with Sensirion SHT75 sensors and with the sensor of the climatic chamber. The air velocity is measured in the surroundings of the specimens: the

Table 1
Mixes proportioning and manufacturing method of studied hemp concretes.

Material	PHC: precast hemp concrete	SHC: sprayed hemp concrete	MHC: moulded hemp concrete
Manufacturing	Precasting	Spraying	Moulding
Binder	CaO: 72% hydraulic lime: 28%	Lime based binder (Tradical 70)	Lime based binder (Tradical 70)
Hemp shiv	Usual Hemp shiv	Usual Hemp shiv	Fibered hemp shiv
Hemp/binder mass ratio	0.65	0.5	0.5
Water/binder mass ratio	1.2	0.8	1.6

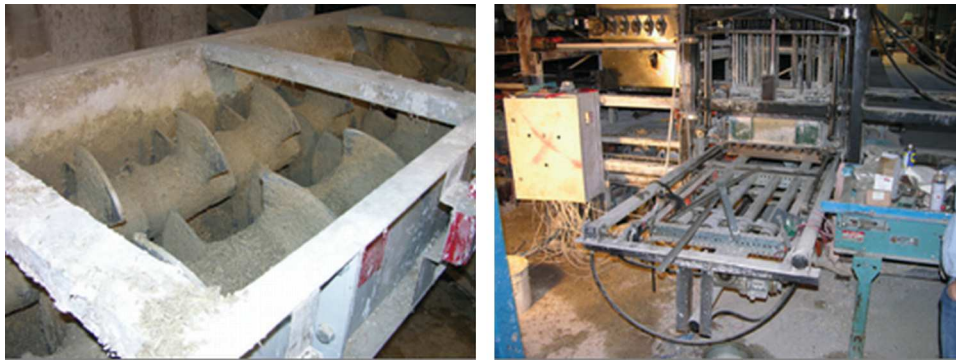


Fig. 4. Device for precasting hemp concrete (PHC) – mixer; forming process.

vertical velocity is in the range 0.07–0.14 m/s and the horizontal one is 0.1–0.4 m/s. The specimens are weighed out of the climatic chamber five times during the absorption period and eight times during the desorption period. The weighing instrument reading is 0.01 g, and its linearity is 0.01 g. The accuracy of the moisture buffer value is thus about 5%. According to the NORDTEST project, stability is reached when the change in mass is the same between the last three cycles with a discrepancy of less than 5%.

3. Materials

3.1. Composition and manufacturing

This study deals with three kinds of hemp concrete used for building walls: a precast compacted hemp concrete, a sprayed hemp concrete and a moulded hemp concrete with fibred hemp shiv. Hemp concrete proportioning is the same as usually used by our industrial partners. For this project, hemp concrete is manufactured in moulds of 30 cm × 30 cm × 16 cm. This size is representative of a wall thickness or of industrial precast blocks.

Table 1 gives the proportion of the mix and the manufacturing method of the three kinds of hemp concrete.

The precast hemp concrete (PHC) is manufactured by our industrial partner, the SME EASY Chanvre. The composition of the hemp concrete results from the optimisation of the manufacturing process used by the industrial partner. Firstly, CaO is mixed with water to obtain slaked lime. Then hydraulic lime and hemp shiv are added. The mixture is then poured in moulds and blocks are formed by compaction in the moulds under vibrations (Fig. 4).

The sprayed hemp concrete (SHC) is manufactured by our industrial partner SI2C. This SME applies hemp concrete by spraying in a vertical formwork. Hemp shiv and lime based binder (Tradical 70 – BCB) are mixed together and constitute a dry mix that is blown along a pipe by a flow of compressed air. Water is added to the mix at the end of the pipe, the quantity of which may be controlled by the operator via one valve (Fig. 5). The commercial binder is chosen according to the setting time and hardening properties of hemp concrete. For this study, hemp concrete is sprayed in stacked moulds.



Fig. 5. Device for spraying hemp concrete (SHC) – dry mixer, shutter.

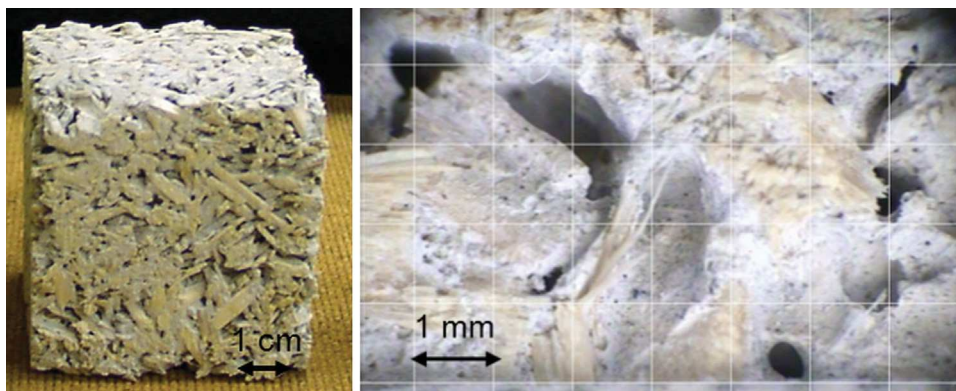


Fig. 6. Porosity of hemp concrete at macroscale.

For moulded hemp concrete (MHC), fibred hemp shiv is mixed with commercial lime-based binder (Tradical 70 – BCB) in a mixer. Water content is adjusted to obtain fresh hemp concrete with a satisfactory rheology. Moulds are filled with the mixture and the hemp concrete is slightly compacted.

Once manufactured, blocks are stabilised at 23 °C, 50%RH.

3.2. Density and porosity

Table 2 gives the apparent density at (23 °C, 50%RH), the total porosity and the open porosity of studied materials.

The apparent density of the three hemp concretes ranges between 430 and 460 kg m⁻³. It is in the range of values commonly used for walls in France [38,39], while lower values can be met elsewhere [21]. Sprayed hemp concrete and moulded hemp concrete show similar matrix density due to the fact that these mixtures are made with the same binder and with the same binder/hemp mass ratio. Their total porosity is about 79% while the total porosity of precast hemp concrete is slightly lower: 72%. Lastly, the open porosity of precast and of sprayed hemp concretes is slightly lower than 70% while it is 77% for moulded hemp concrete.

This open porosity includes a wide range of pores that are interconnected:

- at a macro scale, the porosity due to the arrangement between the hemp shiv and the hemp–binder adhesion can reach a millimetric width (Fig. 6),
- in the binder matrix, the porosity due to trapped air shows a width up to 50 μm and the porosity due to hydrates arrangement is lower than 0.01 μm (Fig. 7),
- in hemp shiv, the width of the porosity goes from 5 to 50 μm (Fig. 8).

3.3. Specimens

The representative volume of hemp concrete was studied from the variation of apparent density against volume [17]. It was shown that cubic specimens with edges of 5 cm are representative of the material. Evrard [40] also studied the representative volume element from visual analysis. He showed that specimens larger than

Table 2
Density and porosity of studied hemp concretes.

Material	PHC	SHC	MHC
Apparent density at (23 °C; 50%RH) [kg m ⁻³]	460	430	430
Matrix density [kg m ⁻³]	1655	1997	2002
Total porosity [%]	72	78	79
Open porosity [%]	68	66	77

100 cm³ (side >4.7 cm) can take into account the specific pore and particle distribution of the material.

Specimens are cut from the blocks. Their sizes are chosen to embed the representative volume of the material. So, the specimens used for sorption curves are cylinders 5 cm in diameter and 7 cm high for sprayed and moulded hemp concrete and are cubes with edges of 5 cm for precast hemp concrete. The specimens used for water vapour permeability are cylinders 5 cm thick with an exchange surface area of 10 cm in diameter. Lastly, the specimens used for the moisture buffer value are a right square prism 7 to 8 cm thick (higher than the penetration depth) and with 15 cm sides. The exposed surfaces correspond to external surfaces of blocks for the MBV test and permeability test.

For each material, the numbers of specimens used are: (i) six for the sorption curve, (ii) three for the (0/50%RH) point and one for the other points of the water vapour permeability, and (iii) six for the moisture buffer value.

4. Results and discussion

4.1. Sorption isotherms

Fig. 9 gives an example of the adsorption kinetics obtained for one specimen of sprayed hemp concrete. It is representative of the results obtained for all specimens. This figure shows the high degree of correspondence between the experimental data and the fit with the kinetic model. Thanks to this model, the time of the experiment

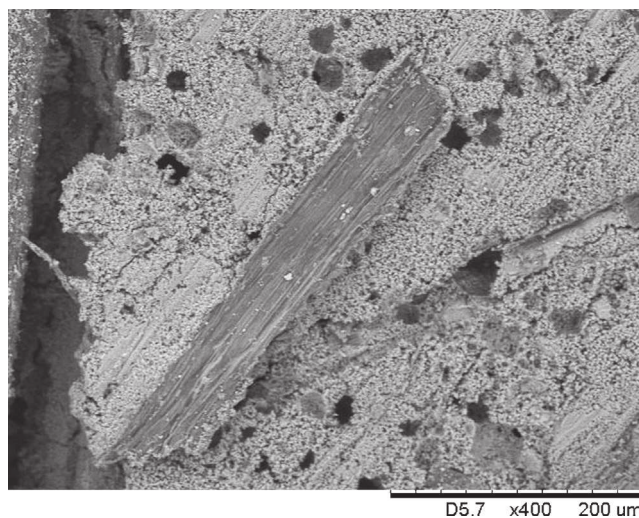


Fig. 7. MEB view of hemp concrete SHC.

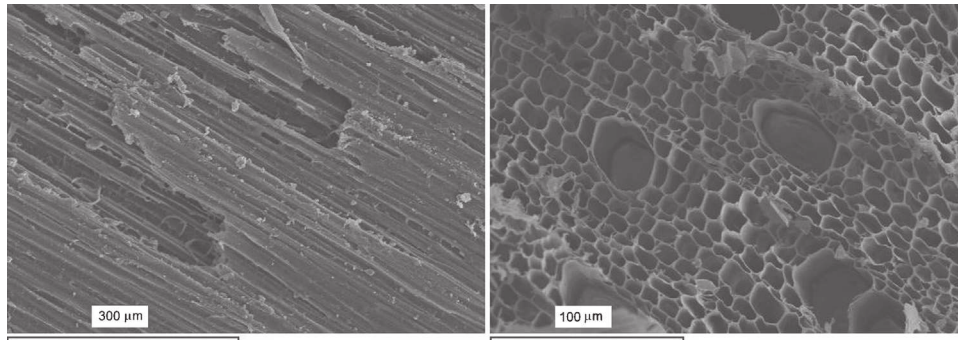


Fig. 8. MEB view of hemp shiv (left: length view, right: cross section).

is reduced to 20–40 days for each stage. The total time to measure the whole adsorption–desorption curve is about one year and nine months.

Hemp concretes are highly hygroscopic materials. Fig. 10 gives the sorption isotherms of the three studied hemp concretes. These curves are sigmoid and are classified as type II or III according to the IUPAC’s classification [24]. This is consistent with the fact that these classes are given for macroscopic media. Moreover, these sorption curves show hysteresis which extends to the lowest pressures.

The sorption curves of sprayed and moulded hemp concretes are close to each other. Their water contents are similar for adsorption and for desorption branches, leading to similar hysteresis. For low and middle relative humidity, the gravimetric water content increases slightly versus relative humidity to reach about 3% at 58%RH for the adsorption branch. For higher relative humidity, the water content strongly increases and reaches about 20% at 97%RH. The sorption curve of precast hemp concrete differs from these curves. For relative humidity lower than 81%, the water content shows slightly lower values for precast hemp concrete than for sprayed and moulded hemp concretes. The slope of the sorption curve is also lower for PHC than for SHC and for MHC. For relative humidity higher than 81%, the increase in water content is greater for precast hemp concrete leading to much higher water content: at 97%RH, the gravimetric water content is about 44%

for PHC. In this range of relative humidity, capillary condensation appears intense for PHC, while it starts gradually and occurs on a wide range of relative humidity for SHC and MHC. According to the BJH Method [27,17], in the range of relative humidity 81–97%RH, the capillary condensation occurs in pores of width from 0.005 to 0.040 μm. This size of pore is met in the skin of the cell wall of hemp shiv and in the inter-particle pores of the binder. Sprayed and moulded hemp concretes are made of the same binder and the same hemp/binder ratio so they logically show similar behaviour. Precast hemp concrete having a higher hemp/binder ratio leads to higher water content at high relative humidity. Table 3 gives the fitting parameters of the GAB model for the three hemp concretes. This fitting is held on experimental data up to 95%RH. The correlation coefficient between experimental data and fitting curves is higher than 0.998. Adding the 97%RH experimental data with the same fitting curve, the correlation coefficient remains higher than 0.98. In line with the previous comments, the parameters are similar for SHC and MHC and slightly differ for PHC.

Adsorption and desorption branches are nearly parallel over a wide range of relative humidity for the three hemp concretes (Fig. 10). The hysteresis observed for precast hemp concrete is less important than the one observed with sprayed and moulded hemp concretes, as shown in Fig. 11. For the three materials, the highest hysteresis is observed around 80%RH. At middle relative humidity, the hysteresis is about 4% for the sprayed and the moulded hemp concretes and slightly lower than 3% for the precast hemp concrete. This hysteresis is commonly explained by the capillary condensation hysteresis, the contact angle hysteresis and the ink-bottle effect [41]. After desorption, an outgas at higher temperature leads to lower residual moisture content values. So, the low pressure hysteresis can be attributed on the one hand to the presence of micropores and on the other hand to irreversible uptake of molecules in pores (or through pore entrances) of the same width as that of the adsorbate, or to irreversible chemical interaction of the adsorbate with the adsorbent [24]. Lastly, a part of the residual mass may also be due to the start of lime carbonation that probably occurred during the tests at high relative humidity.

Xie et al. [25] provide an example of adsorption–desorption curve of pure hemp shiv and Zaknونة [42] gives desorption curves of used hemp shiv. These curves are similar to each other. They are sigmoid and reach 25% of moisture content at highest relative

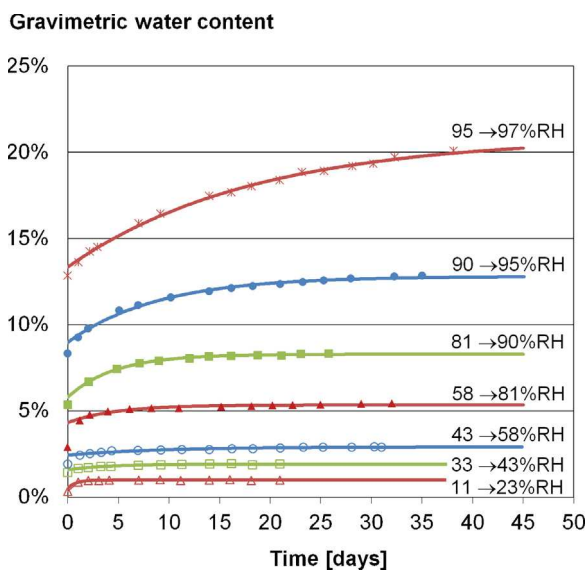


Fig. 9. Kinetics of adsorption of one specimen of sprayed hemp concrete (points: experimental data – lines: model of kinetic).

Table 3
Fitting parameters of the GAB model for the three hemp concretes.

Material	PHC	SHC	MHC
w_m	0.0104	0.0130	0.0124
C_G	0.8586	6.5615	2.1928
k	1.0021	0.9463	0.9499

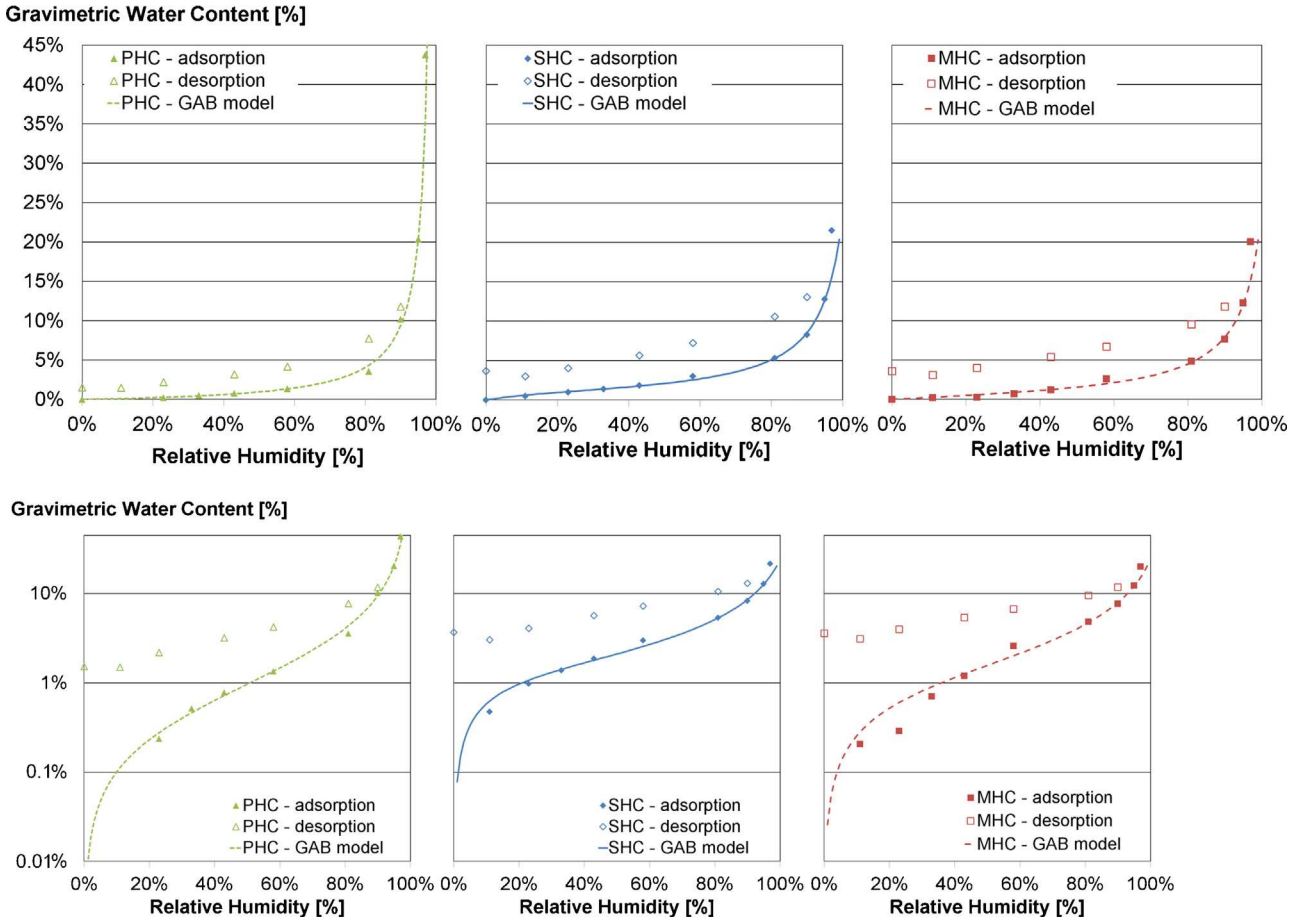


Fig. 10. Sorption isotherm of studied hemp concretes – top: linear plot; bottom: semilogarithmic plot.

humidity. At low and middle relative humidity, their water content ranges from about 3.5% at 20%RH and 16% at 80%RH. Moreover, the hysteresis remains lower than 2% over the RH range. So, hemp concretes show lower sorption curves than hemp shiv but induce larger hysteresis. The porosity of the binder largely influences the hygroscopic behaviour of the mix.

4.2. Water vapour permeability

Fig. 12 gives an example of the kinetic of mass during a water vapour permeability test. For all the tests, the steady state is reached after ten to twenty days. The test goes on up to the saturation of silica gel or of saturated salt solutions. The water vapour permeability is then calculated from the slope of the kinetic of mass along 20–40 days during steady-state.

Fig. 13 gives the variation of moisture permeability versus ambient relative humidity for the three hemp concretes. Experimental data are fitted with a power law relationship (8). The fitting parameters are given in Table 4.

Moulded hemp concrete shows a slight increase of water vapour permeability from 1.7×10^{-11} to $6.2 \times 10^{-11} \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$. Sprayed and precast hemp concretes show similar results with a nearly constant value of water vapour permeability for low and middle relative humidity (about 3.2×10^{-11} ,

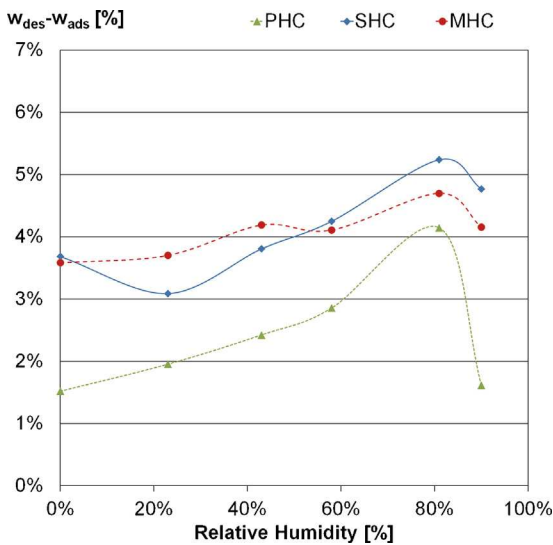


Fig. 11. Hysteresis loop between adsorption and desorption branches versus relative humidity.

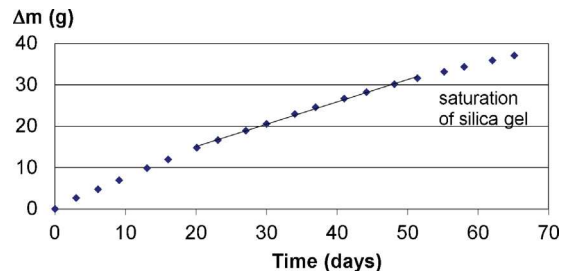


Fig. 12. Kinetic of mass of one specimen of precast hemp concrete during the cup test.

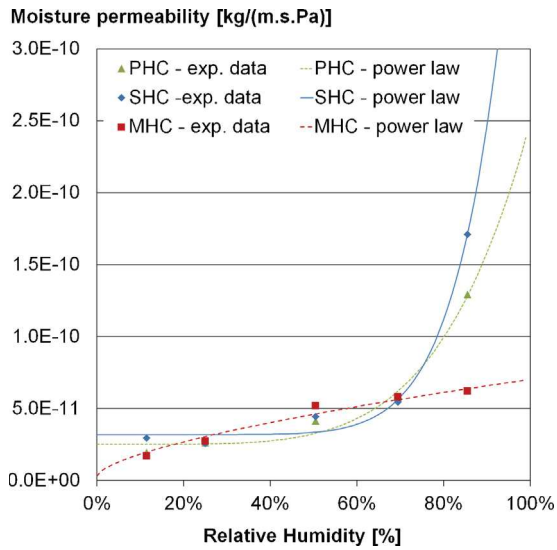


Fig. 13. Variation of moisture permeability versus ambient relative humidity.

Table 4
Variation of water vapour permeability versus relative humidity: fitting parameters of the power–law relationship.

Material	PHC	SHC	MHC
A	2.52E–11	3.19E–11	3.24E–12
B	2.24E–10	5.18E–10	6.70E–11
C	4.94	8.38	0.65

resp. $2.5 \times 10^{-11} \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$). For high relative humidity, an abrupt increase appears: moisture permeability reaches $1.7 \times 10^{-10} \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$ (resp. 1.3×10^{-10}). The increase of the water vapour permeability with relative humidity is due to the enhancement of macroscopic moisture transport induced by microscopic liquid transfer in water filled pores (due to capillary condensation). For hysteretic materials, the water vapour permeability thus depends on the moisture content [43].

Fig. 14 shows the variation of moisture permeability versus water content considering the main adsorption curve for the determination of water content. For lowest values of water content (up to 4%), the moisture permeability is similar for the three hemp concretes and follows a power law relationship. For highest

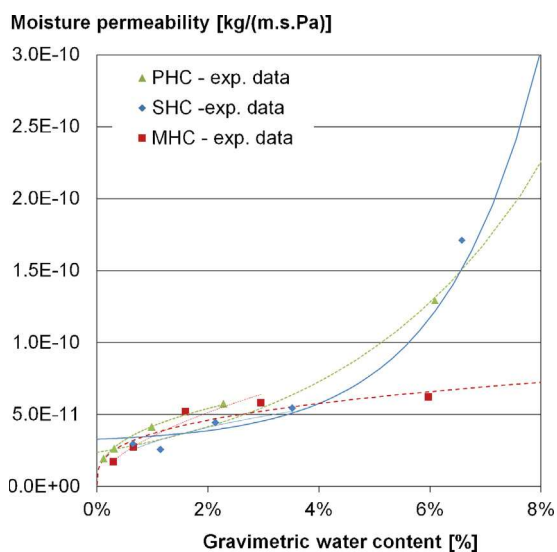


Fig. 14. Variation of moisture permeability versus gravimetric water content.

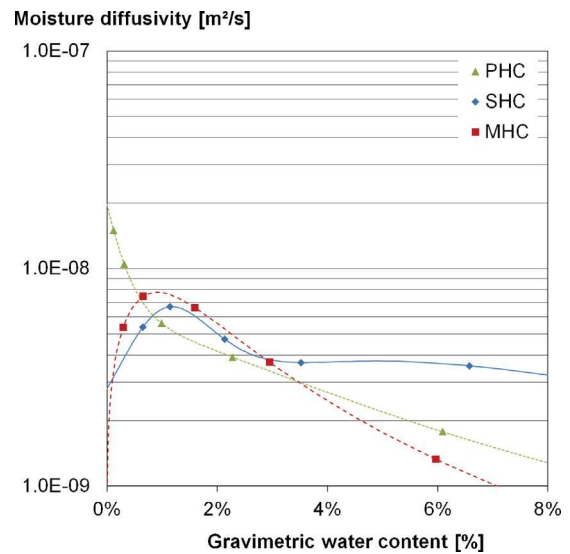


Fig. 15. Variation of moisture diffusivity versus gravimetric water content.

values of water content, the moisture permeability of moulded hemp concrete evolves following the same fitting curve while sprayed and precast hemp concrete show an exponential increase. This underlines the efficiency of microscopic liquid flow due to capillary condensation in open porosity.

4.3. Moisture diffusivity

Fig. 15 gives the variation of moisture diffusivity versus gravimetric water content. The hydric diffusivity is in the range 1.3×10^{-9} to $1.5 \times 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$. The shape of these curves is in agreement with De Vries theory: the first wave corresponding to hydric diffusivity under vapour transfer is observed. For precast hemp concrete, only the decrease of diffusivity is perceived. At lowest water content, the moisture diffusivity of precast hemp concrete is highest. It soon becomes the lowest: when water content reaches 0.8%. Moulded and sprayed hemp concretes show similar variation of hydric diffusivity. In a first part, the moisture diffusivity increases up to $7.8 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ (resp. $6.7 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$) for water content equal to 0.9% (resp. 1.1%). Moisture transfer occurs through a “diffusion and effusion of vapour” phase. Then moisture diffusivity decreases in a similar way for the two materials. Due to capillary condensation, moisture transfer occurs by mechanisms of condensation and evaporation at vapour–liquid interfaces. When moisture content is equal to 3%, the moisture diffusivity reaches down to $3.7 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$. Lastly, the moisture diffusivity of sprayed hemp concrete is nearly constant while it goes on decreasing for moulded hemp concrete. For sprayed and moulded hemp concrete, the sorption curves being very close to each other, the difference in moisture diffusivity is mainly due to the difference in moisture permeability for high water content (i.e. RH).

4.4. Moisture buffer value

Fig. 16 gives an example of the kinetic of mass during the test. The kinetic is similar for all the specimens of the three hemp concretes. The steady state is reached from the fourth cycle: the change in mass Δm and the moisture buffer value vary less than 5% within each cycle.

Table 5 gives the average value of the moisture buffer value calculated from cycles 4 to 7 in adsorption, desorption and the average for the three materials. The value is very slightly higher in desorption than in adsorption.

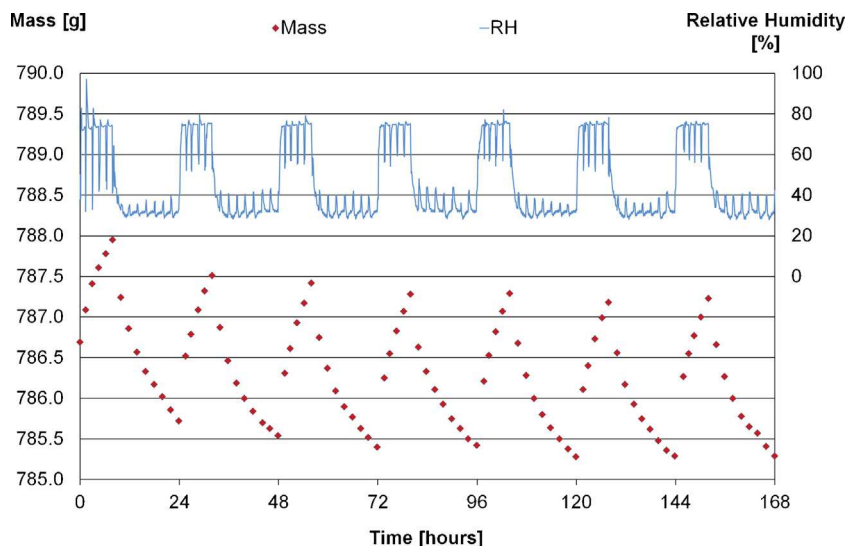


Fig. 16. Moisture uptake and release for the specimen SHC 4.5 and monitored relative humidity.

Table 5

Moisture buffer value in adsorption, desorption and average for the three kind of hemp concrete.

Material	PHC	SHC	MHC
MBV – adsorption [g/(m ² %RH)]	1.91	2.14	2.12
MBV – desorption [g/(m ² %RH)]	1.97	2.15	2.17
MBV – average [g/(m ² %RH)]	1.94	2.15	2.14

Sprayed and moulded hemp concretes show similar values of MBV (respectively 2.15 and 2.14 g/(m² %RH) in average) while precast hemp concrete shows a lower value (1.94 g/(m² %RH)).

This is consistent with the results obtained previously. Actually, the moisture buffer value is proportional to the moisture effusivity of the material [36]. The moisture effusivity is linked to the moisture permeability and to the derivative of the sorption isotherm [6]. As the precast hemp concrete shows a lower derivative of sorption curve and a smaller hysteresis than sprayed and moulded hemp concrete, it has a lower moisture buffering capacity. Thus, its moisture buffer value is logically lower than the one for SHC and MHC.

Lastly, according to the classification of the NORDTEST Project, these materials appear as excellent (MBV > 2 g/(m² %RH)) or nearly excellent (good: 1 < MBV < 2 g/(m² %RH)) hygric regulators.

5. Conclusions

The three studied materials are highly porous, with open and interconnected porosity. The results underline their high moisture transfer and storage capacities; they are classified as excellent (or nearly excellent) hygric regulators.

The results obtained for sorption curves are very close for two of the three hemp concretes (SHC and MHC): these materials are made of the same binder and the same hemp shiv/binder ratio. The sorption curve of the third hemp concrete (PHC) leads to lower moisture content for low and middle relative humidity. For high relative humidity, the moisture variation is more abrupt, in connection with capillary condensation phenomena in open porosity (cell wall of hemp shiv and inter-particles porosity of binder). The three hemp concretes show a high hysteresis loop between adsorption and desorption curves. The hysteresis is slightly lower for the precast hemp concrete. The water vapour permeability of the three hemp concretes is high (1.7×10^{-11} to 1.7×10^{-10} kg m⁻¹ s⁻¹ Pa⁻¹). For two of the three materials

(PHC and SHC), it increases widely at high relative humidity, in connection with microscopic liquid flow in open porosity. The moisture diffusivity ranges between 1.3×10^{-9} and 1.5×10^{-8} m²/s and is essentially linked to vapour transfer, while liquid transfer appears negligible for relative humidity lower than 80%. Lastly, in the same way as for sorption curves, the moisture buffer values of two materials (SHC and MHC) are close while it is slightly lower for the third one (PHC). For the three hemp concretes, the moisture buffer values are excellent, showing the ability of the material to regulate ambient relative humidity. Finally, it seems that the composition and the manufacturing method have a low, but non negligible, impact on hygric properties of hemp concretes.

All these data appear necessary to simulate the hygrothermal behaviour of the building envelope. The use of sorption curve and water vapour permeability alone cannot lead to a good prediction of hysteretic behaviour. Actually, it was shown that uncertainty on this kind of data hampers reliable simulation of hygroscopic buffering [5]. Moreover, measurement of the sorption curve and water vapour permeability is long and tedious. So, dynamic testing of the moisture buffer value is a good additional dynamic test to evaluate the moisture buffer capacity of materials. Additionally, the data from this test can be used for benchmarking buffering models but does not lead directly to sorption and permeability values. A reverse method should be built to identify characteristic parameters from an MBV test.

Lastly, it should be emphasised that the moisture buffering capacity of these materials would allow energy savings while maintaining adequate air quality and hygrothermal comfort [22,23]. However, in most cases, hemp concrete is plastered. The slight difference between the three hemp concretes would thus probably be reduced once they have been plastered, while the moisture buffering capacity of the wall would be lower.

Acknowledgments

This article presents results following the French national project ANR-06-MAPR-0002 “Béton de chanvre” – Programme MAPR 2006 and the Breton regional project “PRIR Ecomatx”. These projects were conducted with the financial support of the French National Research Agency (ANR) and the Brittany Regional Council.

The authors thank the SMEs Easy Chanvre and S12C for their contribution to the manufacturing of hemp concrete.

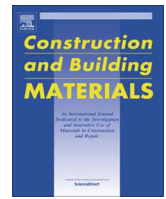
References

- [1] S. Cerolini, M. D'Orazio, C. Di Perna, A. Stazi, Moisture buffering capacity of highly absorbing materials, *Energy and Buildings* 41 (2009) 164–168.
- [2] C.J. Simonson, M. Salonvaara, T. Ojanen, Heat and mass transfer between indoor air and a permeable and hygroscopic building envelope: part 1 – field measurements, *Journal of Thermal Envelope and Building Science* 28 (1) (2004) 63–101.
- [3] C.J. Simonson, M. Salonvaara, T. Ojanen, Heat and mass transfer between indoor air and a permeable and hygroscopic building envelope: part 2 – verification and numerical studies, *Journal of Thermal Envelope and Building Science* 28 (2) (2004) 161–185.
- [4] O.F. Osanyintola, C.J. Simonson, Moisture buffering capacity of hygroscopic building materials: experimental facilities and energy impact, *Energy and Buildings* 38 (2006) 1270–1282.
- [5] S. Roels, P. Talukdar, C. James, C.J. Simonson, Reliability of material data measurements for hygroscopic buffering, *International Journal of Heat and Mass Transfer* 53 (2010) 5355–5363.
- [6] C. Rode, R. Peuhkuri, K.K. Hansen, B. Time, K. Svennberg, J. Arvidsson, T. Ojanen, Moisture buffer value of materials in buildings, *Journal of ASTM international* 4 (May (5)) (2007).
- [7] Japanese Industrial Standard A 1470-1, Determination of water vapour adsorption/desorption properties for building materials: part 1 – response to humidity variation, 2008.
- [8] ISO/DIS 24353, Hygrothermal performance of building materials and products – determination of moisture adsorption/desorption properties in response to humidity variation, 2006.
- [9] O.F. Osanyintola, P. Talukdar, C.J. Simonson, Effect of initial conditions, boundary conditions and thickness on the moisture buffering capacity of spruce plywood, *Energy and Buildings* 38 (2006) 1283–1292.
- [10] M.-P. Boutin, C. Flamin, S. Quinton, G. Gosse, Etude des caractéristiques environnementales du chanvre par l'analyse de son cycle de vie, INRA Lille, France, 2005 (in French).
- [11] C. Garnier, S. Prétot, F. Collet, Life assessment of hemp concrete wall manufactured by spraying, in: 2nd International conference on building energy and environment, Boulder, Colorado, 2012.
- [12] S. Elfordy, F. Lucas, F. Tancret, Y. Sculler, L. Goudet, Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete (“hemcrete”) manufactured by projection process, *Construction and Building Materials* 22 (10) (2008) 2116–2123.
- [13] L. Arnaud, E. Gourlay, Experimental study of parameters influencing mechanical properties, *Construction and Building Materials* 28 (2012) 50–56.
- [14] P.B. de Bruijn, K.H. Jeppson, K. Sandin, C. Nilsson, Mechanical properties of lime–hemp concrete containing shives and fibres, *Biosystems Engineering* 103 (4) (2009) 474–479.
- [15] L. Arnaud, Mechanical and thermal properties of hemp mortars and wools: experimental and theoretical approaches, in: 3 Symp Int of bioresource hemp, 2000.
- [16] S. Pretot, F. Collet, P. Glouannec, V. Lang, Variation des propriétés thermiques de bétons de chanvre en fonction de la formulation, in: Congrès français de thermique-Efficacité énergétique, Vannes, Tome 2, Editions Société Française de Thermique, 2009, pp. 865–870, ISBN 2-905267-67-2 (in French).
- [17] F. Collet, M. Bart, L. Serres, J. Miriel, Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials, *Construction and Building Material* 22 (2008) 1271–1280.
- [18] A. Evrard, A. De Herde, Hygrothermal performance of lime–hemp wall assemblies, *Journal of Building Physics* 34 (2010) 15–25.
- [19] F. Collet, S. Pretot, Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete, *Construction and Building Materials* 36 (2012) 58–65.
- [20] S. Pretot, F. Collet, Experimental Study of Hygrothermal Behavior of a Hemp Concrete Wall (Without and With Coating), in: 2nd International Conference on Building Energy and Environment, Boulder, Colorado, August 1–4, 2012.
- [21] A. Shea, M. Lawrence, P. Walker, Hygrothermal performance of an experimental hemp–lime building, *Construction and Building Materials* 36 (2012) 270–275.
- [22] A. Evrard, A. De Herde, Hygrothermal performance of lime–hemp wall assemblies, *Journal of Building Physics* 34 (2010) 15–25.
- [23] A.D. Tran Le, C. Maalouf, T.H. Mai, E. Wurtz, F. Collet, Transient hygrothermal behavior of a hemp concrete building envelope, *Energy and Buildings* 42 (2010) 1797–1806.
- [24] International Union of Pure and Applied Chemistry, Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity, *Pure and Applied Chemistry* 57 (4) (1986) 603–619.
- [25] Y. Xie, C.A.S. Hill, Z. Jalaludin, S.F. Curling, R.D. Anandjiwala, A.J. Norton, G. Newman, The dynamic water sorption behaviour of natural fibres and kinetic analysis using the parallel exponential kinetics model, *Journal of Materials Science* 46 (2011) 479–489.
- [26] S. Brunauer, P.H. Emmet, E. Teller, Adsorption of gases in multimolecular layers, *Journal of the American Chemical Society* 60 (1938) 309–319.
- [27] E.P. Barrett, L.G. Joyner, P.P. Halenda, The determination of pore volume and area distributions in porous substances – I. Computations from nitrogen isotherms, *Journal of American Chemical Society* 73 (1951) 373–380.
- [28] E.A. Guggenheim, *Application of Statistical Mechanics*, Clarendon Press, Oxford, 1966 (Chapter 11).
- [29] R.B. Anderson, Modifications of the Brunauer, Emmett and Teller, *Journal of the American Chemical Society* 68 (4) (1946) 686–691.
- [30] R.B. Anderson, W.K. Hall, Modifications of the Brunauer, Emmett and Teller, equation II, *Journal of the American Chemical Society* 70 (5) (1948) 1727–1734.
- [31] J.H. De Boer, *The Dynamical Character of Adsorption*, Clarendon Press, Oxford, 1953.
- [32] G.H. Galbraith, R.C. McLean, J. Guo, Moisture permeability data presented as a mathematical function applicable to heat and moisture transport models, in: *Building Simulation 1997*, Prague, Czech Republic, P200, September 8–10, 1997.
- [33] R. McLean, G. Galbraith, C. Sanders, Moisture transmission testing of building materials and the presentation of vapor permeability values, *Building Research and Practice* 2 (1990) 82–91.
- [34] A. Tveit, Measurements of moisture sorption and moisture permeability of porous materials, report 45, Norwegian Building Research Institute, Oslo, 1966.
- [35] D.A. De Vries, Simultaneous transfer of heat and moisture in porous media, *Eos, Transactions, American Geophysical Union* 39 (1958) 909–916.
- [36] C. Rode, *Moisture Buffering of Building Materials*, Report BYG-DTU R-126, 2005, ISSN 1601-2917, ISBN 87-7877-195.
- [37] R. Peuhkuri, C. Rode, Using dynamic moisture loading tests for the determination of moisture buffer value, in: Annex 41 Meeting, Montreal, 16–18 May, 2005.
- [38] S. Amziane, L. Arnaud (Eds.), *Bio-aggregate-based Building Materials: Applications to Hemp Concretes*, ISTE Ltd. and John Wiley & Sons Inc., 2013, ISBN 9781848214040.
- [39] Règles Professionnelles d'Exécution d'Ouvrage en Bétons de Chanvre, Association Construire en chanvre, 2007 (in French).
- [40] A. Evrard, Transient hygrothermal behavior of Lime–Hemp materials, Ph.D. Thesis, Université catholique de Louvain, 2008.
- [41] H. Derlyun, D. Derome, J. Carmeliet, E. Stora, R. Barbarulo, Hysteretic moisture behavior of concrete: modelling and analysis, *Cement and Concrete Research* 42 (2012) 1379–1388.
- [42] A. Zaknoute, Etude du comportement thermohydrrique de matériaux « chanvre-chaux » lors de la phase de séchage – estimation par technique inverse des propriétés hydriques, Ph.D. Thesis, Université de Bretagne Sud, December 2011 (in French).
- [43] D. Derome, H. Derlyun, W. Zillig, J. Carmeliet, Model for hysteretic moisture behavior of wood, *Proceedings of the Nordic Symposium on Building Physics 2* (2008) 959–966.



Contents lists available at ScienceDirect

Construction and Building Materials

journal homepage: www.elsevier.com/locate/conbuildmat

Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content



Florence Collet*, Sylvie Pretot

Université Européenne de Bretagne, Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique, Equipe Matériaux Thermo Rhéologie, France

HIGHLIGHTS

- Thermal conductivity of hemp concrete is investigated.
- This study focuses on the effect of density and water content.
- Several formulations are studied, in link with end-use.
- This study is based on experimental investigations and numerical modelling.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 31 January 2014

Received in revised form 16 April 2014

Accepted 15 May 2014

Keywords:

Experimental

Hot wire

Self-consistent scheme

Hemp concrete

ABSTRACT

This study investigates the effect of formulation, density and water content on the thermal conductivity of hemp concretes. The investigations are based on experimental measurements and on self-consistent scheme modelling. The thermal conductivity of studied materials ranges from 90 to 160 mW/(m K) at (23 °C; 50%RH). The impact of density on thermal conductivity is much more important than the impact of moisture content. It is shown that the thermal conductivity increases by about 54% when the density increases by 2/3 while it increases by less than 15–20% from dry state to 90%RH.

© 2014 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

In a context of sustainable development, green buildings aim at reducing the environmental impacts of buildings while also ensuring high indoor environmental quality (comfortable and healthy). The main impacts of buildings on the environment are due to consumption of resources (energy, raw material, water, etc.) and to emissions (greenhouse gas, pollution, wastes, etc.). Thus, green buildings should be energy efficient while showing a light footprint on the environment over the entire life-cycle.

The energy efficiency of buildings depends on the hygrothermal behaviour of the building envelope and on the performance of systems. This behaviour is related to hygric and thermal properties of constitutive materials. Among these properties, the thermal conductivity is dependent on several parameters such as density, water content and temperature. The bibliography provides studies

on the effect of density, of moisture content and of temperature on the thermal conductivity of building materials. For example, Uysal et al. studied the effect of cement dosage and of prumice aggregate ratio on density and thermal conductivity of concrete [42]. In all studied cases, the thermal conductivity increases with density. The prumice aggregate allows reducing the thermal conductivity by 46% while reducing the density by 40%. Del Coz Díaz et al. measured the thermal conductivity of lightweight concrete produced from expanded clay. The thermal conductivity increases from 176 to 256 mW/(m K) when the density increases from 973 to 1362 kg/m³ at 23 °C, 50%RH. [5] have shown that the addition of wood shaving in dune sand concrete allows reducing the thermal conductivity from 1.20 to 0.55 W/(m K) while reducing the density from 2100 to 1400 kg/m³ [5]. In addition, even if literature mainly provides dry state values, the thermal conductivity of hygroscopic materials increases with moisture content. For example, from dry state to saturated state, (i) the thermal conductivity of autoclaved aerated concrete increases up to six times [26] and (ii) the thermal conductivity of wood-concrete composite increases up to 2.76 times [40]. For lightweight concrete, the thermal conductivity increases by 2 from dry state to 100%RH [17]. These authors give

* Corresponding author. Address: IUT Génie Civil, 3, rue du Clos Courtel, BP 90422, 35704 Rennes, France. Tel.: +33 2 23 23 40 56; fax: +33 2 23 23 40 51.

E-mail addresses: florence.collet@univ-rennes1.fr (F. Collet), sylvie.pretot@univ-rennes1.fr (S. Pretot).

mathematical expression which defines the relationship between density, moisture content and thermal conductivity. Finally, Jer-man et al. show that the dependence of thermal conductivity on temperature is less important than its dependence on moisture content for temperatures between 2 and 30 °C [26].

Bio-based building materials are derived from renewable biological resources. So, they are an answer to the problem of resource depletion. They are drawn from various raw materials such as wood [1], coconut [2], diss [36], sunflower [7], hemp, etc. Hemp straw provides two products used in building materials. Fibbers are used to produce insulating panels [4,13] and shiv are used as bio-aggregate in hemp composites (concrete, render, etc.). Hemp concrete is used for several applications: wall, floor or roof. The main difference between applications is the hemp to binder ratio in the mix. Furthermore, hemp concrete can be produced by spraying, moulding or precasting.

Hemp concrete is environmentally friendly as it is made of a renewable raw material (hemp) and as it allows carbon sequestration [10,25,31]. Hemp concrete is highly porous, with open and interconnected porosity. It is a lightweight material with densities between 200 and 600 kg/m³, depending on application [3]. Therefore, it shows quite low thermal conductivity, about 100 mW/(m K) for a walling application [4] similar to other building materials with comparable density (cellular concrete for example). The thermal conductivity of hemp concrete depends on the amount of shiv which impacts density. For hemp percentage in weight between 20% and 40%, the density decreases from 611 to 369 kg/m³ and the thermal conductivity decreases from 140.8 to 94.7 W/(m K) [6]. The open and interconnected porosity allows moisture transfer and storage. The hygric characteristics of the material are moisture permeability and sorption curves that are representative of steady state. Previous studies have shown that hemp concrete is strongly hygroscopic, with high moisture transfer and storage capacities (water vapour permeability about 3.2E–11 kg/(m s Pa) and sigmoid sorption curves with high hysteresis loop between adsorption and desorption curves) [12,14]. These properties allow hemp concrete to moderate ambient relative humidity variations. This ability is quantified through the Moisture Buffer Value of the material. Studies performed following the Nordtest Project classify hemp concrete from good to excellent hygric regulator (MBV around 2 g/(m² %RH)) [33,15,14]. For comparison, the MBV of cellular concrete is about 1 g/(m² %RH) [33]. Studies performed at wall, or building scale have highlighted sorption/desorption or condensation/evaporation phenomena in hemp concrete wall [30,37]. These phenomena involve binding or latent energy that impact energy balance of the wall. Thus, hemp concrete shows high hydrothermal performances which allow energy saving and high indoor comfort [41,20]. For example, Tran Le et al. performed a numerical study to compare hemp concrete behaviour to that of cellular concrete. They found that hemp concrete induces a reduction ranging from 15% to 45% in energy consumption, depending on ventilation strategy.

Actually, the energy needs (and indoor comfort) can be simulated thanks to dynamic thermal modelling which requires, among input data, the hydric and thermal properties of building materials. Such numerical models should take into account the variation of hydric and thermal properties with hygrothermal state like the variation of hydric properties with temperature or the variation of thermal properties with humidity.

This study deals with the thermal conductivity of five hemp concretes that differ from formulation. Firstly, the thermal conductivity of hemp concretes is studied versus formulation. The impact of raw materials and hemp to binder ratio is highlighted. Then, the increase of thermal conductivity with dry density and water content is considered. The investigations are based on experimental measurements and on self consistent scheme modelling.

2. Materials

2.1. Formulations and production methods

Hemp concrete is a bio-aggregate-based building material made of hemp shiv and binder. This study investigates five hemp concretes that differ from formulation and production method. This work was supported by two industrial partners. The studied materials are representative of the materials usually produced by the partners.

The spraying method consists in mixing hemp shiv and lime-based binder to constitute a dry mix that is blown along a pipe by means of a flow of compressed air. Water is added just before the hose outlet, the quantity of which may be controlled by the operator via one valve. This allows reducing the quantity of water compared to conventional mixing which requires more water due to the absorption capacity of hemp shiv. In this study, hemp concrete is sprayed into moulds (Fig. 1). Three hemp to binder ratios are considered regarding practices: wall, floor and roof (Table 1). Moreover, the spraying method induces small density variation due to the angle and the distance of spraying [18], so three densities of sprayed hemp concrete are considered (light, medium and heavy) for the wall mix.

The moulding method consists in mixing hemp shiv and lime-based binder in a mixer. Water content is adjusted to obtain a consistent workability of fresh hemp concrete. Moulds are filled with the mixture and the hemp concrete is slightly compacted.

The precasting method results from an industrial process. Firstly, slaked lime is produced from CaO and water. Hydraulic lime and hemp shiv are then added and the mixture is poured into moulds. Blocks are finally formed by compaction under vibrations (Fig. 2).

For this study, for all formulations and production methods, hemp concrete is manufactured in moulds of 30 cm × 30 cm × 16 cm (Figs. 1 and 2). This size is representative of a wall thickness or of industrial precast blocks. Once produced, blocks are stabilized at 23 °C, 50%RH. Then, the blocks are cut to obtain 15 × 10 × 5 cm³ specimen. For SHC roof and for PHC, it was not possible to cut the blocks because they were exfoliating. For these materials the measurement are performed on blocks at (23 °C; 50%RH) only. Table 1 summarises the mix proportioning and manufacturing method of studied hemp concretes: Sprayed Hemp Concrete (SHC), Moulded Hemp Concrete (MHC) and Precast Hemp Concrete (PHC).

2.2. Density and porosity

Density is calculated from mass and dimensions of specimens. Porosity is measured by pycnometry. Table 2 gives the apparent density at (23 °C, 50%RH) and the total porosity of studied materials.

For sprayed hemp concretes, the apparent density ranges from 260 kg/m³ for roof to 460 kg/m³ for floor. For wall mix, it ranges from 390 kg/m³ for light wall to 460 kg/m³ for heavy wall. The moulded hemp concrete shows an apparent density of 381 kg/m³ while the precast one shows an apparent density of 457 kg/m³. These values are consistent with the values commonly found in literature [3].

The total porosity of studied hemp concretes ranges from 72% for precast hemp concrete to 85% for sprayed hemp concrete roof. This high porosity includes a wide range of pores from micrometric pores in binder matrix and hemp shiv to millimetric pores due to the arrangement between the hemp shiv and to the hemp–binder adhesion [12].

3. Methods

3.1. Experimental investigation of thermal conductivity

3.1.1. Hot wire method

The thermal conductivity λ (W m⁻¹ K⁻¹) was measured using the commercial CT-meter device. In this study, this device was equipped with a five-centimeter-long hot wire (Fig. 3). The measurement is based on the analysis of the temperature rise versus heating time. For cylindrical geometry, Blackwell [8] and Carslaw and Jaeger [44] solve the equation of heat conduction for a two media system including (i) the probe, assumed as an ideal infinitely thin and long line heating source, and (ii) the studied material, that constitutes an infinite surrounding and is supposed to be homogeneous and isotropic. For a sufficiently long time, there is a proportional relationship between temperature rise ΔT and logarithmic heating time ($\ln(t)$) (Fig. 3) (1):

$$\Delta T = \frac{q}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} (\ln(t) + K) \quad (1)$$

where q is the heat flow per metre (W m⁻¹) and K is a constant including the thermal diffusivity of the material.



Fig. 1. Spraying method (left: mixer, right: spraying hose).

Table 1
Mixes proportioning and manufacturing method of studied hemp concretes.

Material	Implementation	Binder	Hemp shiv	Hemp/binder mass ratio
SHC wall: sprayed hemp concrete – wall	Spraying	Commercial lime-based binder ^a	Commercial defibered hemp shiv	0.5
SHC Floor: sprayed hemp concrete – floor	Spraying	Commercial lime-based binder ^a	Commercial defibered hemp shiv	0.4
SHC roof: sprayed hemp concrete – roof	Spraying	Commercial lime-based binder ^a	Commercial defibered hemp shiv	1
MHC: Moulded Hemp Concrete (wall)	Moulding	Commercial lime-based binder ^a	Commercial fibered hemp shiv	0.5
PHC: precast hemp concrete (wall)	Precasting	CaO: 72% Hydraulic lime: 28%	Defibered hemp shiv	0.65

^a Lime-based binder made of 75% of hydrated lime (98% Cao), 15% of hydraulic binder and 10% of pozzolanic binder.



Fig. 2. Precasting method (left: mixer, right: block press).

Table 2
Density and porosity of studied hemp concretes.

Material	Apparent density at (23 °C; 50%RH) (kg m ⁻³)	Total porosity <i>n</i> (%)
SHC lw: sprayed hemp concrete – light wall	390–401	79.0–79.5
SHC mw: sprayed hemp concrete – medium wall	420–426	77.8–78.0
SHC hw: sprayed hemp concrete – heavy wall	446–463	75.7–76.6
SHC floor: sprayed hemp concrete – floor	460	78.7
SHC roof: sprayed hemp concrete – roof	258	84.9
MHC: moulded hemp concrete (wall)	381	84.3
PHC: precast hemp concrete (wall)	457	72

The heat flow and heating time are chosen to reach high enough temperature rise (>10 °C) and high correlation coefficient (R^2) between experimental data and Eq. (1). In this study, the heat flow ranges from 2.9 to 4.6 W/m and the heating time is 120 s. According to the manufacturer, the hot wire is well adapted for the measurement of thermal conductivities ranging from 0.02 to 5 W m⁻¹ K⁻¹ and the expected accuracy is 5%.

The main advantage of this method, compared to steady-state methods like hot plate, is that it is a transient method that does not induce (or that does limit) water migration during test [23].

This allows the study of the effect of moisture content on thermal conductivity. The main disadvantage is that it is a localized measurement. Thus, measurements should be taken several times to ensure the representativeness of the thermal conductivity value. In this study, the given thermal conductivity is the average of five values with a variation coefficient lower than 5%. In addition, the correlation coefficient R^2 between experimental data and Eq. (1) is higher than 0.999 for all the measurements.

An infrared photography (Fig. 4), taken immediately after the measurement, allows viewing the cross section of the probed

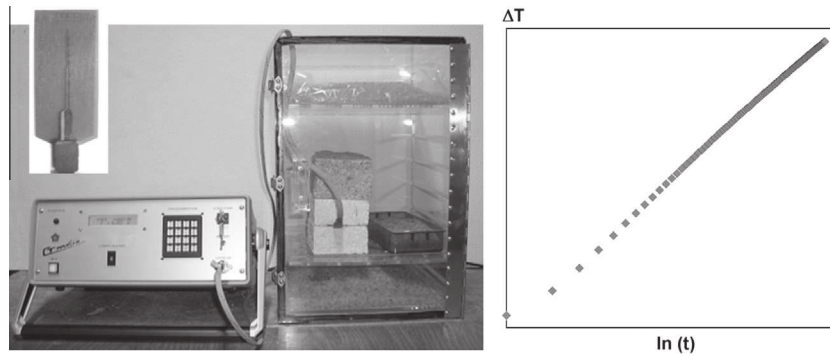


Fig. 3. Measurement of thermal conductivity at dry state – left: CT meter, hot wire and dry chamber, right: experimental thermogram.

volume. The thermal wave doesn't reach the edges of the sample, so the hypothesis of infinite surrounding assumed in the model of the hot wire is valid. The radius of the probed volume is about 2.5 cm (Fig. 4), thus the probe volume is higher than the representative volume of hemp concrete (representative length about 5 cm) [14].

3.1.2. Conditioning of specimens

In order to measure the effect of moisture content on thermal conductivity, the specimens are conditioned at 23 °C to several ambient relative humidity (dry point, 33%RH, 50%RH, 81%RH and 90%RH) using dry chamber or climatic chamber Vötsch VC4060. Prior to the test, the specimens are discontinuously weighed until a constant mass is reached (difference lower than 0.01% for two consecutives weighing with 48 h time step). The water content by mass w (g/g) is then calculated from wet mass and dry mass of the specimen.

During the test, specimens are kept at constant relative humidity in dry or climatic chamber.

3.2. Modelling thermal conductivity of hemp concrete

3.2.1. Modes of heat transfer in hemp concrete

In porous media, heat transfer can take place by three modes such as conduction, convection and radiation.

As soon as there is a temperature gradient, conduction takes place by means of molecular agitation within the material. The transfer occurs from higher temperature area to lower temperature area and acts to equalize temperature differences. Conduction takes place in all forms of matter such as solid, liquid and gas.

Heat transfer by convection results from convective currents of fluid that transfer heat from hotter place to cooler place. According to [34], free convection takes place if the Rayleigh number Ra is higher than $4\pi^2$. The Rayleigh number is the product of the Prandtl number Pr and the Grashof number Gr . The Prandtl number is the

ratio of momentum diffusivity (kinematic viscosity) to thermal diffusivity; it is a characteristic of the fluid itself. The Grashof number approximates the ratio of the buoyancy to viscous force acting on a fluid (2):

$$Gr = \frac{g \times \beta \times \rho^2}{\mu^2} \Delta\theta \times L^3 \quad (2)$$

With (i) g the gravitational acceleration [m/s^2], (ii) $\beta = 1/T$ the coefficient of thermal expansion [K^{-1}], (iii) ρ the density of air [kg/m^3], (iv) μ the dynamic viscosity [$kg/(m s)$], (v) L the maximum length of pores [m] and (vi) $\Delta\theta$ the difference between the temperature of the surface and the temperature of the fluid [$^{\circ}C$], estimated from the temperature rise during the measurement $\Delta\theta_{max}$ (about 10 °C), the radius of the probed volume r (2.5 cm) and the maximum length of pores L (3 mm):

$$\theta = \frac{\Delta\theta_{max}}{r} \times L \quad (3)$$

For a temperature of 300 K, the density of air ρ is 1.177 kg/m^3 , the dynamic viscosity μ is 1.85E-05 $kg/(m s)$ and the Prandtl number is 0.708 [35]. The Rayleigh number is thus equal to 3.04. This value is lower than $4\pi^2$ for the maximum length of pores, so the free convection does not occur in hemp concrete.

Lastly, all matter with a temperature greater than absolute zero emits thermal radiation that is a consequence of thermal agitation of its composing molecules. The radiative effect in hemp concrete during the measurements is estimated from the model of Siegel and Howel [38]. This model gives the radiative heat flux assuming that the porous medium is a set of parallel screens (solid phase) separated by a fluid phase (with absorption coefficient α_f). Gliksman, according to [27], gives an equivalent thermal conductivity to radiative transfers considering that the fluid phase is non absorbent ($\alpha_f = 0$), that the difference of temperature between the two sides of the sample is quite low, and that the distance between the screens is equal to the mean diameter of pores (4).

$$\lambda_{rad} = \frac{4\sigma \times D_{mean} \times T_{av}^3}{\varepsilon - 1} \quad (4)$$

where (i) σ is the Stefan–Boltzmann constant ($5.67E^{-08} W/(m^2 K^4)$); (ii) D_{mean} is the mean diameter of pores estimated to 1.2E-05 m from mercury porosimetry results and from millimetric porosity of hemp concrete [11,12]; (iii) T_{av} is the average temperature between the fluid and the solid phase (about 301 K); (iv) ε is the emissivity, estimated to 0.9.

The thermal conductivity equivalent to radiative transfer is thus about 0.06 $mW m^{-1} K^{-1}$. This value is much lower than the thermal conductivity of hemp concrete (higher than 100 $mW m^{-1} K^{-1}$), so the radiative transfer is negligible in hemp concrete.

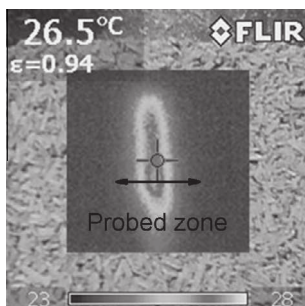


Fig. 4. Infrared photography of the probed area, immediately after measurement.

Finally, the heat transfer in hemp concrete can be considered as only conductive. So, a conductive model can be used for modelling the thermal conductivity of hemp concrete.

3.2.2. Self-consistent scheme

The self consistent scheme allows the determination of macroscopic physical properties of heterogeneous materials. It was developed for the mechanical characterization [24,43] and was then extended to electrostatics, magnetostatics, electric conduction and thermal conduction that are mathematically analogous [29,28,22].

The heterogeneous medium, with spherical inclusions, is assumed to be an assembly of spherical composite spheres of various sizes (Fig. 5). For a two-phase medium, a sphere of radius R_a (phase a) is embedded in a concentric spherical shell of external radius R_b (phase b). This composite sphere is embedded in a homogeneous and isotropic equivalent medium (Fig. 6).

The approximation of the effective conductivity is based on the assumption that the energy embedded in the heterogeneous medium is equivalent to that of the equivalent homogeneous medium under the same boundary conditions. The effective conductivity is thus linked to the volume ratio n of the inner to the outer radius according (5):

$$\lambda_{eq.} = \lambda_b \times \left(1 + \frac{n}{\left(\frac{1-n}{3} + \frac{1}{\lambda_a/\lambda_b - 1} \right)} \right); n = \left(\frac{R_a}{R_b} \right)^3 \tag{5}$$

where $\lambda_{a(resp,b)}$ is the thermal conductivity of the phase a (resp. b).

For a three-phase medium, taking into account a supplementary shell of external radius R_c (phase c), this expression becomes [9] (6):

$$\lambda_{eq.} = \lambda_c \times \left(1 + \frac{\varepsilon}{\frac{1-\varepsilon}{3} + \frac{\delta(\lambda_a/\lambda_b - 1)}{3(\lambda_a/\lambda_c - 1) - \delta(\lambda_a/\lambda_b - 1)(2\lambda_b/\lambda_c + 1)}} \right); \varepsilon = \left(\frac{R_b}{R_c} \right)^3 \text{ and } \delta = 1 - \left(\frac{R_a}{R_b} \right)^3 \tag{6}$$

In this study, the two phase model is used for dry material considering air as phase a and solid matrix (including hemp shiv and binder) as phase b, n is thus the porosity of the material. The three phase model is used for wet material considering air as phase a, water as phase b and solid phase as phase c. ε is the porosity of the material and δ is calculated from water content and porosity. The thermal conductivity of the solid phase is calculated by fitting the experimental data with the self consistent scheme using the least square method. This value is then used to compute the variation of thermal conductivity with density of dry material, and the variation of thermal conductivity with water content of wet material.

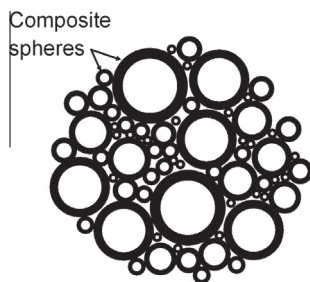


Fig. 5. Heterogeneous medium assumed to be an assembly of spherical composite spheres of various sizes.

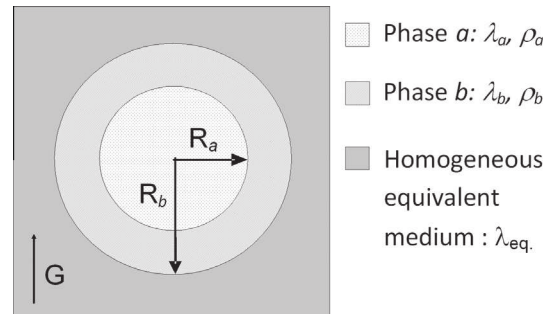


Fig. 6. Two-phase composite sphere embedded in a homogeneous equivalent medium.

4. Results and discussion

4.1. Variation of thermal conductivity of hemp concretes versus formulation at (23 °C; 50%RH)

Fig. 7 gives the thermal conductivity of the five studied hemp concretes versus density at (23 °C; 50%RH). For the wall formulations, the thermal conductivity ranges from 120 to 150 mW/(m K). For sprayed hemp concrete walls (diamonds, triangles and squares on Fig. 7), the variation of thermal conductivity versus density fit a linear regression curve.

The SHC roof shows the lowest thermal conductivity, 93 mW/(m K), mainly due to its lowest density. The SHC floor shows the highest thermal conductivity: 157 mW/(m K). These values are not in line with the fitting curve of SHC wall. Actually, the hemp to binder ratio of SHC roof is higher than the hemp to binder ratio of SHC wall; and inversely the hemp to binder ratio of SHC floor is higher than the hemp to binder ratio of SHC wall. So, as it was shown in [6], the thermal conductivity of hemp concrete depends on the amount of shiv and is not linearly proportional to the increase of shiv in mixture. The amount of shiv actually impacts the thermal conductivity of the solid phase of hemp concrete.

The thermal conductivity of moulded hemp concrete is higher than the value given by the fitting curve of SHC wall. As moulded hemp concrete has a higher porosity, its higher conductivity must be due to higher conductivity of its solid phase, related to higher real density. This may also be due to a higher conductivity of

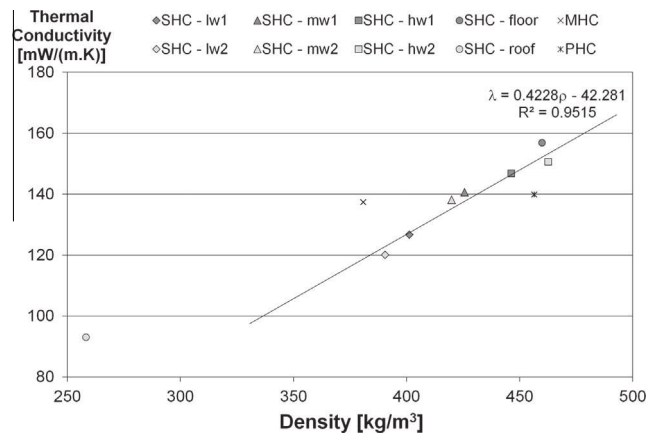


Fig. 7. Thermal conductivity of hemp concretes versus density at (23 °C; 50%RH), for sprayed hemp concretes SHC (walls, floor, roof), moulded hemp concrete MHC and precast hemp concrete PHC – experimental data and linear fit of sprayed hemp concrete walls.

fibred hemp shiv, compared to defibred hemp shiv, as the fibres are less porous than the shiv and are thus more conductive.

The thermal conductivity of precast hemp concrete is lower than the value given by the fitting curve of sprayed hemp concrete wall. On one hand, the hemp to binder ratio of precast hemp concrete is higher than the hemp to binder ratio of sprayed hemp concrete, like previously this induces a lower thermal conductivity. On the other hand, the type of binder also impacts the thermal conductivity of materials. It is shown in [21] that the thermal conductivity of hydraulic lime binder is higher than the thermal conductivity of hydrated lime binder. Furthermore, Stefanidou et al. [39] underline that adding white cement increases the thermal conductivity of mixtures and that adding pozzolanic materials reduces the thermal conductivity in comparison with pure lime.

Finally, the values measured on wet hemp concretes (at 23 °C; 50%RH) are in agreement with the values found in literature. Actually, de Bruijn and Johansson [16] studied the thermal conductivity of two lime-hemp mixes at 15%RH and 65%RH. At 65%RH, they give thermal conductivity values of 116 and 100 mW/(m K) when the densities are respectively 394.8 and 298.1 kg/m³. Evrard [19] gives a thermal conductivity ranging from 122 to 137 mW/(m K) in moist state for density about 460 kg/m³. According to [18], the thermal conductivity of sprayed hemp concrete is 179 mW/(m K) for a density of 417 kg/m³. This is higher than the values found in this study. This may be due to the moist state that is not well known in [18].

4.2. Variation of thermal conductivity of dry hemp concretes with density

Fig. 8 gives the variation of thermal conductivity with the density of dry hemp concretes (sprayed hemp concretes: wall and floor and moulded hemp concrete). The experimental data of thermal conductivity of SHC wall ranges from 116 to 125 mW/(m K) while the density ranges from 374 to 416 kg/m³. The thermal conductivity of moulded hemp concrete is 11% higher: 129.6 mW/(m K) for $\rho = 377 \text{ kg/m}^3$. Lastly, the thermal conductivity of SHC floor is equal to 145 mW/(m K) for a density of 450 kg/m³. Compared to the values found in literature, on the one hand, these results are higher than the values obtained from the relationship established by Cerezo [45] (Eq. (7)), that gives a thermal conductivity of 99.4 mW/(m K) when the density is 400 kg/m³. On the other hand, these results are in the range of the values given by Nguyen [32] for similar density. Cerezo studied hemp concrete manufactured by

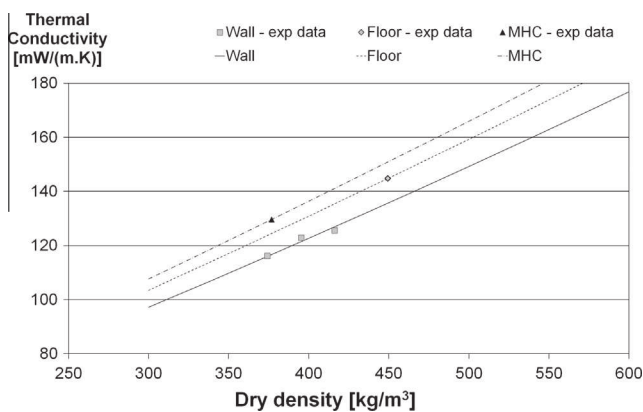


Fig. 8. Thermal conductivity of hemp concretes versus density at dry state for sprayed hemp concretes (wall and floor) and moulded hemp concrete – experimental data (points) and two-phase self-consistent scheme (lines).

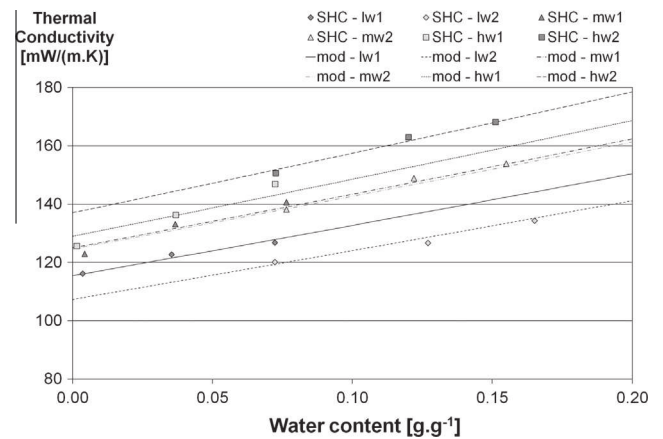


Fig. 9. Thermal conductivity of hemp concretes versus water content for sprayed hemp concrete walls (light, medium and heavy) – experimental data and three phase self consistent scheme.

casting while Nguyen studied hemp concrete manufactured by compacting. It seems that the spraying method induces thermal conductivity similar to the values obtained from compaction.

$$\lambda = 0.0002 \times \rho + 0.0194 \quad (7)$$

The thermal conductivity of the solid phase of hemp concretes is calculated following the method given in Section 3.2.2. The thermal conductivity of the solid phase is equal to 61.2 mW/(m K) for the SHC wall while it is equal to 95.3 mW/(m K) for the MHC and to 79.1 mW/(m K) for the SHC floor. As assumed previously, the solid phase of moulded hemp concrete is more conductive than the solid phase of sprayed hemp concrete wall, related to the use of fibred hemp shiv. The solid phase of the SHC floor is 30% more conductive than the solid phase of the SHC wall, in line with lower hemp to binder ratio.

The self consistent scheme models the increase of thermal conductivity with density. For SHC wall, the theoretical result fits well the experimentation. This allows validating the numerical model, which is supposed to be valid for SHC floor and MHC to. When the density increases by 2/3, from 300 to 500 kg/m³, the thermal conductivity increases from 97.1 to 149.2 mW/(m K) for the SHC wall, from 107.6 to 165.9 mW/(m K) for the MHC and from 103.4 to 159.3 mW/(m K) for the SHC floor. So, for all these hemp concretes, the thermal conductivity increases in the same way with density (by about 54% when the density increases by 2/3).

4.3. Variation of thermal conductivity of hemp concretes with water content

Figs. 9 and 10 give respectively the variation of thermal conductivity with water content for several density of SHC wall and for MHC and SHC floor. The points are experimental data and the lines model the variation of thermal conductivity with water content according the three phase self consistent scheme (Eq. (6)). In all cases, there is a very high correlation between experimental data and self consistent scheme.

For the light SHC wall (dry density about 364 kg/m³), the thermal conductivity increases by 25% from 107 mW/(m K) at dry state to 134.3 mW/(m K) at 0.16 g/g in water content (reached at 90%RH). For the medium and the heavy SHC wall, the thermal conductivity shows similar increase with water content.

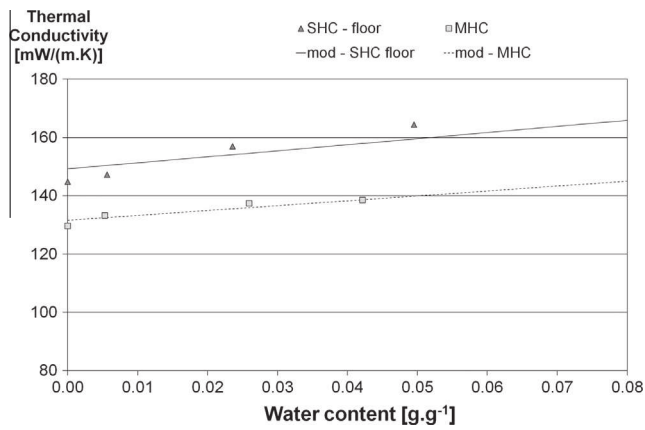


Fig. 10. Thermal conductivity of hemp concretes versus water content for sprayed hemp concrete floor and for moulded hemp concrete – experimental data and three phase self consistent scheme.

The MHC and the SHC floor also show a similar increase of thermal conductivity with water content. From dry state to 0.05 g/g in water content (reached around 81%RH), the thermal conductivity rises respectively by 6.3% and 6.9%.

In the region of highest relative humidity, the thermal conductivity of MHC and SHC floor are less impacted than the thermal conductivity of SHC wall due to their sorption curves that show lower water contents [14].

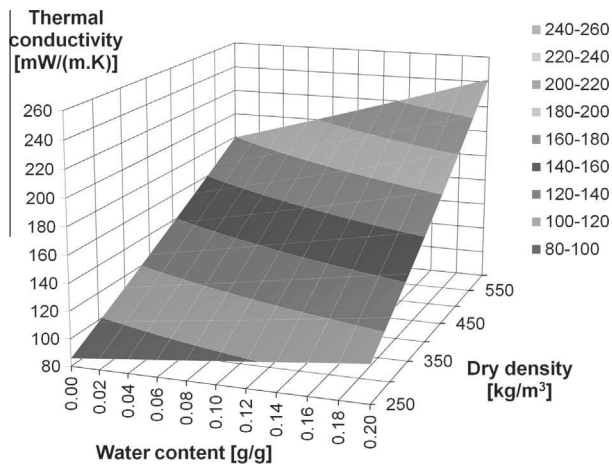


Fig. 11. Thermal conductivity of SHC wall versus dry density and water content.

Table 3
Thermal conductivity of SHC wall versus dry density and water content.

ρ (kg/m ³)	250	300	350	400	450	500	550	600
n	0.86	0.83	0.80	0.77	0.75	0.72	0.69	0.66
w (g/g)								
0.000	85.8	98.5	111.3	124.5	137.9	151.5	165.5	179.7
0.040	90.2	103.8	117.7	131.9	146.4	161.2	170.9	185.7
0.080	94.6	109.2	124.1	139.4	155.0	170.9	176.3	191.7
0.120	99.0	114.6	130.6	146.9	163.7	180.9	181.8	197.8
0.160	103.4	120.1	137.1	154.6	172.5	190.9	187.3	204.0
0.200	107.9	125.6	143.7	162.3	181.5	201.1	192.8	210.2

4.4. Synthesis – variation of thermal conductivity of hemp concretes versus dry density and water content

Fig. 11 and Table 3 summarise the variation of thermal conductivity of SHC wall with dry density and water content.

According to [14], the water content of SHC wall (with a dry density around 400 kg/m³) is lower than 0.10 g/g for a wide range of relative humidity (up to 90%RH). From dry state to 0.10 g/g in water content, the thermal conductivity of SHC wall increases by 12.8% for low density (250 kg/m³) and by 17% for high density (600 kg/m³). For highest values of water content (0.20 g/g), the increase of thermal conductivity from dry state is 25.7% for low density and 34.8% for high density.

Moreover, from low density (250 kg/m³) to high density (600 kg/m³) the thermal conductivity increases by 109% at dry state and by 117% at 0.10 g/g in water content.

So, the impact of density on thermal conductivity is much more important than the impact of moisture content. Similar results are obtained with MHC and SHC floor. However, once the hemp concrete is produced, its density remains the same while its water content varies according surrounding relative humidity. So, the variation of thermal conductivity with water content has to be taken into account.

5. Conclusions

The results presented herein show that the thermal conductivity of hemp concrete depends both on its formulation, its density and its water content. The classical increase of thermal conductivity with density is observed but it is also underlined that the binder type, the hemp shiv type (fibred or defibred) and the hemp to binder ratio deviate the value of thermal conductivity from the variation law. The study of thermal conductivity versus water content and density shows that the water content has a lower effect than density on thermal conductivity (increase lower than 15–20% for a wide range of relative humidity). However, this effect should be taken into account in the modelling of hygrothermal behaviour of the building envelope. The thermal conductivity for high density is higher than twice the value for low density with the same formulation.

Acknowledgments

This article presents results following the French national project ANR-06-MAPR-0002 Beton chanvre – Programme MAPR 2006 and the Breton regional project “PRIR Ecomatx”. These projects were conducted with the financial support of the French National Agency of Research (ANR) and the Brittany Regional Council.

The authors thank the SMEs Easy Chanvre and S12C for their contribution to the manufacturing of hemp concrete.

References

- [1] Aigbomian EP, Fan M. Development of Wood-Crete building materials from sawdust and waste paper. *Construct Build Mater* 2013;40:4361–6.
- [2] Alavez-Ramirez R, Chiñas-Castillo F, Morales-Dominguez VJ, Ortiz-Guzman M. Thermal conductivity of coconut fibre filled ferrocement sandwich panels. *Construct Build Mater* 2012;37:425–31.
- [3] Bio-aggregate-based Building Materials, Applications to Hemp Concrete. In: Amziane S, Arnaud L. editors, ISTE Ltd and John Wiley & Sons Inc; 2013.
- [4] Arnaud L. Mechanical and thermal properties of hemp mortars and wools: experimental and theoretical approaches. In: 3 Symp Int of bioresource hemp; 2000.
- [5] Bederina M, Marmoret L, Mezreb K, Khenfer MM, Bali A, Quéneudec M. Effect of the addition of wood shavings on thermal conductivity of sand concretes: experimental study and modelling. *Constr Build Mater* 2007;21:662–8.
- [6] Benfratello S, Capitano C, Peri G, Rizzo G, Scaccianoce G, Sorrentino G. Thermal and structural properties of a hemp-lime biocomposite. *Constr Build Mater* 2013;48:745–54.
- [7] Binici Hanifi, Eken Mustafa, Dolaz Mustafa, Aksogan Orhan, Kara Mehmet. An environmentally friendly thermal insulation material from sunflower stalk, textile waste and stubble fibres. *Constr Build Mater* 2014;51:24–33.
- [8] Blackwell. *Can J Phys* 1953;31:472–9.
- [9] Boutin C. Conductivité thermique du béton cellulaire autoclavé: modélisation par méthode auto-cohérente. *Mater Struct/Matér Constr* 1996;29:609–15.
- [10] Boutin MP, Flamin C, Quinton S, Gosse G. Etude des caractéristiques environnementales du chanvre par l'analyse de son cycle de vie, Paris, Ministère de l'agriculture et de la pêche; 2005.
- [11] Collet F. Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux, PhD Thesis, INSA de Rennes, décembre; 2004.
- [12] Collet F, Bart M, Serres L, Miriel J. Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials. *Constr Build Mater* 2008;22:1271–80.
- [13] Collet F, Achchaq F, Djellab K, Marmoret L, Beji H. Water vapor properties of two hemp woools manufactured with different treatments. *Constr Build Mater* 2011;25:1079–85.
- [14] Collet F, Chamoin J, Prétot S, Lanos C. Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. *Energy Build* 2013;62:294–303.
- [15] Collet F, Prétot S. Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete. *Constr Build Mater* 2012;36:58–65.
- [16] de Bruijn P, Johansson P. Moisture fixation and thermal properties of lime-hemp concrete. *Construct Build Mater* 2013;47:1235–42.
- [17] del Coz Díaz JJ, Álvarez Rabanal FP, García Nieto PJ, Domínguez Hernández J, Rodríguez Soria B, Pérez-Bella JM. Hygrothermal properties of lightweight concrete: Experiments and numerical fitting study. *Constr Build Mater* 2013;40:543–55.
- [18] Elfordy S, Lucas F, Tancret F, Scudeller Y, Goudet L. Mechanical and thermal 415 properties of lime and hemp concrete (“hempcrete”) manufactured by a projection process. *Constr Build Mater* 2008;22(10):2116–23.
- [19] Evrard A. Transient hygrothermal behavior of lime–hemp materials, Ph.D. Thesis, Université catholique de Louvain; 2008.
- [20] Evrard A, De Herde A. Hygrothermal performance of lime–hemp wall assemblies. *J Build Phys* 2010;34:15–25.
- [21] Gourlay E, Arnaud L. Comportement hygrothermique des murs de béton de Chanvre, Actes du congrès SFT, Le Touquet, France; 2010.
- [22] Hashin Z. Assessment of the self consistent scheme approximation: conductivity of particulate composites. *J Compos Mater* 1968;2(3):284–300.
- [23] Hladik J. Métrologie des propriétés thermophysiques des matériaux, Masson collection mesures physiques; 1990.
- [24] Hill R. A self consistent mechanics of composite materials. *J Mech Phys Solids* 1965;13:p189.
- [25] Ip K, Miller A. Life cycle greenhouse gas emissions of hemp-lime wall constructions in the UK. *Resour Conserv Recyc* 2012;69:1–9.
- [26] Jerman M, Keppert M, Borný JV, Cerný R. Hygric, thermal and durability properties of autoclaved aerated concrete. *Constr Build Mater* 2013;41:352–9.
- [27] Kalboussi A. Transfert de chaleur en régime stationnaire et dynamique à travers les milieux poreux humides non saturés, Thèse de doctorat, Université Claude Bernard. Lyon I 1990.
- [28] Kerner EH. The elastic and thermoelastic properties of composite media. *Proc. Phys. Soc. (B)* 1956;69:189.
- [29] The electrical resistance of binary metallic mixtures. *J Appl Phys* 1952;23:779.
- [30] Pretot S, Collet F. Experimental study of hygrothermal behavior of a hemp concrete wall (without and with coating), In: 2nd International conference on building energy and environment, Boulder, Colorado, 1er au 4 août, communication orale; 2012.
- [31] Pretot S, Collet F, Garnier C. Life cycle assessment of a hemp concrete wall: impact of thickness and coating. *Build Environ* 2014;72C:223–31. <http://dx.doi.org/10.1016/j.buildenv.2013.11.010>.
- [32] Nguyen Tai Thu. Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre, PhD Thesis, Université de Bretagne Sud, janvier; 2010.
- [33] Rode C. Moisture buffering of building materials, report BYG DTU R-126; 2005. ISSN 1601-2917, ISBN 87-7877-195.
- [34] Saadtjian E. Phénomènes de transport et leur résolution numérique. Polytechnica 1998; 394. ISBN 2-84054-057-6.
- [35] Sacadura JF. Initiation aux transferts thermiques, Techniques et documentation, I.S.B.N. 2-85206-033-7; 1978.
- [36] Sellami A, Merzoud M, Amziane S. Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers. *Constr Build Mater* 2013;47:1117–24.
- [37] Shea A, Lawrence M, Walker P. Hygrothermal performance of an experimental hemp-lime building. *Constr Build Mater* 2012;36:270–5.
- [38] Siegel R, Howel JR. Thermal radiation heat transfer. McGraw Hill Book Company; 1972.
- [39] Stefanidou M, Assael M, Antoniadis K, Matziaroglou G. Thermal conductivity of building materials employed in the preservation of traditional structures. *Int J Thermophys* 2010;31:844–51.
- [40] Taoukil D, El bouardi A, Sick F, Mimet A, Ezbakhe H, Ajzoul T. Moisture content influence on the thermal conductivity and diffusivity of wood–concrete composite. *Constr Build Mater* 2013;48:104–15.
- [41] Tran Le AD, Maalouf C, Mai TH, Wurtz E, Collet F. Transient hygrothermal behavior of a hemp concrete building envelope. *Energy and buildings* 2010;42:1797–806.
- [42] Uysal H, Demirboga R, Sahin R, Gül R. The effects of different cement dosages, slumps, and pumice aggregate, ratios on the thermal conductivity and density of concrete. *Cem Concr Res* 2004;34:845–8.
- [43] Wu TT. The effect of inclusion shape on the elastic moduli of a two phase material. *Int J Solid Struct* 1966;2:p1.
- [44] Carslaw HS, Jaeger JC. Conduction of heat in solids, 2nd edition, Oxford Press; 1959.
- [45] Cerezo V. Propriétés mécanique, thermique et acoustique d'un matériau à base de particules végétales: approche expérimentale et modélisation théorique, PhD Thesis, ENTPE, INSA de Lyon, juin, 2005.



Development and hygric and thermal characterization of hemp-clay composite

B. Mazhoud, F. Collet, S. Pretot & C. Lanos

To cite this article: B. Mazhoud, F. Collet, S. Pretot & C. Lanos (2017): Development and hygric and thermal characterization of hemp-clay composite, European Journal of Environmental and Civil Engineering, DOI: [10.1080/19648189.2017.1327894](https://doi.org/10.1080/19648189.2017.1327894)

To link to this article: <http://dx.doi.org/10.1080/19648189.2017.1327894>



Published online: 17 May 2017.



Submit your article to this journal [↗](#)



Article views: 35



View related articles [↗](#)



View Crossmark data [↗](#)

Full Terms & Conditions of access and use can be found at
<http://www.tandfonline.com/action/journalInformation?journalCode=tece20>



Development and hygric and thermal characterization of hemp-clay composite

B. Mazhoud^a, F. Collet^b, S. Pretot^b and C. Lanos^b

^aLaboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique – Equipe Matériaux Thermo Rhéologie, INSA de Rennes, Rennes, France; ^bLaboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique – Equipe Matériaux Thermo Rhéologie, Université de Rennes 1, Rennes, France

ABSTRACT

This study investigates the use of clay as binder in hemp composite and compares hemp–clay composite to hemp–lime concrete. The clay is produced from washing mud from gravels production site. Two clay drying temperature are used. The thermal properties are measured with a hot wire method and the hygric characterization is based on the measurement of Moisture Buffer Value. Performances obtained on clay blocks, hemp–clay composite and hemp–lime composite are compared. The results show that the two clay drying temperatures do not impact on the thermal conductivity nor on the moisture buffer value of clay blocks. Hygric and thermal performances of hemp–clay and hemp–lime composites with the same density are close. These materials act as excellent hygric regulators. Performances measured separately on hemp and clay underline an interesting synergetic effect in the case of hemp–clay composite leading to a higher ability to the moisture buffering. Such material can be advantageously used in buildings to moderate indoor humidity variations.

ARTICLE HISTORY

Received 24 July 2016
Accepted 4 May 2017


KEYWORDS

Clay; bio-based material;
thermal conductivity;
moisture buffer value

1. Introduction

In a context of sustainable development, bio-based building materials are developed to replace conventional products in order to reduce the impact on environment. Bio-based materials are relevant because they are made from renewable raw materials and allow carbon storage during their growing (Arnaud, 2013). Among them, hemp-based materials have been studied a lot these last years because hemp shiv have many advantages (renewal, recycling, carbon sequestration ...) (Arnaud, 2013; Boutin, Flamin, Quinton, & Gosse, 2005; Cerezo, 2005; Collet & Pretot, 2012, 2014; Evrard, 2006; Pretot, Collet, & Garnier, 2014; Tran Le, Maalouf, Mai, Wurtz, & Collet, 2010). Up to now, many researches have been conducted on hemp concrete (Collet, Chamoin, Pretot, & Lanos, 2013; Laurent & Etienne, 2012). This material is usually composed of hemp shiv with lime-based binder. In such material, the LCA exhibits that the lime is the more impacting component during the production phase (Pretot et al., 2014).

In order to reduce the environmental impact of hemp composite, this study aims to replace lime-based binder by natural clay. Actually, the overall environmental impact of this binder is low: the resource is available in large quantities, the energy required to extract, transform and produce materials from earth is extremely low and it is a recyclable material. More, this material is highly interesting on hygric point of view, due to its capacity to regulate ambient relative humidity (Allinson & Hall, 2010; Cagnon,

CONTACT B. Mazhoud  brahim.mazhoud@univ-rennes1.fr

© 2017 Informa UK Limited, trading as Taylor & Francis Group

Aubert, Coutand, & Magniont, 2014; McGregor, Heath, Shea, & Lawrence, 2014). Cagnon et al. (2014) measured the hygrothermal properties of five extruded earth bricks produced at five brickworks in the neighbourhood of Toulouse in southern France. The hygrothermal properties studied were vapour sorption isotherms, water vapour permeability, heat capacity, moisture-dependent thermal conductivity and effusivity. The hygrothermal properties of the five earth bricks confirmed their capacity to rapidly absorb a significant amount of water vapour and thus their capacity to regulate the relative humidity of indoor air, especially because the earthen material had a very high permeability to water vapour. McGregor et al. (2014) investigated the moisture buffering value and steady state properties (water vapour permeability and sorption isotherms) of unfired clay masonry. The results indicate unfired clay masonry has a much higher potential to regulate the indoor humidity than conventional construction materials previously reported in the literature. Allinson and Hall (2010) studied the hygrothermal performance of rammed earth using both experimental and numerical tools. This study concluded on the good moisture capacity of stabilised rammed earth (SRE). In fact, it is shown that the SRE walls significantly reduced the amplitude of relative humidity fluctuations in the room air and reduced the frequency of high humidity periods at the wall surface.

On thermal point of view, clay is not a good thermal insulator due to its high density, but the coupling with hemp shiv should reduce the composite thermal conductivity. (Busbridge & Rhydwen, 2010) investigated the thermal properties of stabilised and unstabilised hemp–clay blocks. The thermal properties appear to be similar to industry published data for hemp–lime (LHoist, 2009). The results of the experiments and the literature review indicate that the use of clay as an alternative binder has potential to reduce the environmental impact of the hemp concrete. Such approach allows the improvement towards developing a building material usable for new build or renovation works and contributing to the carbon sequestration from the atmosphere during the service life.

In this study, the formulation of hemp–clay composite is based on the target density (the same as hemp–lime concrete for wall application). The analysis of thermal and hygric performances is based on comparison between experimental results of hemp–clay composite, hemp–lime concrete, hemp shiv and clay.

2. Materials

2.1. Hemp shiv

The used hemp shiv (HS) are commercial products Chanvribat (from LCDA France). Their bulk density is about 100–110 kg/m³. Their particle size distribution, measured by sieving, is given in Figure 1. The

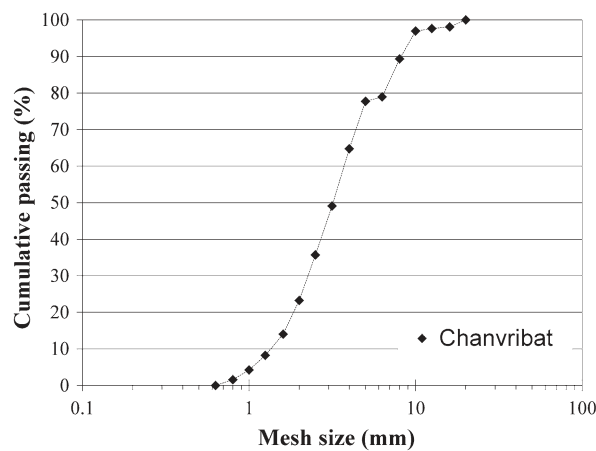


Figure 1. Particle size distribution of shiv.

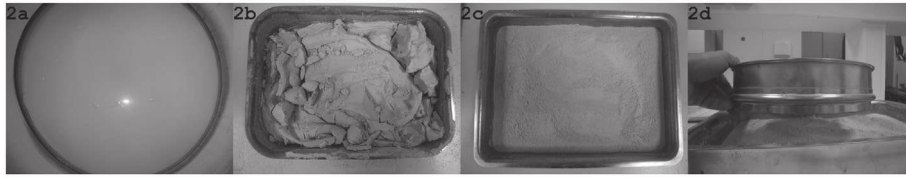


Figure 2. Preparation of clay: (2a) decanting; (2b) Drying; (2c) Milling; (2d) Sieving with a square mesh of 2 mm.

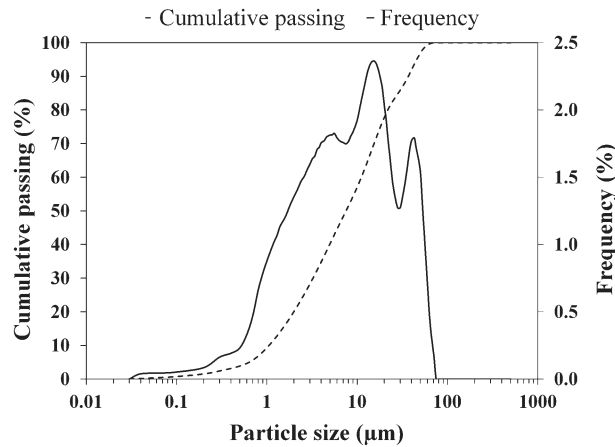


Figure 3. Particle size distribution of clay.

Table 1. Physical characteristics of dredged materials.

Parameters	Clay
ρ_s (g/cm ³)	2.84
Methylene blue value (g/100 g)	2.33
Atterberg limits: Liquid limit w_L (%)	56
Atterberg limits: Plastic limit w_p (%)	36
Atterberg limits: plasticity index $IP = w_L - w_p$	20
Mass content: % < 2 μm (clay)	20.1
Mass content: 2 μm < % < 63 μm (silt)	79.53
Mass content: 63 μm < % (sand)	0.37

mean width of shiv (w_{50}) is 3.2 mm. The width to length ratio is about 4. This value is close to values given in (Picandet et al., 2012).

2.2. Binders

Two binders are considered in this study: natural clay and lime-based binder (used as reference).

The used natural clay is obtained from a washing mud taken from a gravels production site. After decanting, the mud is dried in an oven. After drying, the material is milled with a knife mill. The powder is then sieved with a square mesh of 2 mm side to remove the larger particles (Figure 2). Two drying temperatures are used: 100 and 40°C. Actually, the higher temperature allows faster drying. The aim is to check if the drying temperature does impact hygric and thermal properties of clay.

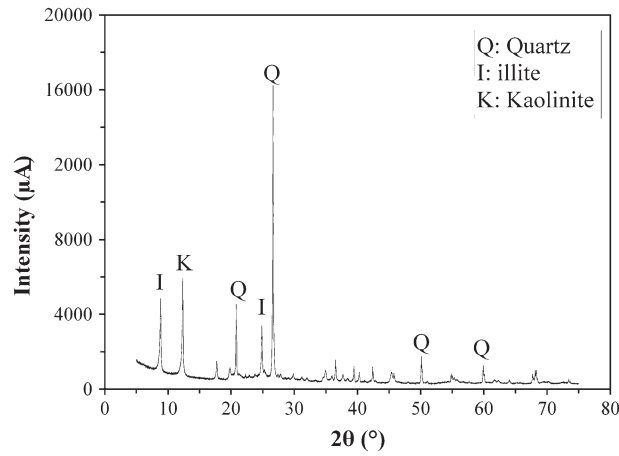


Figure 4. XRD of clay.



Figure 5. Production process: (5a) Binder mixing; (5b) Addition of the hemp; (5c) Mixing; (5d) Compaction; (5e) Produced specimens.

Table 2. Composition of the studied materials.

Ref.	Binder	Hemp shiv	Hemp/binder mass ratio
C40	Clay (dried at 40°C)	–	–
C100	Clay (dried at 100°C)	–	–
HCC	Clay (dried at 100°C)	Chanvribat	0.75
HLC	Lime-based binder (Tradical 70)	Chanvribat	0.5

Table 3. Density at (23°C, 50%RH) of specimens.

Ref.	Number of specimens	Density (kg.m ⁻³)	Size $l \times L \times h$ (cm)
C40	3	1684 ± 7	10 × 10 × 5
C100	3	1675 ± 5	10 × 10 × 5
HCC	3	385 ± 2	10 × 10 × 7
HLC	6	426 ± 12	15 × 15 × 7

For this material, the particle-size distribution curve determined by laser technique is shown in Figure 3 and the main physical characteristics are summarised in Table 1. This material is mainly composed of silt with a medium methylen blue value and liquid limit.

The clay is characterized with X-ray Diffraction technique. This technique allows identifying the mineral compounds of studied material. The main mineral compounds are quartz, kaolinite and illite (Figure 4).

The lime-based binder is a commercial product (Tradical BCB PF70 – BCB France) commonly used to produce hemp concrete. This binder is made of 75% of hydrated lime, 15% of hydraulic binder and 10% of pozzolanic binder.

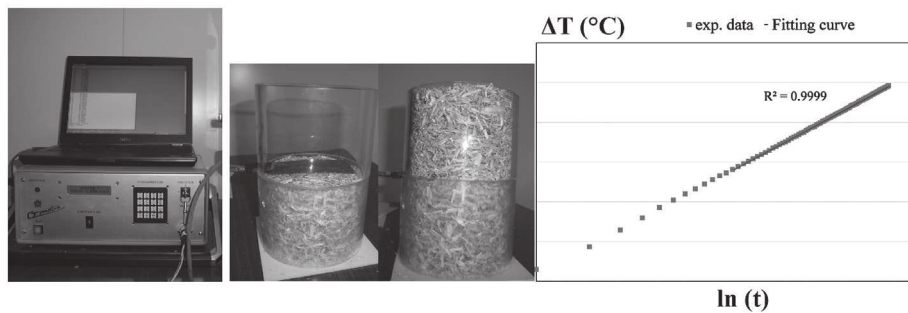


Figure 6. Thermal conductivity measurement of hemp shiv with Hot wire – left: CT meter and samples, right: experimental thermogram.

2.3. Formulations

Formulation strategy is developed to produce clay blocks, and hemp composites (hemp–clay and hemp–lime).

Two types of clay blocks are produced by moulding. One is manufactured with mud dried at 40°C (quoted C40) and the other is manufactured with mud dried at 100°C (quoted C100). Clay and water are mixed with water to binder mass ratio of 0.4. Moulds are filled with the mixture and the material is manually compacted. After drying, the densities of blocks are quite the same (1680 kg/m³).

The hemp–clay composite (quoted HCC) is made with clay made from mud dried at 100°C. The hemp to clay ratio is estimated regarding traditional mix of hemp concrete used for wall applications. Thus, the target density is around 400 kg/m³. Hemp shiv and clay are mixed with hemp to binder mass ratio of 0.75. Water content is adjusted to obtain a satisfactory workability. The water to clay ratio is 0.7. It is slightly higher than water to clay ratio used for clay blocks, due to the water absorption of hemp shiv at early age. The composite is produced by moulding. Moulds are filled with the mixture and the composite is manually compacted (Figure 5). The density of hemp–clay composite is about 385 kg/m³.

The hemp–lime concrete (quoted HLC) is realised with Tradical BCB PF70 binder. Hemp to binder ratio is 0.5 and the hemp–lime concrete is applied with spray technic.

The components of each formulation are summarised in Table 2.

For thermal and hygric studies, specimens are selected to be representative of the material (density and homogeneity). The sizes and densities of the specimens are given in Table 3.

For solid materials (clay, hemp–clay composite and hemp–lime concrete), the numbers of tested specimens are: (i) three for the moisture buffer value, (ii) three for the thermal properties. For clay and hemp–clay composite, the same specimens are used for thermal and hygric characterization.

3. Methods

3.1. Thermal properties

The investigated thermal property is the thermal conductivity. It represents the ability of a material to conduct heat under temperature gradient and steady state conditions.

The thermal conductivity is measured at 23°C, 50%RH. In order to limit water migration during the test, the measurements are performed with a transient state method: hot wire. The measurement is based on the analysis of the temperature rise versus heating time. The heat flow and heating time are chosen to reach high enough temperature rise (>10°C) and high correlation coefficient (R^2) between experimental data and fitting curve. In this study, the commercial CT meter device is equipped with a 5 centimetres long hot wire.

For clay, hemp–clay composite and hemp–lime concrete, the measurement is performed with the sensor sandwiched between two specimens. The contact surface of specimens is as flat as possible in

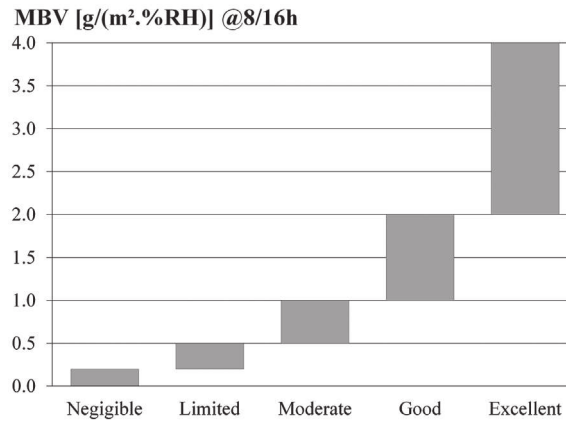


Figure 7. Nordtest project Classification (Rode, 2005).

order to ensure the thinner air layer between specimens. In this study, the used heating time is 120 s for all materials and the power is 0.142 W for the two types of clay, 0.689 W for hemp–clay composite and 0.23 W for hemp–lime concrete. The size of the specimen is bigger than the probe volume which is about 2.5 cm in radius (infrared photography taken immediately after measurement). This allows the hypothesis of infinite surrounding (assumed in the hot wire model). For each material, three pairs are formed from the three specimens. The thermal conductivity of a pair of specimens is the average of five values with a variation coefficient lower than 5%. The thermal conductivity of one material is the average value of results obtained on the three pairs.

For hemp shiv, the hot wire is sandwiched between two samples placed in two containers to control bulk density during the measurement (Figure 6). The heating power is 0.159 W and the heating time is 60 s.

3.2. Hygric characterization

The hygric characterisation is based on the measurement of the moisture buffer value MBV of the materials which quantifies their ability to moderate the variations of indoor relative humidity in buildings. It is measured according to the method defined in the NORDTEST project (Rode, 2005). This value relates the amount of moisture uptake (and release), per open surface area, under daily cyclic variation of relative humidity according to Equation (1).

$$MBV = \Delta m / [A * (RH_{high} - RH_{low})] \quad (1)$$

where MBV is the Moisture Buffer Value (g/(m².%RH)), Δm is the moisture uptake/release during the period (g), A is the open surface area (m²) and $RH_{high/low}$ are the high/low relative humidity level (%).

Within the NORDTEST project, a round robin test was performed on nine representative building materials. It gives initial results and leads to a classification of moisture buffer values from negligible to excellent (Figure 7).

After stabilisation at (23°C; 50% RH), specimens are exposed to daily cyclic variations: 8 h at high relative humidity (75%) followed by 16 h at low relative humidity (33%). The test goes on until the change in mass Δm is the same between the last three cycles with less than 5% of discrepancies. For each specimen, the MBV is thus the average value calculated from the last three cycles. The MBV of the materials is the average value of the three specimens.

The device used for MBV test is a climate chamber Vötsch VC4060 with a temperature range from +10 to +95°C and a relative humidity range from 10 to 98% RH. The relative humidity is manually switched

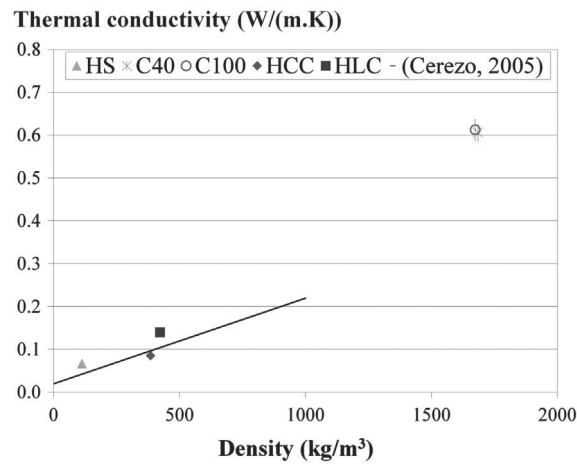


Figure 8. Thermal conductivity of materials vs. density at (23°C; 50%RH) compared to the fitting curve of (Cerezo, 2005) – HS: Hemp Shiv, C40: specimen made of Clay dried at 40°C, C100: specimen made of Clay dried at 100°C, HCC: Hemp–Clay Composite, HLC: Hemp–Lime Composite.

according to the (8 h at 75%RH; 16 h at 33%RH) scheme. Temperature and relative humidity are measured continuously with Sensirion SHT75 sensors and with the sensor of the climate chamber. The air velocity is measured in the surroundings of the specimens: the vertical velocity is lower than 0.14 m/s and the horizontal one ranges from 0.1 to 0.4 m/s. The specimens are weighed out of the climate chamber five times during the absorption period and two times during the desorption period. The weighing instrument reading is 0.01 g, and its linearity is 0.01 g. The accuracy of the moisture buffer value is thus about 5%.

For solid material, the test method requires prismatic specimens to be sealed on five out of six sides. The exchange area is higher than 100 cm² for each specimen, and the total exchange area is higher than 300 cm² by material.

For hemp shiv, aggregates are placed in a container. The exchange area is 116 cm² for each sample. The bulk density of hemp shiv is checked to be representative.

4. Results and discussion

4.1. Thermal properties

For all the measurements, the correlation coefficient between experimental data and fitting curve are very close to 1 (higher than 0.9996) and the coefficient of variation between experimental data is lower than 4%.

Figure 8 gives the thermal conductivity of studied materials vs. density at (23°C; 50%RH). The thermal conductivity globally increases with density. Hemp shiv has the lowest thermal conductivity (0.067 W/(m.K)) due to its low density (113 kg/m³) and, thus, its high porosity.

The clay shows the highest values of thermal conductivity. This was expected as clay has the highest density. The two clay have similar thermal conductivity (0.605 W/(m.K) at 1684 kg/m³ for C40 and 0.612 W/(m.K) at 1673 kg/m³ for C100). This result shows that the drying temperatures do not impact the thermal conductivity.

The hemp–clay composite HCC shows lower thermal conductivity than hemp–lime concrete HLC (respectively 0.085 W/(m.K) at 385 kg/m³ and 0.139 W/(m.K) at 422 kg/m³). The thermal conductivity is thus mainly dependent on density and is also slightly impacted by the type of binder.

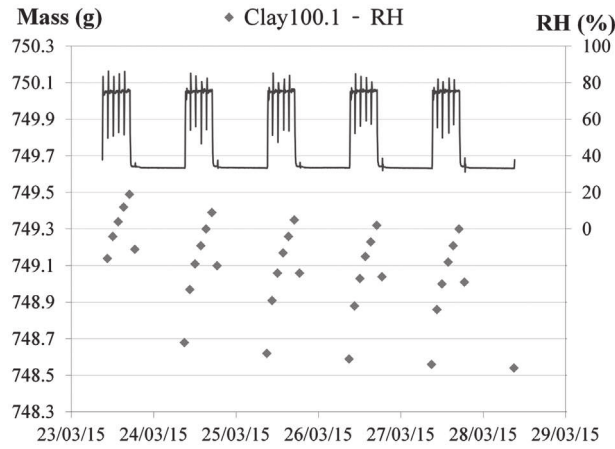


Figure 9. Ambient relative humidity during the test and example of moisture uptake and release of clay specimen.

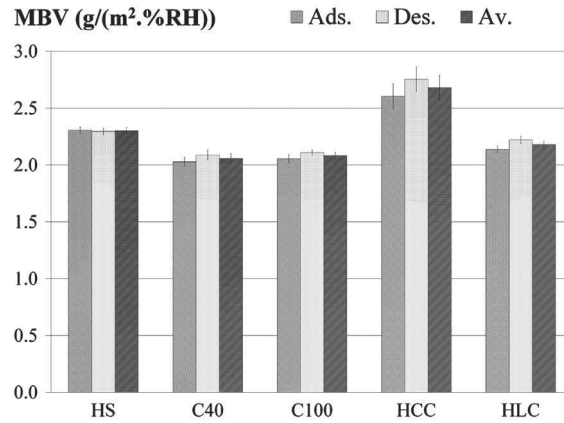


Figure 10. Moisture buffer value of studied materials at 23°C – adsorption, desorption, average.

Compared with other bio-based building material, studied hemp–clay composite and hemp–lime concrete shows similar thermal conductivity as the values obtained from the relationship (2) established by Cerezo for hemp concrete (Cerezo, 2005).

$$\lambda = 0.0002 \times \rho + 0.0194 \quad (2)$$

Finally, studied hemp–clay composite has similar thermal conductivity as straw–clay studied by Labat ($\lambda = 0.088 \text{ W/(m.K)}$; $\rho = 381 \text{ kg/m}^3$) (Labat, Magniont, Oudhof, & Aubert, 2016).

4.2. Hygric characterization

Figure 9 shows the ambient relative humidity in the climate chamber during the test. The average value of relative humidity (RH) is slightly lower than 75% during absorption (about 74.13%) and slightly higher than 33% during desorption (about 35.2%) because the door of the climate chamber is regularly open to weigh specimens (peak on the curve). The step changes in relative humidity are achieved within 30 min from low to high RH and within one hour from high to low RH. This induces a nearly square wave of relative humidity. It was shown in (Roels & Janssen, 2005) that the time needed to achieve the step

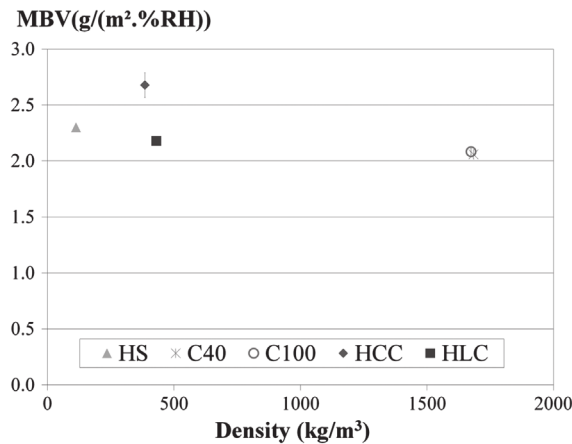


Figure 11. Moisture buffer value of materials vs. density at (23°C; 50%RH).

in relative humidity has a limited influence on the moisture buffer value (less than 5%) even when it takes one hour and a half to achieve the required relative humidity.

Figure 9 also gives an example of moisture uptake and release during the MBV test. For all materials, the measures performed on the three specimens give similar results for moisture uptake and release and thus for moisture buffer value.

Figure 10 gives the average value of the moisture buffer value calculated from cycles 3–5 in adsorption, desorption and average for all the materials. The value is very slightly higher in desorption than in adsorption. Actually, after stabilisation at 23°C; 50%RH, the test begins under adsorption at 75% RH. These conditions are higher than the average of the quasi-steady state conditions which arise after some cycles. There is thus a declining tendency in the variation of mass (Figure 9) which induces higher value in desorption than in adsorption. These two values are approaching each other after repeated cycles.

According to the NORDTEST project classification, all the studied materials are excellent hygric regulators ($MBV > 2 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$).

The Moisture Buffer Value of hemp shiv is $2.30 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$. The MBV of clay is $2.06 \pm 0.04 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$ for C40 and $2.08 \pm 0.03 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$ for C100. The tested drying temperatures do not impact the moisture buffering ability of clay. The hemp–clay composite shows higher value of MBV than shiv and than clay ($2.68 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$). This underlines the coupling effect of the two components. An optimum formulation can be found regarding MBV, with density around $500 \text{ kg}/\text{m}^3$. Actually, Figure 11 shows that the MBV is not related to the density. This value is both linked to moisture transfer and to storage capacity of the material. It is thus dependent on the porosity, the pore sizes and on the connectivity in the porous structure. This is the reason why the MBV of hemp–clay composite is higher than the MBV of hemp shiv and than the MBV of clay.

More, hemp–clay composite is also better hygric regulator than hemp–lime concrete. Actually, the MBV of hemp–lime concrete is $2.15 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$. This result is in the range of values given for several hemp concretes by Collet et al. (2013) ($1.94\text{--}2.15 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$), Tran Le (2010) (experimental value $1.99 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$ and analytical value $2.35 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$) and Rahim et al. (2015) ($2.02 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$) for similar formulations.

The moisture buffer value of hemp–clay composite make it better regulators than classic building materials studied within the NORDTEST project. Indeed, the moisture buffering capacity of concrete is limited ($0.2 < MBV < 0.5 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$) while it is moderate for gypsum ($0.5 < MBV < 1 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$), good for spruce boards and cellular concrete ($1 < MBV < 2 \text{ g}/(\text{m}^2.\%RH)$) (Rode, 2005).

These results on moisture buffer value of hemp–clay composite underline their interest on hygric point of view. The combination of hemp shiv together with an earthen matrix allows reaching

performances even better than those obtained with hemp–lime concrete (Figures 8 and 9). This could be attributed to the very good hygric characteristics of clay that largely overtops usual mineral binders (Cagnon et al., 2014).

5. Conclusions

This study investigates the use of clay as binder in hemp composite and compares hemp–clay composite to hemp–lime concrete.

Results show that the drying temperatures do not impact thermal and hygric properties of clay. Thus, composites can be produced with clay dried at 100°C, leading to a fastest drying.

The density of developed hemp–clay composites is similar to the density of hemp–lime concrete used for wall application by adjusting the mix proportioning.

The thermal conductivity is mainly dependent on density but is also slightly impacted by the kind of binder.

As well hemp–lime concrete as hemp–clay composite are excellent hygric regulators. The moisture buffering ability of hemp–clay composite is higher than that of hemp–lime concrete (respective MBV values: 2.68 and 2.15 g/(m².%RH)). It is underlined that the high performance of hemp–clay composite is due to the synergetic effect of hemp and clay.

Finally, hemp–clay composite seems to be an interesting material to be used for building envelop. Actually, it can contribute to reduce energy needs of building and to ensure high hygrothermal comfort of users.

Disclosure statement

No potential conflict of interest was reported by the authors.

References

- Allinson, D., & Hall, M. (2010). Hygrothermal analysis of a stabilised rammed earth test building in the UK. *Energy and Buildings*, 42, 845–852.
- Arnaud, L. (2013). *Bio-aggregate-based building materials*. Hoboken, NJ: ISTE and John Wiley & Sons.
- Boutin, M.-P., Flamin, C., Quinton, S., & Gosse, G. (2005). *Analyse du cycle de vie de: Compounds thermoplastiques chargés fibres de chanvre et Mur en béton de chanvre banché sur ossature en bois*, INRA Lille. Rapport d'Etude INRA Lille Réf. MAP 04 B1, 501, 32.
- Busbridge, R., & Rhydwen, R. (2010). An investigation of the thermal properties of hemp and clay monolithic walls. In *Proceedings of Advances in Computing and Technology, (AC&T) The School of Computing and Technology 5th Annual Conference* (pp. 163–170). London: University of East London.
- Cagnon, H., Aubert, J. E., Coutand, M., & Magniont, C. (2014). Hygrothermal properties of earth bricks. *Energy and Buildings*, 80, 208–217.
- Cerezo, V. (2005). *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales: approche expérimentale et modélisation théorique*. Vaulx-en-Velin: Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- Collet, F., Chamoin, J., Pretot, S., & Lanos, C. (2013). Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. *Energy and Buildings*, 62, 294–303.
- Collet, F., & Pretot, S. (2012). Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete. *Construction and Building Materials*, 36, 58–65.
- Collet, F., & Pretot, S. (2014). Thermal conductivity of hemp concretes: Variation with formulation, density and water content. *Construction and Building Materials*, 65, 612–619.
- Evrard, A. (2006). *Sorption behaviour of Lime-hemp concrete and its relation to indoor comfort and energy demand* (pp. 6–8). 23rd Conference on passive and low energy architecture, Geneva.
- Labat, M., Magniont, C., Oudhof, N., & Aubert, J. E. (2016). From the experimental characterization of the hygrothermal properties of straw-clay mixtures to the numerical assessment of their buffering potential. *Building and Environment*, 97, 69–81.
- Laurent, A., & Etienne, G. (2012). Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes. *Construction and Building Materials*, 28, 50–56.

- LHoist. (2009). <http://www.lhoist.co.uk/tradical/structural.html> & <http://www.lhoist.co.uk/tradical/pdf/walls.pdf> & similar pages for renders and plasters, screeds, and roof insulation. Retrieved September 24, 2009.
- McGregor, F., Heath, A., Shea, A., & Lawrence, M. (2014). The moisture buffering capacity of unfired clay masonry. *Building and Environment*, 82, 599–607.
- Picandet, V., Tronet, P., & Baley, C. (2012). Caractérisation granulométrique des chènevottes. *RUGC 2012, Chambéry, 2012*
- Pretot, S., Collet, F., & Garnier, C. (2014). Life cycle assessment of a hemp concrete wall: Impact of thickness and coating. *Building and Environment*, 72, 223–231.
- Rahim, M., Douzane, O., Le, A. T., Promis, G., Laidoudi, B., Crigny, A., & Langlet, T. (2015). Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity. *Energy and Buildings*, 88, 91–99.
- Rode, C. (2005). *Moisture buffering of building materials* (Report BYG-DTU R-126). ISSN 1601 – 2917, ISBN 87-7877-195.
- Roels, S., & Janssen, H. (2005). *Is the moisture buffer value a reliable material property to characterize the hygric buffering capacities of building materials?* (Working paper A41-T2-B-05-7 for IEA Annex 41 project, Whole Building Heat, Air and Moisture Response, Trondheim).
- Tran Le, A.-D. (2010). *Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment* (PhD thesis). Université de Reims Champagne- Ardenne, Reims.
- Tran Le, A.-D., Maalouf, C., Mai, T. H., Wurtz, E., & Collet, F. (2010). Transient hygrothermal behaviour of a hemp concrete building envelope. *Energy and Buildings*, 42, 1797–1806.



THERMAL INSULATION MATERIALS FROM RENEWABLE RESOURCES: THERMAL AND HYGRIC PERFORMANCES

M. Viel*, F. Collet, C. Lanos

Université Rennes 1, Laboratoire Génie Civil et Génie Mécanique, BP 90422, Rennes, France

* Corresponding author: marie.viel@univ-rennes1.fr

Abstract

The European ISOBIO project aims to develop new bio-based building insulating materials which contribute to reduce environmental impacts of buildings. The developed materials shall have low embodied energy and low carbon footprint and shall contribute to reduce energy needs of buildings and to ensure high hygrothermal comfort of users. This study investigates the valuation of agro-resources as bio-based aggregates and as binding material to produce wholly bio-based composites. Two types of aggregates: hemp shiv and corn cob residues (obtained after alkali treatment on the corn cob), and five types of green binders are investigated. Specimens are produced to characterize thermal and hygric properties of developed composites and to identify the best mixture between aggregate and binder. They show interesting thermal and hygric properties. They have low thermal conductivity ranging from 0.067 to 0.148 W/(m.K) and depending on the mix (aggregate with binder). They are excellent hygric regulators (MBV >2 g/(m².%RH)). These results suggest that developed composites can be used as building materials but not for the same types of use. In fact, some composites would be more suitable for thermal insulating products and others would be better suited to indoor facing panels.

Keywords:

Agricultural waste valuation, Thermal insulation materials, Bio-based composites, Hemp shiv, Corn cob, Green binders, Moisture Buffer Value, Thermal conductivity

1 INTRODUCTION

This study is part of the European ISOBIO project which aims to develop new bio-based building insulating materials. The aim is to reduce the embodied energy of materials while also reducing the total energy needs of buildings and allowing high hydrothermal comfort of users. Two kinds of products are developed within ISOBIO project: insulating panels and bio-based insulating composites to be implemented on-site. The project focuses on the valuation of agro-resources as bio-based aggregates and as binding material to produce wholly bio-based composites. Five agro-resources are considered in ISOBIO project: hemp, flax, rape, wheat and corn cob. They are available as straw, shiv, fibre or dust.

This study investigates the development of bio-based composites to be used to produce insulating panels. Two types of aggregates: hemp shiv and corn cob residues (obtained after alkali treatment on the corn cob) for its good hygric property, are considered. Then, six green binders are used. Two bio-binders are obtained by extraction process on corn cob and on flax fine. Others come from industry as black liquor (by-product of paper industry), molasses (by-product of sugar industry), commercial lignin (by-product of wood industry) and the PLA (thermoplastic binder from renewable resources). Specimens are produced to qualify the hygrothermal performances of developed composites. The aim of these characterizations, in link with the objectives in term of reduction of energy needs of buildings

and in term of hygrothermal comfort of users, is to identify the best mixture between aggregates and binder.

2 MATERIALS AND METHODS

2.1 Raw materials

Binders

Six types of binders are considered in this study.

For compressed straw panels, no additional binder is needed to provide a minimum of cohesion. The raw material is just cleaned and compressed between two hot plates where it undergoes a hydrothermal treatment at 200°C (as the STRAMIT Process [Glassco 1987]). The cohesion of the obtained material is then ensured by the released lignin (between 8 and 17%), hemicellulose (between 28 and 33%) and cellulose (between 33 and 42%) from the wheat straw [Sun 2000]. Based on this observation, it is possible to use the components contained in the bio-based aggregates to formulate a green binder.

Initial work was done to evaluate the ability of hemp shiv to be bonded by wheat straw using the same compression process. Hemp shiv was mixed with wheat straw chopped with a lab blender to obtain bio-based composites. Several compositions were tested; it was shown that wheat straw allowed a good cohesion of the composite when the dry mix included at least 15% of wheat straw [Collet 2016].

A second process is investigated to obtain bio-binder by extraction of soluble content. This method is first studied for wheat straw. The extraction process consists in infusing wheat straw in solvent for several hours. Then, wheat straw is pressed in order to collect all solvent. This solvent is partially evaporated in order to control the concentration of the solution (Fig. 1).

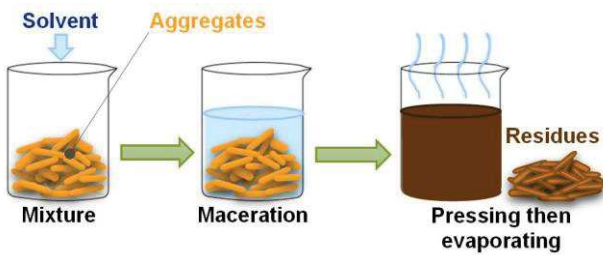


Fig. 1: The extraction process on bio-aggregates

Several trials are achieved to identify the optimum conditions. Indeed, for the extraction process, many factors can affect the yield:

- The maceration time,
- The grain size,
- The nature of solvent,
- The solvent concentration.

Following those observations, the optimum conditions identified with a yield of 50 % were maceration in alkali solvent during 4 hours at 90°C.

This process is then applied for each raw material supplied by CAVAC, industrial partner of ISOBIO project (these materials are presented in other conference paper [Viel 2017]) and two raw materials are identified as the best for this use. These ones are corn cob and flax fines.

Three other binders are bio-binders from industry as black liquor (waste of paper industry), molasses (by-product of sugar industry) and commercial lignin (by-product of wood industry, Biochoice® powder).

The last binder is a biodegradable thermoplastic from renewable resources: the Poly-Lactic Acid (PLA provided by Galactic - Belgium). This polymer is characterized by very high mechanical properties (flexural strength of 17.8 MPa and compression strength higher than 50 MPa, elastic modulus of 3500 MPa) and glass transition temperature around 180°C. PLA is marketed in granular form. To be used, it is reduced in chips.

All the binders are presented fig.2.

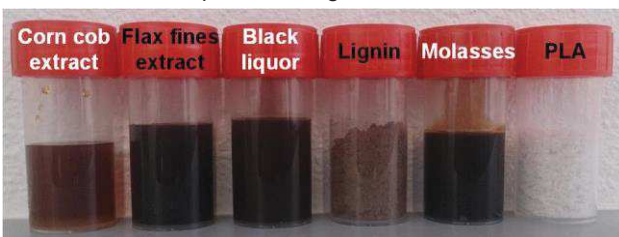


Fig. 2: Binders used to tested composites formulation

Aggregates

Two types of aggregates are considered in this study (Fig. 3).

The shiv is a commercial product (Biofibat – CAVAC, France) commonly used to produce hemp concrete. Its bulk density is about 100 to 110 kg/m³. The mean width of particles (W50) is 2.2 mm and the mean length (L50) is 8 mm. The maximal width is 5 mm and the maximal length is 19 mm.

The corn cob is the support for maize grains and maize cultivation's by-product. Its bulk density is about 390 kg/m³. The mean width of particles is 3.78 mm and the mean length is 5.15 mm. The maximal width is 4.77 mm and the maximal length is 6.47 mm. This aggregate is used to make a green binder with their soluble content in the alkali solvent and the corn cob residues obtained is used as aggregates in the composites formulation. After the extraction, the bulk density of the corn cob residues is about 365 kg/m³.



Fig. 3: Aggregates used to tested composites formulation

2.2 Composites

Design of experiment (DOE)

For this study, two types of aggregates and six types of binders are tested. To get a large number of information, screening design is used and more specify Hadamard matrix. This experience design will allow understanding the effects of factors on the composites properties (thermal conductivity and moisture buffer value) [Rabier 2007]. Tab. 1 shows the established experience design. One factor has 2 levels for aggregates (hemp shiv or corn cob residues), and one other factor has 7 levels, for binders (without binder, corn cob extract, flax fines extract, black liquor, lignin BioChoice®, Molasses or PLA).

Tab. 1: Formulation of composites

N°	Aggregates	Binder
0A	Hemp shiv	Without
1	Hemp shiv	Corn cob extract
2	Hemp shiv	Flax fines extract
3	Hemp shiv	Black liquor
4	Hemp shiv	Lignin BioChoice®
5	Hemp shiv	Molasses
6	Hemp shiv	PLA
0B	Corn cob residues	Without
7	Corn cob residues	Corn cob extract
8	Corn cob residues	Flax fines extract
9	Corn cob residues	Black liquor
10	Corn cob residues	Lignin BioChoice®
11	Corn cob residues	Molasses
12	Corn cob residues	PLA

Then, this experimental design is converted in experiment matrix, which is a mathematical entity. It includes as many lines (noted n) as formulations and as many columns (noted p) as unknown coefficients in the model. This experimental design can be rewritten in the form of the following equation:

$$\{Y\} = \{B\} (X) + \{e\} \tag{1}$$

with:

- {Y}: response vector,
- (X): matrix of the model,
- {B}: coefficient vector,
- {e}: vector of the gaps.

The mathematical analysis allows estimating the coefficients {B} and the residues {e} by the least squares method. The effects of the factors on the responses are calculated as:

$$\{B\} = ({}^tXX)^{-1}({}^tX)\{Y\} \quad (2)$$

where $({}^tXX)^{-1}$ is a dispersion matrix and $({}^tX)$ is the transpose of the matrix. Once the B_i coefficients are determined, they are used in the following equation to predict the responses y_i .

$$y_i = B_0 + B_1 \cdot x_{1,j} + B_2 \cdot x_{2,j} + B_3 \cdot x_{3,j} + B_4 \cdot x_{4,j} + B_5 \cdot x_{5,j} + B_6 \cdot x_{6,j} + B_7 \cdot x_{7,j} + \Delta + \varepsilon \quad (3)$$

with:

- y_i : response,
- $x_{i,j}$: level of the factor
- B_0 : theoretical average value of the response (constant),
- B_i : effect of the factor,
- Δ : the lack of fit,
- ε : random error.

The robustness of the defined model is tested with two tools: F-test for the significance of the model and the t-test for significance of the coefficients (Fig. 4).

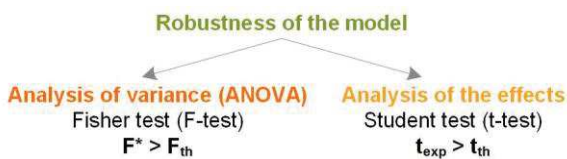


Fig. 4 : Flow chart of statistical analysis for defining the robustness of the model

The analysis of variance (ANOVA) studies the differences of average between the experimental and theoretical responses. It determines if the defined model is significant or not. The total variation in Y (total sum of squares, SSTO) is divided into two components: the one is the equation regression component (regression sum of squares, SSR) and the other is the residual component (error sum of squares, SSE). The first is tested in comparison with the second. These components are sum of the squared deviations and their equations are summarized in the following analysis of variance table (Tab. 2).

Tab. 2: Standard analysis of variance table

Source of variation	Degrees of freedom	Sum of squares	Mean square	F*
Regression	p	SSR	$MSR = \frac{SSR}{p}$	$F^* = \frac{MSR}{MSE}$
Residual error	$n - p - 1$	SSE	$MSE = \frac{SSE}{n - p - 1}$	
Total	$n - 1$	$SSTO$		

with:

- $SSR = \sum(y_i - \hat{y}_i)^2$,
- $SSE = \sum(\hat{y}_i - \bar{y})^2$,
- $SSTO = SSR + SSE$.

where y_i are the experimental responses, \hat{y} are the theoretical responses and \bar{y} is the mean response. Then

the F^* ratio is compared to a critical variable taken in F-table for $\alpha = 5\%$ (risk). Thus, if F^* is higher than the considered critical level, the model is considered to be statistically significant.

Another statistical analysis is performed on the coefficients.

Tab. 3: Table of statistical analysis of the coefficients

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

with:

- σ_i : standard deviation of B_i ,
- c_{ii} : diagonal term of the level i of the $({}^tXX)^{-1}$ dispersion matrix.

Then the t_{exp} is compared to a critical variable from the t-distribution for $\alpha = 5\%$ (risk). Thus, if t_{exp} is higher than t_{th} , the factor effect is considered to be statistically significant. If a coefficient is considered not relevant, it is possible to eliminate it but its impact on the adjusted determination coefficient r_a^2 will need to be evaluated.

In the presence of several variables, the determination coefficient r^2 must not be used to compare the descriptive quality of the different models. The use of determination coefficient adjusted r_a^2 is required. This coefficient takes into account the number of variables present in the model and it depends on the following equation:

$$r_a^2 = r^2 \times \frac{n-1}{DF} = 1 - \frac{\sum(y_i^2)}{(n-1) \times var(y_i)} \times \frac{n-1}{n-p-1} \quad (4)$$

More the r_a^2 is close to 1, more the calculated values will be close to experimental values [Goupy 2006; Oehlert 2000].

Composites production process

The bio-aggregates are moistened with the binder into water (except for PLA). To ensure a good cohesion, a content of 15% of dry binder is used. Three composites are produced from the same mixture. This mix is divided into three equal parts (A, B and C) and each part is introduced in one of three cell of the mold. After, each part is compacted 5 times at 0.25 MPa in the mold, which is then placed in an oven at 190°C for 2 hours. The three composites of dimensions 100 x 100 x 100 mm³ are demolded cold (Fig. 5).

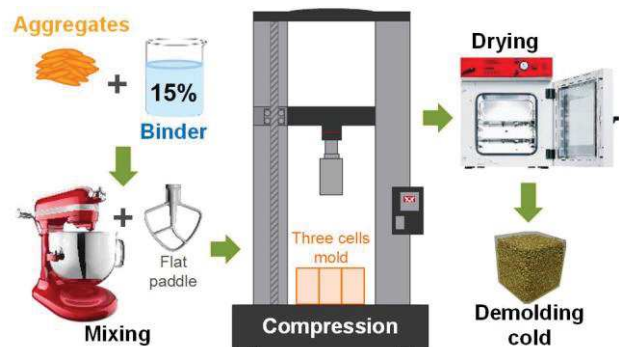


Fig. 5: The production of composites

Fig. 6 shows the produced composites. The composites n°11 and n°12 have not been produced due to the bad cohesion between the binders (molasses and PLA) and the aggregates (corn cob residues).

Except for the composite n°6, the composites based on hemp shiv have very close densities ranging from 177 to 191 kg.m³. The composite based on hemp shiv and PLA (n°6) has the highest density (273 kg/m³) of the composites

based on hemp shiv. The composites based on corn cob residues have a density much higher than composites based on hemp shiv, due to much higher density of aggregates. The three composites, with the aggregates extracts and black liquor, have very close densities ranging from 520 to 557 kg/m³. The composite with the lignin has the lowest density (457 kg/m³) of the composites based on corn cob residues.



Fig. 6: Developed composites

Tab. 4: Apparent density of composites

N°	1	2	3	4	5
Density (kg/m ³)	177.69 ± 2.37	179.65 ± 5.68	191.42 ± 0.90	179.04 ± 1.26	187.36 ± 1.38
CoV	1.33%	3.43%	4.44%	2.80%	1.95%
N°	6	7	8	9	10
Density (kg/m ³)	272.89 ± 18.95	519.86 ± 9.80	556.94 ± 9.69	526.98 ± 5.38	457.26 ± 0.93
CoV	4.01%	1.67%	1.19%	3.61%	1.21%

2.3 Characterization methods

Thermal characterization

The thermal characterization is based on the measurement of thermal conductivity after drying at 60°C and cooling to ambient temperature in desiccators with silica gel. The measurement is performed in a desiccator and with a transient method: Hot Wire. This method is based on the analysis of the temperature rise versus heating time.

$$\Delta T = \frac{q}{4 \cdot \pi \cdot \lambda} (\ln(t) + C) \quad (5)$$

Where ΔT (°C) is the temperature rise, q (W/m) is the heat flow per meter, λ (W/(m·K)) is the thermal conductivity, t (s) is the heating time and C is a constant including the thermal diffusivity of the material.

The measurement is performed with the sensor sandwiched between two specimens. In order to prevent the presence of an air gap, a weight is put on the specimens. The heat flow and heating time are chosen to reach high enough temperature rise (>10°C) and high correlation coefficient (R^2) between experimental data and fitting curve. In this study, the commercial CT Meter device is equipped with five centimeters-long hot wire. The power used is 142 mW (n°1 to 4) or 205 mW (n°5 to 10) and the heating time is 120 seconds. These settings allow meeting the previous requirements (temperature increase higher than 10°C and high R^2 value). According to the manufacturer, the expected accuracy is thus better than 5%. For each formulation, three pairs of specimen are considered by combining differently the three specimens (A&B, C&B and A&C, Fig. 7). The thermal conductivity of a pair of specimens is the average of three values with a coefficient of variation (ratio of the standard deviation to the average value) lower than 5%. The thermal conductivity of

a formulation is the average of the nine values from the three pairs of specimens.

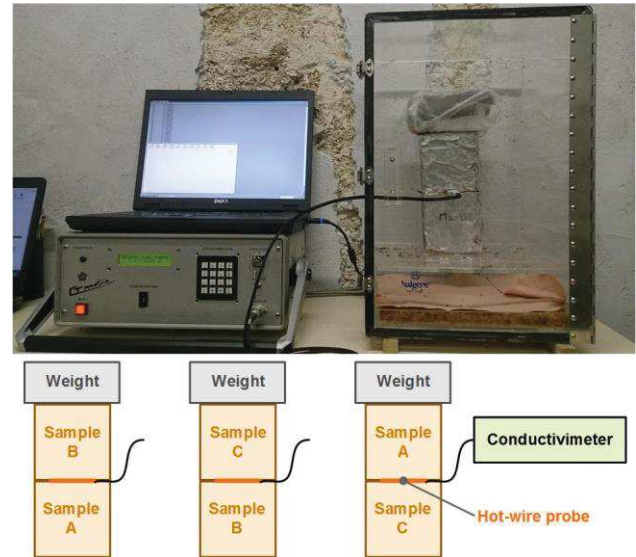


Fig. 7: Thermal conductivity measurement

Hygic characterization

The hygic characterization is based on the measurement of the moisture buffer value (MBV) of materials, which characterizes their ability to moderate the variations of indoor relative humidity in buildings.

The moisture buffer value is measured following the Nordtest protocol [Rode 2005]. Specimen are sealed on all but one surfaces. After stabilization at 23°C, 50% RH, specimens are exposed to daily cyclic variation of ambient relative humidity (8 hours at 75% RH and 16 hours at 33% RH) in a climate chamber (Vötsch VC4060, Fig. 8).



Fig. 8: Experimental device for the measurement of Moisture Buffer Value

The moisture buffer value is then calculated from their moisture uptake and release with:

$$MBV = \frac{\Delta m}{A \cdot (RH_{high} - RH_{low})} \quad (6)$$

Where MBV (g/(m²·%RH)) is the moisture buffer value, Δm (g) is the moisture uptake/release during the period, A (m²) is the open surface area and $RH_{high/low}$ (%) is the high/low relative humidity.

Temperature and relative humidity are measured continuously with sensor SHT75 and with sensor of the climatic chamber; the air velocity in the surroundings of the specimen ranges from 0.1 to 0.4 m/s for horizontal velocity and is lower than 0.15 m/s for vertical one.

The specimens are weighed out of the climatic chamber five times during absorption period and two times during desorption one. The readability of the balance is 0.01 g and its linearity is 0.01 g. The accuracy of the moisture buffer value is thus about 5%.

For each formulation, the MBV is measured on the three specimens and the MBV of the formulation is the average value of the three specimens.

3 RESULTS

3.1 Thermal characterization

To validate thermal conductivity measurement, an infrared thermography picture a photo is taken on each specimen immediately after measurement. For all specimens, all the probe volume is in the specimen, as shown as examples on Fig. 9 for formulations 5 (left) and 8 (right) for which heating power is respectively 142 mW and 205 mW . Thus, the measurements are validated.

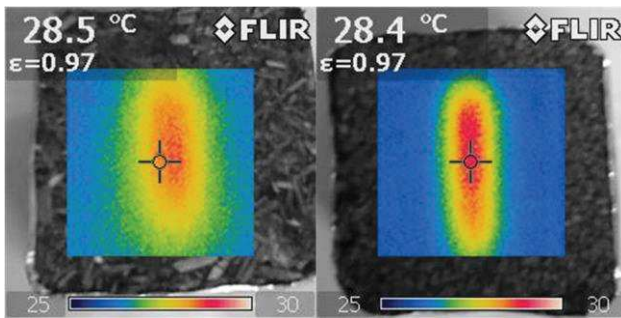


Fig. 9: Infrared thermography pictures of specimens 5 (on the left) and 8 (on the right) immediately after the thermal conductivity measurement

Tab. 5 and Fig. 10 give the average value, the standard deviation and the coefficient of variation of thermal conductivity of studied composites.

For all tests, the correlation coefficient between experimental data and fitting curve is very close to one, higher than 0.9996. More, for each composite, experimental values are very close to each other. The coefficient of variation is lower than 4% between the nine measurements (three pairs and three measurements by pair). This induces great confidence in thermal conductivity values.

Tab. 5: Thermal conductivity of composites

N°	λ (W/(m.K))	σ (W/(m.K))	CoV (%)
1	0.0708	0.0009	1.22
2	0.0702	0.0012	1.75
3	0.0711	0.0015	2.05
4	0.0675	0.0013	1.88
5	0.0704	0.0008	1.18
6	0.0786	0.0017	2.18
7	0.1403	0.0041	2.92
8	0.1479	0.0047	3.20
9	0.1365	0.0048	3.55
10	0.1284	0.0047	3.66

The thermal conductivities of developed composites, at dry state, range from 0.0675 to 0.1479 W.m⁻¹.K⁻¹. The composites made from hemp shiv as aggregates, have the lowest thermal conductivity (between 0.0675 and 0.0786 W.m⁻¹.K⁻¹). The composite with the PLA has a thermal

conductivity slightly higher than the others made with the hemp shiv. The composites made from corn cob residues as aggregates, have the highest ones (between 0.1284 and 0.1479 W.m⁻¹.K⁻¹). The composite with the lignin BioChoice® has a thermal conductivity slightly lower than the others made with the corn cob residues.

As shown on Fig. 10, the thermal conductivity of the composites increases linearly with density. The correlation coefficient of the fitting curve is very close to 1. The slope of the regression line for the composites (yellow curve), is more important than the slope of the regression line for the aggregates (green curve). Thus, the thermal conductivity increases more quickly with the density in the case of the composites.

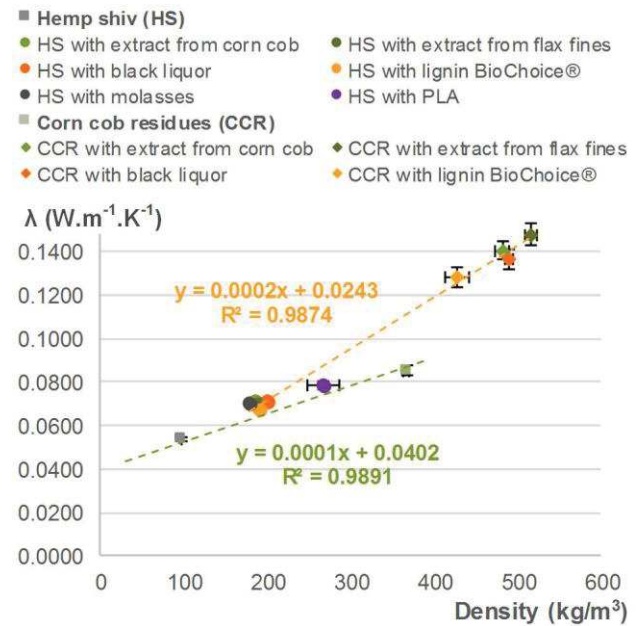


Fig. 10: Thermal conductivity of composites (W.m⁻¹.K⁻¹) versus density at dry state

To obtain additional information, the results are exploited through the design of experiment. Following the F-test (analysis of variance), the models with 6 or 8 coefficients are significant. Tab. 6 gives the analysis of the coefficients. In the two cases, all the coefficients are significance because $t_{exp} > t_{th}$. More r_a^2 is better in the case where there are 6 coefficients. Thus, the chosen model is the one with 6 coefficients.

Tab. 6: Analysis of the significance of the effects in the cases of 8 or 6 coefficients

N°	8 Coefficients		6 Coefficients	
	Coefficient	t_{exp}	Coefficient	t_{exp}
B ₀	0.0446	30.3634	0.0386	9.3549
B ₁	0.0312	21.1889	0.0610	18.1155
B ₂	0.0364	11.0567	0.0364	6.8304
B ₃	0.0401	12.2075	0.0401	7.5413
B ₄	0.0348	10.5700	0.0348	6.5297
B ₅	0.0289	8.7855	0.0289	5.4273
B ₆	0.0170	3.8542	-	-
B ₇	0.0251	5.6906	-	-
t_{th}	2.0484		2.0639	
r^2	0.9439		0.9437	
r_a^2	0.9299		0.9319	

Fig. 11 Fig. 19 shows the interactions between the aggregates and the binders. The lines of the corn cob extract and the black liquor are confused. Their impact is

the same on the thermal conductivity for these two aggregates. The slope of the lines for the composites, whatever the binder, is more important than the slope of the line in the case of the bulk. The interaction between the hemp shiv and the binders is the same except for the PLA where the interaction is more important. The interaction between the corn cob residues and the binders is not the same. Indeed, it is more important for the flax fines extract and less important for the lignin BioChoice®.

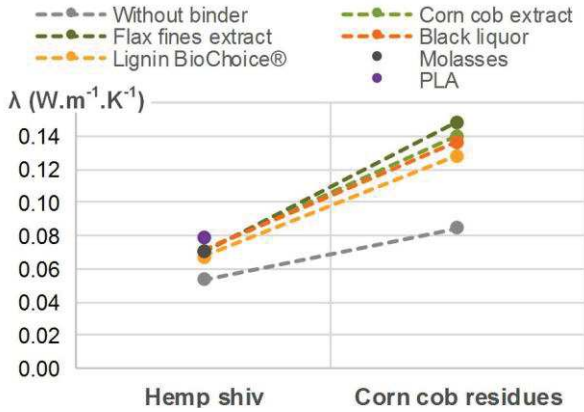


Fig. 11 : Interaction graph for the thermal conductivity (W.m⁻¹.K⁻¹)

For an identical production process, Fig. 12 shows that thermal conductivity increases when the hemp shiv are replaced by the corn cob residues (B₁ coefficient) and when the bulk is converted into composites (B₂, B₃, B₄ and B₅ coefficients). Indeed, the density of the composites increases with the use of corn cob residues as aggregates. The binder with the least important impact is the lignin (B₅ coefficient). The corn cob extract (B₂ coefficient) and the black liquor (B₄ coefficient) both have high impact on the thermal conductivity (nearly the same). The path diagram gives the flax fines extract the highest impact. However, the impact of flax fines extract is much higher on corn cob composites than on hemp shiv composites. Indeed, the impact induced by flax fines extract is not only due to the type of binder but also to its effect on composite density.

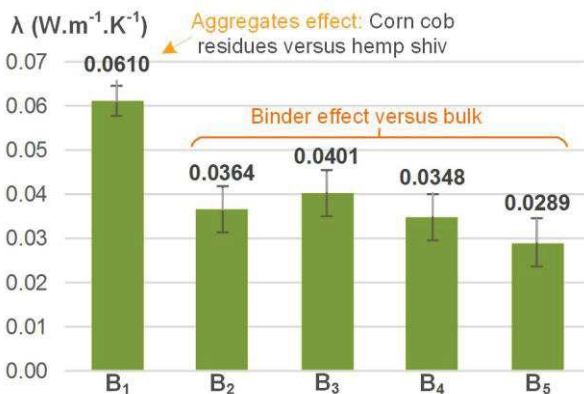


Fig. 12: Path diagram for the thermal conductivity (W.m⁻¹.K⁻¹)

3.2 Hygic characterization

Fig. 13 shows the ambient relative humidity and temperature in the climate chamber during the test. The mean value of relative humidity is slightly lower than 75 % during absorption (about 71.4 %) and slightly higher than 33% during desorption (about 35.5 %) because the door of the climate chamber is regularly open to weight specimens (peak on the curve). The SHT 75 sensor is calibrated at 23°C using silica gel and saturated salt solutions at 22.75,

32.90, 43.16, 58.20, 75.36, 81.20 and 97.42 %RH. The relative humidity is then calculated with:

$$RH_{cor.} = 0.0043 RH_{SHT75}^2 + 0.6096 RH_{SHT75} + 3.3458 \quad (7)$$

It is obtained from the calibration of sensor, which is realized with saturated salt solutions at 22.75, 32.90, 43.16, 58.20, 75.36, 81.20 and 97.42 %RH for a temperature of 23°C. The value of point zero is obtained with silica gel at 23°C.

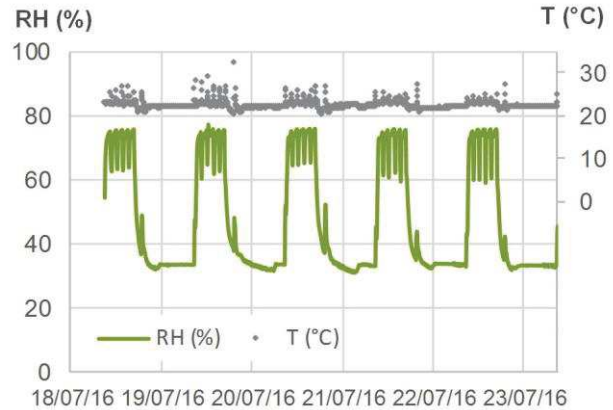


Fig. 13: Monitored relative humidity and temperature in the climate chamber during MBV test

Fig. 14 gives as example the moisture uptake and release of sample n°1. For all composites, the change in mass shows less than 5 % of discrepancy for cycles 3 to 5. The moisture buffer value is thus calculated from cycles 3 to 5.



Fig. 14: Moisture uptake and release for sample n°1-A

Fig. 15 to Fig. 18 summarize the moisture buffer values obtained in absorption, desorption and on average. The standard deviations are low, leading to coefficients of variation lower than 4.5 %.

The average MBV range from 1.86 to 5.08 g/(m².%RH). According the Nordtest classification [Rode 2005], only the composite n°6 is good hygic regulators (1 < MBV < 2 g/(m².%RH)). The others composites are all excellent hygic regulators (MBV > 2 g/(m².%RH)).

As shown on Fig. 16 and Fig. 18, the moisture buffer value is not impacted by the density of composite. For a same binder, the composites made with corn cob residues have a better MBV than the composites made with hemp shiv. This is good sense because in bulk, the corn cob residues have already a better MBV than the hemp shiv.

The composites made from similar binders (corn cob extract, flax fines extract and black liquor) and hemp shiv, have close MBV around 3.14 g/(m².%RH). It is the same with the composite made from similar binders (corn cob extract, flax fines extract and black liquor) and corn cob residues, they have close MBV around 4.90 g/(m².%RH). The composite n°6, which has the lowest MBV (1.86

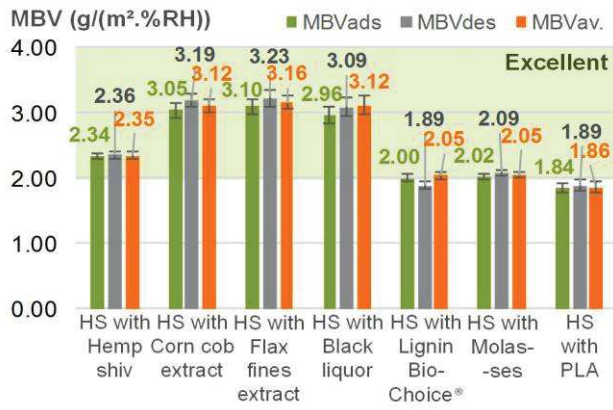


Fig. 15: Moisture buffer value versus composites based on hemp shiv

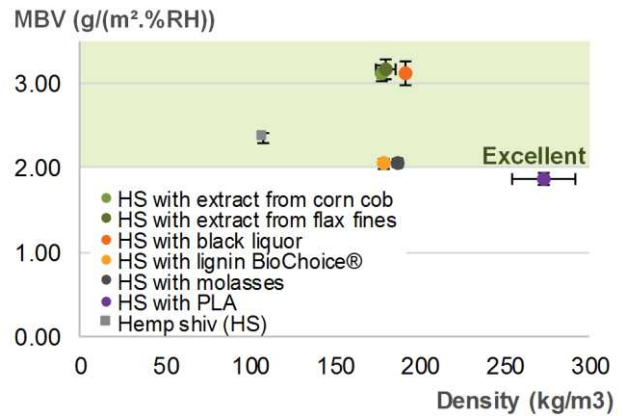


Fig. 16: Average moisture buffer value of composites based on hemp shiv (g/(m².%RH)) versus density

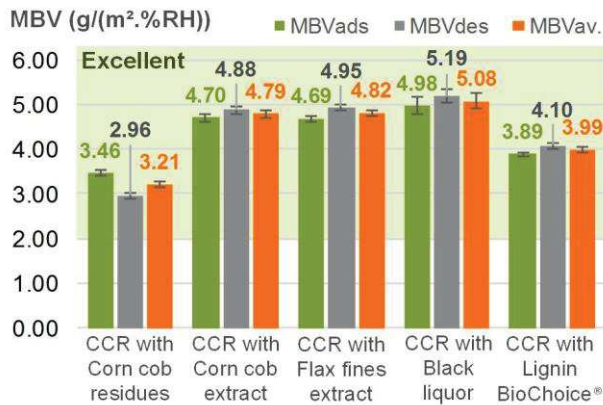


Fig. 17: Moisture buffer value versus composites based on corn cob residues

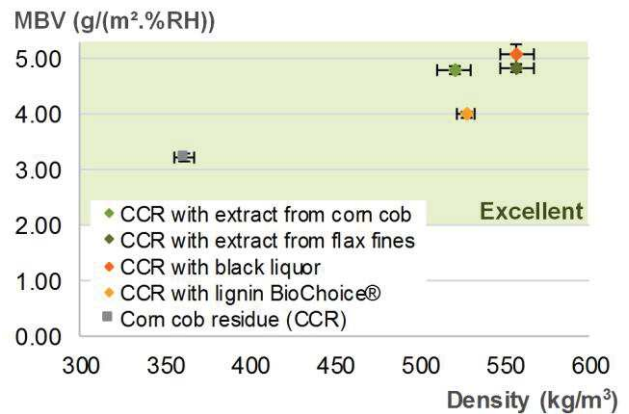


Fig. 18: Average moisture buffer value of composites based on corn cob residues (g/(m².%RH)) versus density

g/(m².%RH)), is made with hemp shiv and PLA. The others composites made from hemp shiv have a MBV slightly higher around 2.05 g/(m².%RH).

Thus, the MBV is impacted by the type of aggregate and of binder, not only by bulk density.

To obtain additional information, the results are exploited through the design of experiment. Following the F-test (analysis of variance), the models with 6 or 8 coefficients are significant. Tab. 7 gives the analysis of the coefficients. In the case there are 6 coefficients, the B₅ coefficient is not significant because t_{exp} < t_{th}. More r_a² is better in the case there are 8 coefficients. Indeed, the adjustment quality of the model as measured by the adjusted determination coefficient is very good because it is close to 1. Thus, the chosen model is the one with 8 coefficients.

Tab. 7: Analysis of the significance of the effects in the cases of 8 or 6 coefficients

N°	8 Coefficients		6 Coefficients	
	Coefficient	t _{exp}	Coefficient	t _{exp}
B ₀	2.38	119.94	1.97	17.96
B ₁	0.86	43.40	1.65	18.37
B ₂	1.16	26.18	1.16	8.20
B ₃	1.20	27.04	1.20	8.47
B ₄	1.26	28.47	1.26	8.92
B ₅	0.23	5.07	0.23	1.59
B ₆	-0.30	-4.98	-	-
B ₇	-0.48	-8.12	-	-
t _{th}	2.05		2.06	
r ²	0.9909		0.9528	
r _a ²	0.9886		0.9429	

Fig. 19 shows the interactions between the aggregates and the binders. The lines of the two extracts are confused. Their impact is the same on the MBV for these two aggregates. The slope of the lines for the black liquor and the lignin BioChoice® are the same. However, the interaction between the black liquor and the aggregates is better than the one of the lignin BioChoice®. The interaction between the hemp shiv and the extracts binders and the black liquor, is the same. The interaction between the hemp shiv and the others binders is less important as the synergy is negative. The interaction between the corn cob residues and the binders is not the same. Indeed, it is more important for the black liquor and less important for the lignin BioChoice®.

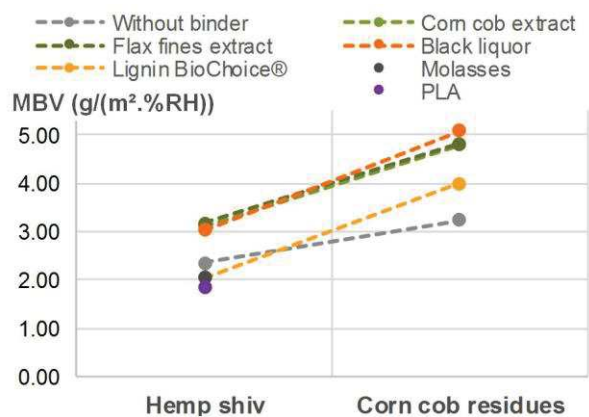


Fig. 19: Interaction graph for the moisture buffer value (g/(m².%RH))

Fig. 20 shows that MBV increases when the hemp shiv are replaced by the corn cob residues (B_1 coefficient) and when the bulk is converted into composites (B_2 , B_3 , B_4 and B_5 coefficients). For the B_6 and B_7 coefficients, when the bulk is converted into composites, the MBV decreases. These binders should seal the pores of agro-resources. The binder which have the most important impact on the increasing of the MBV is the black liquor (B_4 coefficient). The binder with the least important positive impact is the lignin BioChoice® (B_5 coefficient). The corn cob extract (B_2 coefficient) and the flax fines extract (B_3 coefficient) have nearly the same impact on the MBV. This impact is somewhat less important than the one of black liquor.

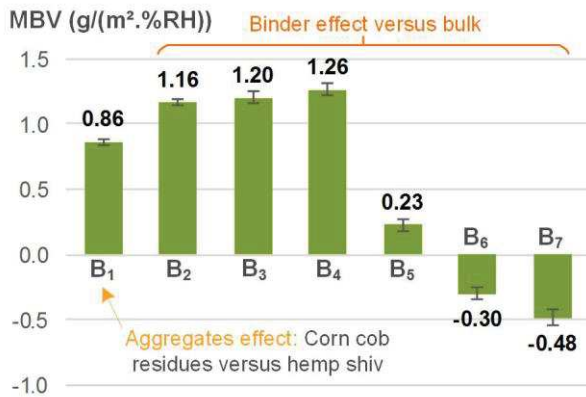


Fig. 20: Path diagram for the moisture buffer value ($g/(m^2.\%RH)$)

4 CONCLUSION

This study shows that it is possible to produce wholly bio-based composites. Indeed, use these combinations of binders and aggregates is very interesting from the environmental perspective because local agriculture is given priority, waste and by-products are used in the production of these binders and none additive is added.

The density of developed composites ranges from 177 to 273 kg/m^3 with hemp shiv as aggregates, and ranges from 457 to 557 kg/m^3 with corn cob residues as aggregates.

The thermal conductivity ranges from 0.0675 to 1.479 $W.m^{-1}.K^{-1}$. It is mainly dependant on density but it is also slightly impacted by the type of binder. Thus, the composites made with hemp shiv have a lower thermal conductivity than the ones made with the corn cob residues.

The composites are all excellent hygric regulators ($MBV > 2 g/(m^2.\%RH)$) except the composite made with PLA, which is only a good hygric regulator. For a same binder, the composites made with corn cob residues have a better MBV than the composites made with hemp shiv. More, the use of the molasses and the PLA decreases the MBV

because these binders should seal the pores of agro-resources.

Further research is still required to qualify the durability and the fire resistance of such composites and to study other properties such as the mechanical performances.

5 ACKNOWLEDGEMENTS

This project has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation program under grant agreement No. 636835 – The authors would like to thank them.

CAVAC, industrial partner of the ISOBIO project, is gratefully acknowledged by the authors for providing raw materials.

Thanks are due to Tony Hautecoeur.

6 REFERENCE

[Collet 2016] Collet, F.; Pretot, S.; Lanos, C.; Hemp-straw composites: thermal and hygric performances, ICOME, 2016, Place: La Rochelle, France.

[Glassco 1987] Glassco, R.B.; Noble, R.L.; Modular building construction and method of building assembly, WO1987003031 A1, 1986.

[Goupy 2006] Goupy, J.; Creighton, L.; Introduction aux plans d'expériences, Dunod, 2006, ISBN978-2-10-049744-7.

[Oehlert 2000] Oehlert, G.W.; A first course in design and analysis of experiments, New York, W.H. Freeman, 2000, ISBN978-0-7167-3510-6.

[Rabier 2007] Rabier, F.; Modélisation par la méthode des plans d'expériences du comportement dynamique d'un module IGBT utilisé en traction ferroviaire, Location: Toulouse, Institut National Polytechnique, PhD Thesis, 2007.

[Rode 2005] Rode, C.; Peuhkuri, R.H.; Mortensen, L.H.; Hansen, K.K. and al; Moisture buffering of building materials, Technical University of Denmark, Department of Civil Engineering, 2005.

[Sun 2000] Sun, R.C.; Tomkinson, J.; Essential guides for isolation/purification of polysaccharides, Academic Press: Lond, 2000.

[Viel 2017] Viel, M.; Collet, F.; Lanos, C.; Chemical and hygrothermal characterization of agro-resources's by-product as a possible raw building material, ICBBM, 2017, Place: Clermont-Ferrand, France.



Experimental highlight of hygrothermal phenomena in hemp concrete wall



Florence Collet*, Sylvie Pretot

Université Européenne de Bretagne, Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique, Equipe Matériaux Thermo Rhéologie, IUT Génie Civil – 3, rue du Clos Courtel, BP 90422, 35704 Rennes, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 17 July 2014
Received in revised form
12 September 2014
Accepted 19 September 2014
Available online 28 September 2014

Keywords:

Bio-based material
Hygrothermal behaviour
Sorption-desorption
Evaporation–condensation

ABSTRACT

This study investigates the hygrothermal behaviour of a timber-framed hemp concrete wall made of precast blocks. Measurements are performed on an uncoated wall as well as on a coated wall. The experimental device consists in two air-conditioned rooms where ambient conditions are selected to induce temperature and/or vapour pressure gradient between the two sides of the wall. The monitoring deals with temperature and relative humidity within the wall. Kinetics of temperature and of vapour pressure are given. Profiles are drawn at several times of the transient phase. In the regular part of the wall, several kinds of hygric behaviours are highlighted such as homogeneous vapour diffusion and huge vapour pressure variations due to evaporation–condensation and/or sorption-desorption phenomena. The results in the line of frame show that the frame doesn't induce disturbances in the hygrothermal behaviour of the wall. It is also shown that the coating reduces and delays vapour diffusion.

© 2014 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Nowadays, responsible construction should be energy efficient and made of environmentally friendly materials. Bio-based materials avoid depletion of raw material and exhibit low impact on environment (carbon storage, low embedded energy...) [1]. Hemp concrete is a bio-based building material made of lime and hemp shiv. This material can be used for several applications (wall, floor and roof) adjusting the composition. It is implemented by casting, spraying or pre-casting. Due to its low mechanical performances, hemp concrete is used with a framework that can be made of steel, concrete or wood. Usually, hemp concrete walls are coated on both sides but hemp concrete can occasionally be naked on the indoor side.

The experimental characterisation of hygrothermal behaviour of hemp concrete is widely investigated at material scale. Measurements provide thermal and hygric properties that are available in the literature.

Hemp concrete is a light weight building material. Its thermal conductivity depends both on its formulation, its density and its water content. It ranges from 0.07 to 0.3 W.m⁻¹.K⁻¹. Hemp concrete is therefore a good, not exceptional, thermal insulator [2–8]. Like

all bio-aggregate based building materials, hemp concrete is strongly hygroscopic. Its water uptake is much higher than in usual building materials, as shown in Ref. [9] by comparing hemp concrete with Aerated Autoclaved Concrete and with Vertical Perforated Bricks. The water content at equilibrium at very high relative humidity (95 %RH) is much lower than the water content at saturation [10]. This is linked to the macroporosity due to the bio-based aggregate. Moreover, its sorption curves show hysteresis which extends all over the range of relative humidity [11–14]. The mainly open high porosity of bio-aggregate based building materials gives them high moisture vapour permeability (ie low water vapour diffusion resistance). The water vapour diffusion resistance, at dry point, ranges from 5 to 12 for hemp concrete [7,11,15] while it is equal to 130 for solid concrete, 50 for light weight aggregate (natural pumice stone) concrete, and 10 for aerated autoclaved concrete [16]. Finally, the moisture buffering quality of hemp concrete was studied by several authors [14,17–22]. The experimental investigations are generally performed following the Nordtest protocol [23]. It is shown that hemp concrete is an excellent hygric regulator with moisture buffer values globally higher than 2 g/(m².%RH).

The hygric and thermal properties of bio-aggregate based building materials give them a particular hygrothermal behaviour which allows reducing the energy demand of buildings while maintaining indoor relative humidity [24,25]. The investigations of the hygrothermal behaviour of building materials at large scale,

* Corresponding author. Tel.: +33 2 23 23 40 56; fax: +33 2 23 23 40 51.

E-mail addresses: florence.collet@univ-rennes1.fr (F. Collet), sylvie.pretot@univ-rennes1.fr (S. Pretot).

found in literature, are generally performed numerically. Experimental studies are also performed at large scale (1 m², wall or building).

It was shown in Ref. [25] and in Ref. [26] that hemp concrete wall performs better than traditional wall assembling on a phase shift point of view. For example, in the simulation of [25] the phase shift was 15 h in the hemp concrete wall while it was 5 h in the mineral wool wall. These performances are correlated with hygric behaviour of hemp concrete. Actually, Shea et al. [26] underline that, after a sudden drop in temperature on one side of the experimental wall, the steady state is reached at approximately 240 h while it is reached within 72 h in simulations ignoring the effects of relative humidity. Thus, relative humidity has a strong effect on the hygrothermal behaviour of the wall. The experimental study reported by Arnaud, Samri and Gourlay in Ref. [9] shows that an internal source (or well) of heat and/or the presence of another flow of heat (notably by convection) exists in hemp concrete and directly impact the heat balance equation.

Mlakar and Strancar compared hygrothermal behaviour of small-scale test houses with several kinds of materials [27]. Among their results, the lack of moisture buffering materials leads to higher level and larger oscillation of indoor relative humidity. The authors underline that high moisture loads could have an impact on the durability of buildings and also on its energy performance. At building scale, Woloszyn et al. [28] studied the effect of combining relative-humidity-sensitive ventilation with moisture buffering materials on relative humidity and energy consumption. They show that the use of moisture buffering materials allows reducing the amplitude of daily moisture variation and that energy savings are realised, thanks to SRH ventilation. Tran Le et al. compare hemp concrete behaviour to that of cellular concrete [24]. They found that hemp concrete induces a reduction ranging from 15% to 45% in energy consumption, depending on ventilation strategy. More, Maalouf et al. compare hemp concrete with other building materials (cellular concrete, earth block, solid brick, concrete) [29]. They show that hemp concrete has the lowest thermal diffusivity and the highest time lag which means that it can better reduce the propagation of outdoor weather conditions through building envelope. However, these authors also show that, in South France, there is a risk of indoor superheating due to low effusivity of hemp concrete. Besides, they underline that hygric properties are high affecting parameters.

The aim of this study is to learn more about the practical behaviour of hemp concrete wall. This study is performed at wall scale in order to respect the usual implementation. The studied hemp concrete wood-framed wall is made of precast blocks. The experimental device is made of two air-conditioned rooms. The monitoring deals with temperature and relative humidity within the wall in the regular part of blocks and in the front of wood framework. The experimental device and the implementation of the wall are first presented. Then the results obtained under several ambient conditions in the rooms are given. These conditions are selected to have vapour transfer, heat transfer or simultaneous heat and vapour transfer. Kinetics of temperature and vapour pressure are given and profiles are drawn at several times of the transient phase.

2. Experimental method

2.1. Experimental device

This study focuses on the hygrothermal behaviour of a hemp concrete wall under hygrothermal stresses. The aim is to study the wall response under temperature gradient only, vapour pressure gradient only and finally under both temperature and vapour



Fig. 1. Experimental device: bi-climatic rooms.

pressure gradients. So, in order to well control ambient temperature and relative humidity on both sides of the wall, the experimental device involves two adjacent air-conditioned rooms separated by the studied test-wall (Fig. 1).

Each room is 2.35 m deep, 2.78 m wide and 2.4 m high. The floor is made of concrete and all the other walls of the rooms are well insulated by polyurethane panels ($U = 0.40 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$) and are air and moisture tight. One of the air-conditioned rooms reproduces the indoor climate of common buildings (“indoor room”) while the other one simulates outdoor climatic conditions (“outdoor room”). Table 1 gives the ranges of temperature and relative humidity for each room. The regulation of each parameter (T and RH) is ensured by universal controllers DR4020 used to define the setpoint and a bandwidth that governs the switch-on and the switch-off of the devices of the chambers. Each controller has two outputs: heating/cooling for the temperature regulation and humidification/dehumidification for the humidity regulation. Heating is provided by convectors, cooling and dehumidification by a refrigeration group and humidification by steam humidifiers. When systems are operating, fans with low rotational speed are employed. This induces low level of air movement, with mean vertical velocity lower than $0.1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ in the studied part of the wall. This is not higher than the value commonly met in buildings. Hence, the rate of evaporation and moisture movement are not enhanced by the fan use.

2.2. Test wall and metrology

The test wall is built with precast hemp concrete blocks (see the dimensions of blocks in Fig. 6) and a wooden frame. The precasting consists in mixing binder and hemp shiv and then forming blocks. The binder is made of 72% in mass of CaO and 28% of hydraulic binder (lime and pozzolan). The hemp to binder mass ratio is 65% and the water to binder ratio is 120%. Firstly, CaO is mixed with water to obtain slaked lime. Then hydraulic lime and hemp shiv are added. The mixture is then poured into moulds and blocks are

Table 1
Ranges of temperature and relative humidity.

	Room 1 (indoor)		Room 2 (outdoor)	
	Range	Bandwidth	Range	Bandwidth
Temperature (°C)	18 – 27	±0.2	–5 to 35	±0.5
Relative humidity (%RH)	30 – 60	±0.3	30 – 90	±0.8

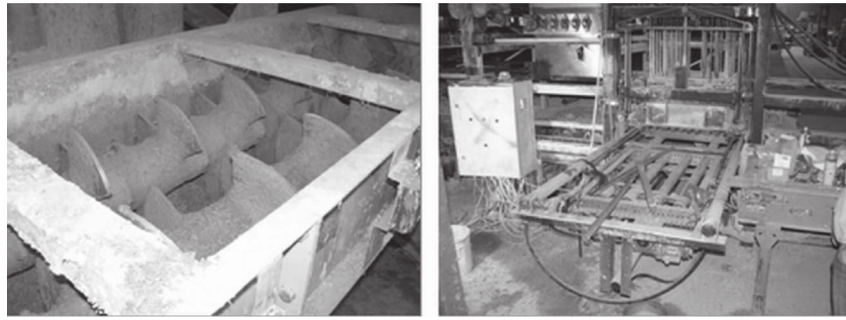


Fig. 2. Device for precasting hemp concrete – mixer; forming process.

formed by compaction in the moulds under vibrations (Fig. 2). These blocks show holes to introduce the wood frame ($17 \times 8 \text{ cm}^2$) and holes for networks ($\varnothing 5 \text{ cm}$) (Fig. 3). The apparent density of these blocks is 320 kg.m^{-3} , their thermal conductivity (at $23 \text{ }^\circ\text{C}$, 50%RH) is $0.12 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$ and their water vapour permeability is $1 \text{ E}^{-10} \text{ kg.m}^{-1}\text{.s}^{-1}\text{.Pa}^{-1}$ [30]. The wood frame is made of semi-heavy pine wood. According to [16], this kind of wood shows dry density from 435 to 520 kg.m^{-3} , thermal conductivity about $0.15 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$ and water vapour permeability about $0.4 \text{ E}^{-10} \text{ kg.m}^{-1}\text{.s}^{-1}\text{.Pa}^{-1}$.

The test wall is 2.30 m long, 0.30 m thick and 2.1 m high (Fig. 4). The horizontal joints between the rows of pre-cast blocks are narrow joints made of a few millimetres of milk of lime (25 kg of natural hydraulic lime with 10 l of water). The vertical joints between blocks are filled with a mixture made of hemp shiv and lime, as best as possible. The cross section of the frame is $15 \times 5 \text{ cm}^2$. The space between the wood and the hemp concrete is filled with a milk of lime. This wall is highly heterogeneous (regular part of the block, joints, timber frame, reservation holes...).

The aim of the monitoring is to measure the hygrothermal response of the wall to environmental conditions (temperature and relative humidity). Temperature is measured with thermocouples (type K) on the one hand, and with sensirion SHT75 sensors on the other hand. These sensors also measure relative humidity. The accuracy of thermocouples is $\pm 0.1 \text{ }^\circ\text{C}$. They were checked at $0 \text{ }^\circ\text{C}$, $10 \text{ }^\circ\text{C}$, $20 \text{ }^\circ\text{C}$ and $30 \text{ }^\circ\text{C}$. The accuracies of sensors SHT75 are $\pm 0.3 \text{ }^\circ\text{C}$ at $25 \text{ }^\circ\text{C}$ and $\pm 1.8\% \text{RH}$ at $10 - 90\% \text{RH}$. In order to quantify the absolute quantity of moisture, vapour pressure is calculated from temperature and relative humidity with the usual relationship:

$$p_v = \varphi \cdot 100 \exp\left(18.986 - \frac{4052}{235.89 + T}\right) \quad (1)$$

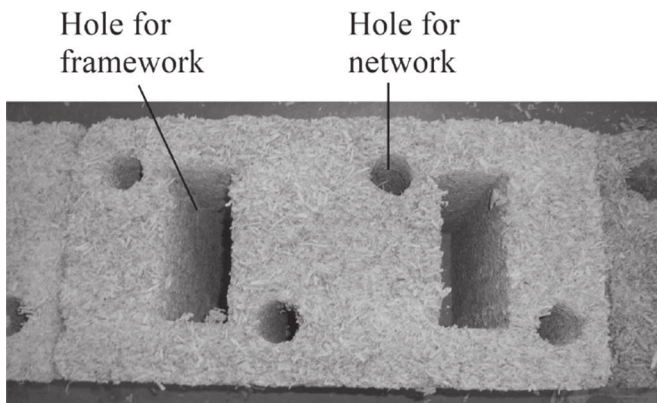


Fig. 3. Hemp concrete block.

The measurements are carried out on ambient air, on the surface of the wall and within the wall. Due to the heterogeneity of the wall, several profiles are studied. Fig. 5 shows the numbering of blocks (1–31) and columns (1–8) and the location of sensors. Profiles are measured in the regular part of blocks 17 and 20 and in the line with the timber frame (columns 3 and 6). In order not to disturb each other, the sensors are installed with an angle of 45° and distributed at different levels (Fig. 6).

2.3. Methodology

Four months later the construction (drying of the wall), the whole device is stabilised with the same setpoint for indoor and outdoor climates: $23 \text{ }^\circ\text{C}$, 40%RH. Then, the setpoints of the ambient conditions are chosen in order to ensure uncoupled or coupled heat and mass transfer. Temperatures and relative humidities considered are in the range of the values met in temperate climate. They are chosen in order to ensure a high enough gradient to provide meaningful results.

Both during the stabilisation phase and during the test phase, the time step between measurements is five minutes.

Firstly, measurements are performed on uncoated wall. Then both sides of the wall are coated with a breathable commercial lime based coating (water vapour diffusion factor lower than 35). This coating is made of hydrated lime, low quantity of hydraulic binders, silicate and calcareous sand and mineral pigment. It is applied in two five-millimetre thick layers. Then, sensors are added on the surface of the coated wall.

3. Results and discussion

The response time of air conditioning is firstly considered. Then, the hygrothermal response of the wall under hygrothermal stress is detailed for uncoated wall and then for coated wall. In both cases,



Fig. 4. Building of the test wall.

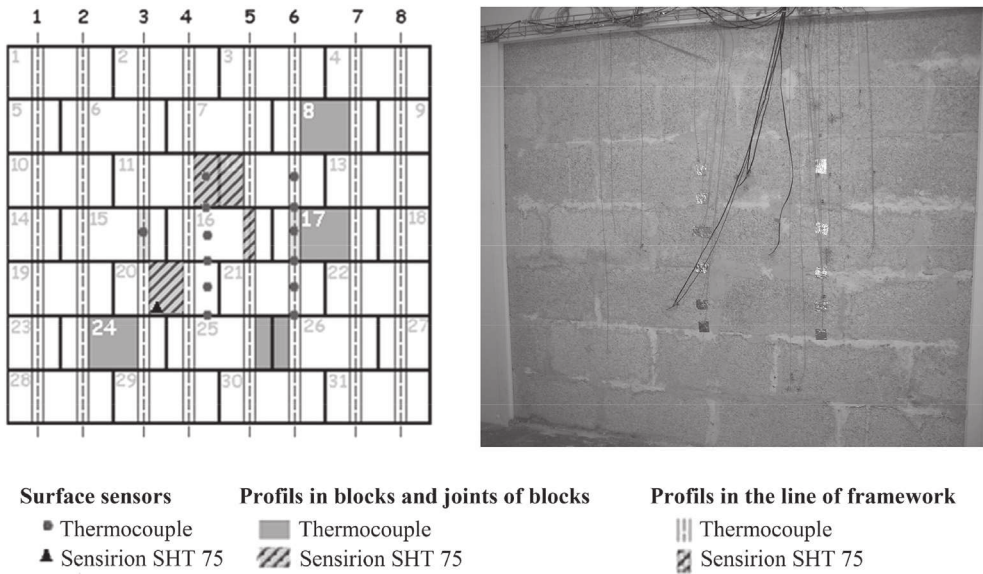


Fig. 5. Instrumentation of the test wall for the monitoring of temperature and relative humidity.

the study is performed under temperature gradient only, vapour pressure gradient only and finally simultaneous temperature and vapour pressure gradients.

3.1. Performance of air conditioning

Several ambient conditions are considered. For all cases, the response time of air conditioning is short. For example, Fig. 7 shows the ambient temperature and relative humidity values of each room after stabilisation at 23 °C 40% on both sides of the wall when the ambient conditions of the outdoor room are set to 9 °C, 75%RH. The setpoints are quickly reached as well for the temperature as for the relative humidity. This is mainly due to the low inertia of the bi-climatic rooms. The curves show small fluctuations around the

setpoints due to the power of the air conditioning system and to its on/off regulation.

3.2. Hygrothermal behaviour of uncoated hemp concrete wall

3.2.1. Hygrothermal behaviour in the regular part of hemp concrete blocks

In the first case studied, the setpoints are chosen to ensure only a vapour pressure gradient between the two rooms. After stabilisation at 23 °C, 40%RH, the outdoor temperature and relative humidity are set to 23 °C, 80%RH while the indoor ones are kept at 23 °C, 40%RH. Such conditions lead to a vapour transfer from the outdoor to the indoor side. Fig. 8 gives the kinetic of vapour pressure at several depths within the wall.

The steady state is reached after seven days all over the thickness of the wall. At initial time, the vapour pressure is almost the same in the whole thickness of the wall because the ambient values in the rooms are similar. After changing the setpoints, the vapour pressure increases through the wall. The closer to the solicitation (outdoor side), the greater and quicker the increase is. For example, the vapour pressure increases by 302 Pa at 7.6 cm depth from indoor side and by 643 Pa at 22.4 cm depth. After one day, these increases are respectively 20% and 30% of the final variation. Finally,

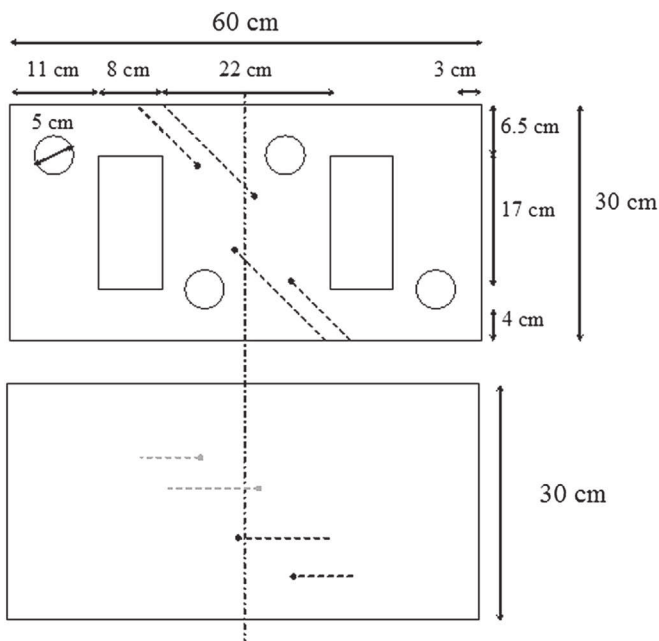


Fig. 6. Sensors location in a block (up: top view, down: front view).

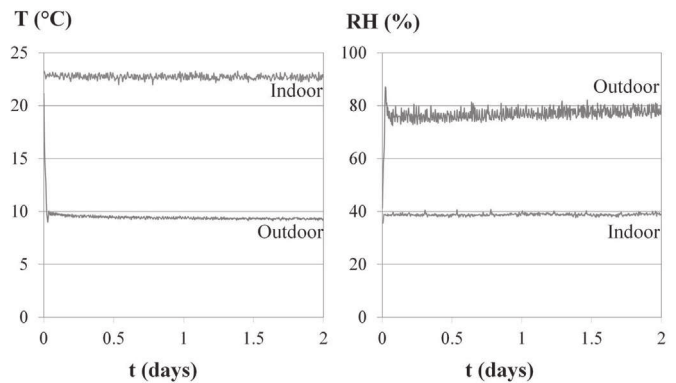


Fig. 7. Kinetics of the ambient temperature and relative humidity for the following setpoints: indoor 23 °C 40%RH – outdoor 9 °C 75%RH.

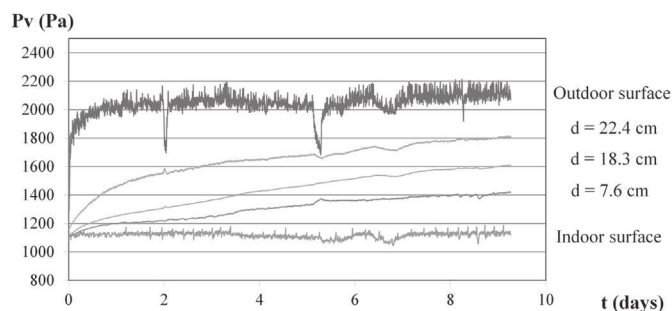


Fig. 8. Kinetics of vapour pressure in a block after stabilisation at 23 °C 40%RH when outdoor setpoint is set to 23 °C 80%RH and indoor is kept at 23 °C 40%RH.

the vapour pressure profile tends towards a linear profile (Fig. 9). It is characteristic of homogeneous moisture diffusion through the wall.

In the second case, the wall is initially exposed to temperature and vapour pressure gradients (indoor at 23 °C, 40%RH and outdoor at 15 °C 45%RH). Then the setpoints are changed such as the vapour pressures are nearly the same on both sides of the wall whereas a temperature gradient appears: the outdoor room is changed to 30 °C 27% RH while the indoor is kept at 23 °C 40%RH. The outdoor setpoint is not exactly reached and the test is held under outdoor conditions of 28 °C 32%RH. Fig. 10 gives the kinetics of temperature and vapour pressure within block 20. Fig. 11 gives the profiles of temperature and vapour pressure at several times. This figure shows the good agreement between the measures on the two blocks and underlines that this is representative of the hygrothermal behaviour in the regular part of the wall. The monitoring shows that the temperature evolves quickly: 90% of the final variation of temperature is reached after 2.5 days at a 22.6 cm depth from interior side (Fig. 10). The steady state is reached after 5 days. Obviously, initial and final time temperature profiles are linear with opposite slope (Fig. 11). This is correlated with the heat transfer flow. Initially, the temperature gradient in the wall induces a thermal flux from the indoor to the outdoor side. When the outdoor setpoint is changed, a thermal flux occurs from outdoor to indoor. These two fluxes are simultaneous until the temperature within the wall reaches the indoor one. Then only the thermal flux from outdoor to indoor occurs. Regarding vapour transfer, the vapour pressure inside the wall evolves quickly. Less than 1 h after changing the setpoint, a pressure peak is observed through the material. The vapour pressure observed is higher than those measured in the rooms. This highlights sorption-desorption phenomena in the material. These phenomena induce heat of sorption-

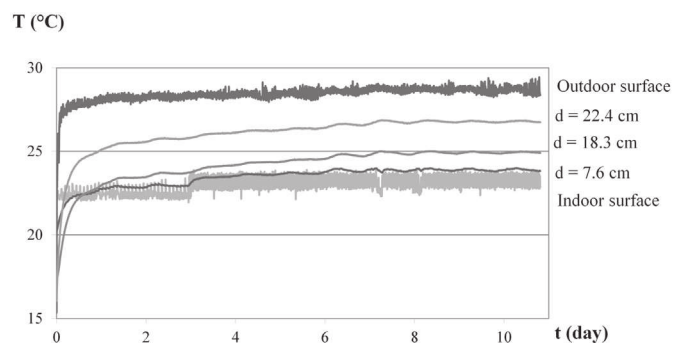


Fig. 10. Temperature and vapour pressure kinetic when the outdoor setpoint is set from 15 °C 45%RH to 28 °C 32%RH.

desorption exchange simultaneously with thermal transfer, this impacts the global energy balance of the wall. Finally, the vapour pressure tends towards a constant value that is nearly reached after 10 days (Fig. 11).

The third case investigates simultaneous heat and mass transfers under temperature and vapour pressure gradients. Both fluxes occur from the indoor to the outdoor side of the wall. The studied system is first stabilised at 23 °C 40%RH. After that, the setpoint of the outdoor side is changed to 9.5 °C 77%RH while the indoor side is kept at 23 °C 40%RH. Temperature and vapour pressure kinetics are plotted on Fig. 12. The vapour pressure decreases quickly near the outdoor side of the wall before increasing slightly until stabilisation. The same phenomenon occurs within the material with a phase shift, a damping and with greater time constants for the fall and rise in vapour pressure. The vapour pressure reaches lower values than the stabilised ones that shows sorption-desorption and/or evaporation–condensation phenomena.

3.2.2. Hygrothermal behaviour in line with the timber frame

The hygrothermal behaviour in line with the timber frame is presented for an indoor setpoint equal to 23 °C 40%RH whereas the outdoor one is set from 15 °C 45%RH to 28 °C 32%RH (Figs. 13 and 14). The wall is thus initially exposed to temperature and vapour pressure gradients and finally to temperature gradient only. The kinetics measured in contact with the timber frame change in the same trend as those measured in the regular part of the blocks as well for the temperature as for the vapour pressure. Thus, the timber frame does not seem to induce high phase shift in the propagation of heat and moisture fluxes. Temperature profiles in front of the timber frame are similar to those measured in the regular part of the block all along the transient phase. So, the timber frame does not disturb significantly the heat transfer and storage in the wall. No thermal bridges occur because the hemp concrete and wood have similar thermal conductivities. Furthermore infrared thermographic imaging was performed with a Flir B50 camera. The difference of ambient temperature between the

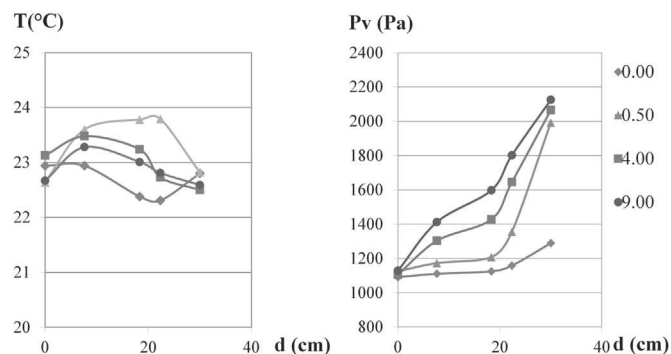


Fig. 9. Temperature and vapour pressure profiles obtained at several times, when outdoor setpoint is changed from 23 °C 40%RH to 23 °C 80%RH.

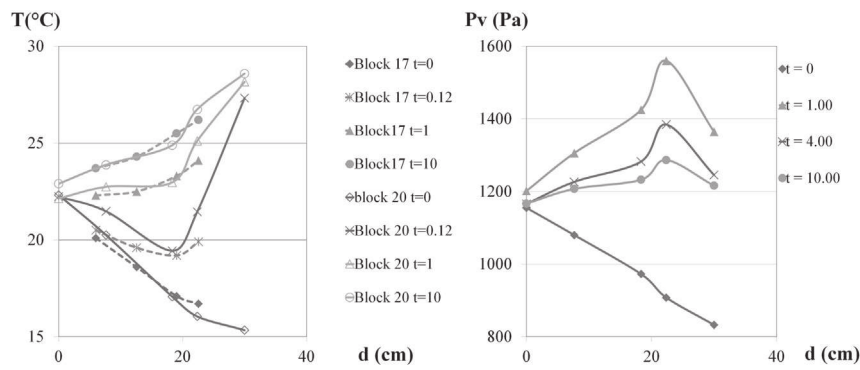


Fig. 11. Temperature and vapour pressure profiles when the outdoor setpoint is set from 15 °C 45%RH to 28 °C 32%RH.

interior and the exterior side of the wall was about 10 °C for several days before the imaging begins. This gradient ensures high enough thermal transfer to induce surface temperature differences in case of thermal bridge. The air velocity is low enough to not disturb the measurement. Infrared thermographic images show a uniform temperature field on the surface of the coated wall. The vapour pressure profiles in line with the timber frame are also similar to those measured in the regular part of the block. Thus, the influence of the timber frame on the moisture transfer and storage within the wall is limited.

3.3. Hygrothermal behaviour of coated hemp concrete wall

Fig. 15 shows the kinetics in the coated wall exposed to vapour flux. The outdoor setpoint is set from 23 °C 40%RH to 23 °C 80%RH while the indoor setpoint is kept at 23 °C 40%RH. The outdoor relative humidity reached is slightly higher than the setpoint.

At initial state, the vapour pressure profile shows constant value through the wall as indoor and outdoor conditions are the same.

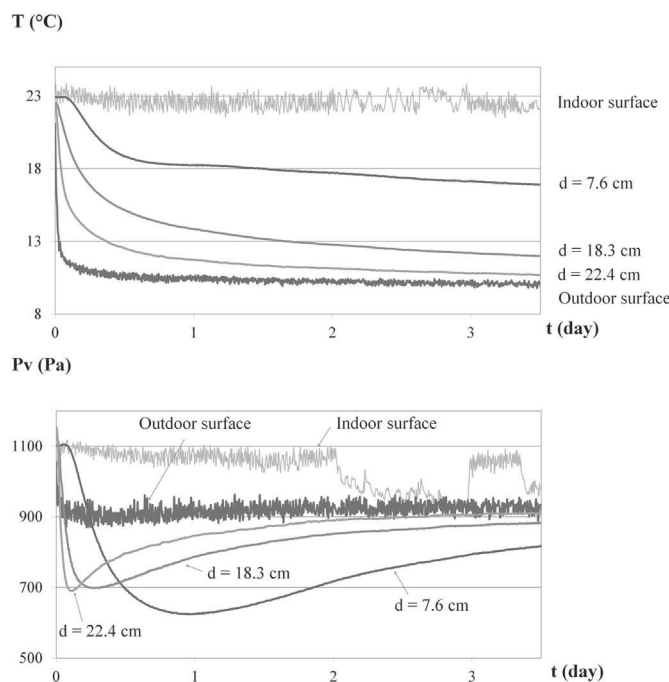


Fig. 12. Temperature and vapour pressure kinetics when the outdoor setpoint is set from 23 °C 40%RH to 9.5 °C 77%RH.

Once outdoor setpoint is changed, vapour pressure shows higher gradient near the outdoor side of the wall. The vapour pressure within the coated wall tends to a linear profile. However, after 6 days of exposure, this profile is less linear than the one observed without coating after 4 days of exposure. This is probably due to slower vapour diffusion through the wall.

In order to compare kinetics with and without coating, Fig. 16 shows the plot of the ratio $(Pv - Pv_{indoor,average}) / (Pv_{outdoor,average} - Pv_{indoor,average})$. This shows that the slopes for the uncoated wall are lower than the slopes for the coated wall. Moreover, vapour pressures are lower within the coated wall than within the uncoated one. This is particularly obvious near the outdoor side of the wall. So, the coating induces an additive vapour resistance that reduces and delays the vapour transfer through the wall. Such effect was also observed in Ref. [31] measuring the moisture buffer value of naked and coated hemp concrete. So, coating highly impacts the vapour transfer through the wall. However, it does not stop the sorption-desorption and/or evaporation–condensation phenomena in hemp concrete.

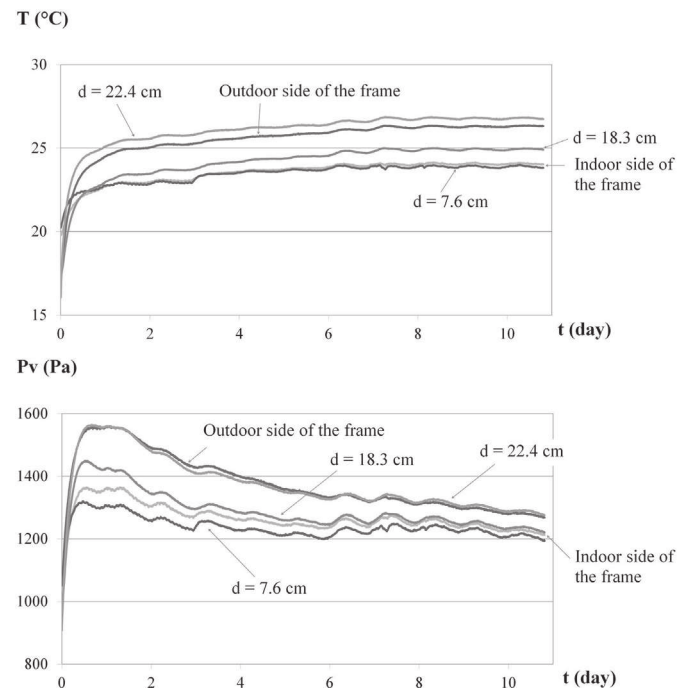


Fig. 13. Temperature and vapour pressure kinetics when the indoor setpoint is kept at 23 °C 40%RH and the outdoor setpoint is set from 15 °C 45%RH to 28 °C 32%RH.

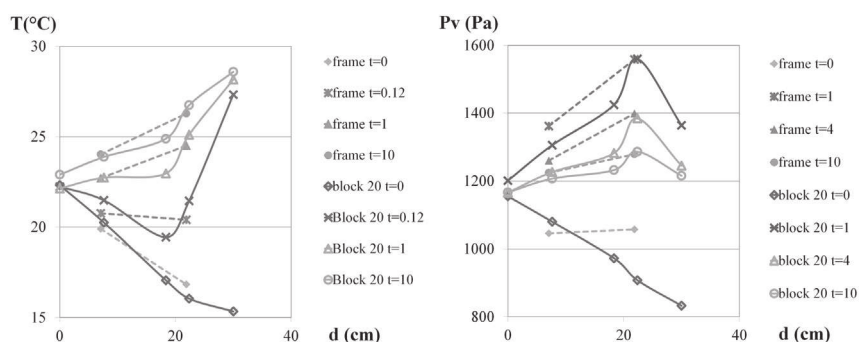


Fig. 14. Temperature and vapour pressure profiles when the indoor setpoint is kept at 23 °C 40%RH and the outdoor setpoint is set from 15 °C 45%RH to 28 °C 32%RH.

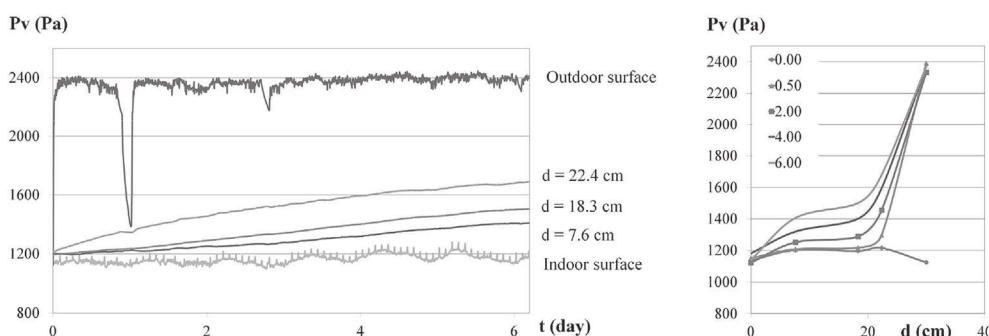


Fig. 15. Vapour pressure kinetics and profiles of the coated wall when the outdoor setpoint is set from 23 °C 40%RH to 23 °C 80%RH.

4. Conclusion

The experimental device is well adapted to study hygrothermal behaviour of a representative building wall. Moreover, the registered curves are of great interest in order to validate numerical codes.

The study shows that the response time of the uncoated wall is short as well as for temperature as for humidity. Depending on initial and final setpoints, various phenomena are highlighted:

- under isothermal conditions with vapour pressure gradient, an homogeneous vapour diffusion is shown,
- under constant vapour pressure with a decrease of ambient temperature, huge variations of vapour pressure are observed within the wall. This underlines sorption-desorption and/or evaporation–condensation phenomena.

The investigation, performed under moderate climate, could be carried on under severe conditions too. It could be interesting to

study the response to low temperature to analyse the possibility of occurrence of frost in the wall.

The results in the line of frame show that the frame doesn't induce disturbances in the hygrothermal behaviour of the wall. Besides, the frame is not a thermal bridge as the thermal conductivity of wood is similar to the one of hemp concrete.

The study on coated wall, under vapour pressure gradient and for isothermal conditions, shows that the coating reduces vapour pressure through the wall and delays the vapour diffusion due to an additional moisture resistance. However, it does not stop the sorption-desorption and/or evaporation–condensation phenomena in hemp concrete.

Finally, such hygric phenomena directly impact the heat balance equation in correlation with latent heat of phase-change or sorption heat. It is thus necessary to consider the contribution of hygric behaviour in the whole energetic performance of these materials. In order to highlight this contribution, it is necessary to develop new experimental benches.

Acknowledgements

This study was performed with the financial support of Brittany council (PRIR 2006 Ecomatx n° 3168) within the PRIR Ecomatx project.

References

- [1] Pretot S, Collet F, Garnier C. Life Cycle Assessment of a hemp concrete wall: impact of thickness and coating. *Build Environ* 2014;72C:223–31. <http://dx.doi.org/10.1016/j.buildenv.2013.11.010>.
- [2] Arnaud L. Mechanical and thermal properties of hemp mortars and wools: experimental and theoretical approaches. In: 3 Symp Int of Biore-Source Hemp; 2000.
- [3] Elfordy S, Lucas F, Tancret F, Scudeller Y, Goudet L. Mechanical and thermal 415 properties of lime and hemp concrete (“hempcrete”) manufactured by a projection process. *Constr Build Material* 2008;22(10):2116–23.

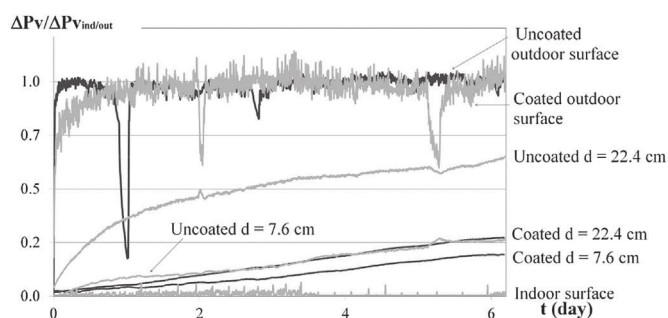


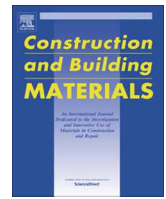
Fig. 16. Comparison of kinetics of the coated and of the uncoated wall when the outdoor setpoint is set from 23 °C 40%RH to 23 °C 80%RH.

- [4] Benfratello S, Capitano C, Peri G, Rizzo G, Scaccianoce G, Sorrentino G. Thermal and structural properties of a hemp-lime bio-composite. *Constr Build Mater* 2013;48:745–54.
- [5] Pierre T, Colinart T, Glouanec P. Measurement of thermal properties of bio-sourced building materials. *Int J Thermophys* 2013. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-013-1477-0>.
- [6] Sassoni E, Manzi S, Motori A, Montecchi M, Canti M. Novel sustainable hemp-based composites for application in building industry: physical, thermal and mechanical characterization. *Energy Build* 2014;77:219–26.
- [7] Walker R, Pavia S. Moisture transfer and thermal properties of hemp–lime concretes. *Constr Build Mater* 2014;64:270–6.
- [8] Collet F, Pretot S. Thermal conductivity of hemp concretes: variation with formulation, density and water content. *Constr Build Mater* 2014;65:612–9. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039>.
- [9] Amziane S, Arnaud L, editors. Bio-aggregate-based building materials, applications to hemp concrete. ISTE Ltd and John Wiley & Sons, Inc; 2013.
- [10] de Bruijn P, Johansson P. Moisture fixation and thermal properties of lime-hemp concrete. *Constr Build Mater* 2013;47:1235–42.
- [11] Collet F. Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux. PhD Thesis. INSA de Rennes; décembre 2004.
- [12] Cerezo V. Propriétés mécanique, thermique et acoustique d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique. PhD Thesis. ENTPE, INSA de Lyon; juin 2005.
- [13] Collet F, Bart M, Serres L, Miriel J. Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials. *Constr Build Material* 2008;22:1271–80.
- [14] Collet F, Chamoin J, Prétot S, Lanos C. Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes. *Energy Build* 2013;62:294–303.
- [15] Evrard A. Transient hygrothermal behavior of lime–hemp materials. Ph.D. Thesis. Université catholique de Louvain; 2008.
- [16] Réglementation Thermique. Règles Th-U – Fascicule 2. 2005.
- [17] Evrard A. Sorption behaviour of lime-hemp concrete and its relation to indoor comfort and energy demand. In: 23rd Conference on Passive and Low Energy Architecture, Geneva, Switzerland; 6–8 September, 2006.
- [18] Tran Le AD. Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment. PhD thesis. Université de Reims Champagne-Ardenne; November 2010 [in French].
- [19] Collet F, Pretot S. Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete. *Constr Build Mater* 2012;36:58–65.
- [20] Dubois S, Evrard A, Lebeau F. Hygrothermal modelling of lime-hemp concrete used as building material and indoor climate buffering characterization. In: International Conference of Agricultural Engineering, Valence, Espagne, 2012 July 8th to 12th; 2012.
- [21] Dubois S, Evrard A, Lebeau F. Modeling the hygro-thermal behavior of bio-based construction materials. *J Build Phys* 2013.
- [22] Barclay M, Holcroft N, Shea AD. Methods to determine whole building hygrothermal performance of hemp-lime buildings. *Build Environ* 2014;80:204–12.
- [23] Rode C. Moisture buffering of building materials. Report BYG-DTU R-126. 2005. ISSN 1601–2917, ISBN 87-7877-195.
- [24] Tran Le AD, Maalouf C, Mai TH, Wurtz E, Collet F. Transient hygrothermal behavior of a hemp concrete building envelope. *Energy Build* 2010;42:1797–806.
- [25] Evrard A, De Herde A. Hygrothermal performance of lime-hemp wall assemblies. *J Build Phys* 2010;34:15–25.
- [26] Shea A, Lawrence M, Walker P. Hygrothermal performance of an experimental hemp-lime building. *Constr Build Mater* 2012;36:270–5.
- [27] Mlakar J, Strancar J. Temperature and humidity profiles in passive-house building blocks. *Build Environ* 2013;60:185–93.
- [28] Woloszyn M, Kalamees T, Abadie MO, Steeman M, Sasic Kalagasidis A. The effect of combining a relative-humidity-sensitive ventilation system with the moisture-buffering capacity of materials on indoor climate and energy efficiency of buildings. *Build Environ* 2009;44:515–24.
- [29] Maalouf C, Tran Le AD, Umurigirwaa SB, Lachia M, Douzane O. Study of hygrothermal behaviour of a hemp concrete buildingenvelope under summer conditions in France. *Energy Build* 2014;77:48–57.
- [30] Aït Oumeziane Y. Evaluation of the hygrothermal performance of a wall by numerical simulation: application to hemp concrete walls [In French]. PhD thesis. Université Européenne de Bretagne – Institut National des Sciences Appliquées de Rennes; 2013.
- [31] Collet F, Pretot S. Effect of coating on moisture buffering of hemp concrete, 2nd International Conference on Building Energy and Environment, Boulder, Colorado, August 1–4, 2012.



Contents lists available at ScienceDirect

Construction and Building Materials

journal homepage: www.elsevier.com/locate/conbuildmat

Mechanical properties of hemp-clay and hemp stabilized clay composites

Brahim Mazhoud^{a,*}, Florence Collet^b, Sylvie Pretot^b, Christophe Lanos^b^aINSA Rennes – Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique – Equipe Matériaux Thermo Rhéologie, IUT Génie Civil – 3, rue du Clos Courtel, BP 90422, 35704 Rennes, France^bUniversité de Rennes 1 – Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique – Equipe Matériaux Thermo Rhéologie, IUT Génie Civil – 3, rue du Clos Courtel, BP 90422, 35704 Rennes, France

HIGHLIGHTS

- The efficiency of clay stabilization on mechanical properties is highlighted.
- The effect of hemp to binder ratio is investigated.
- The ductile behavior of developed composites is underlined.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 6 April 2017

Received in revised form 17 July 2017

Accepted 21 August 2017

Keywords:

Hemp

Clay

Stabilization

Compressive strength

Elastic modulus

Tensile strength

ABSTRACT

This study aims to develop a new low carbon footprint material using hemp and clay. It investigates the effect of clay stabilization and hemp to binder ratio on mechanical performances. All composites have ductile behavior. Composites with highest hemp to binder ratio show steadily increasing strength with deformation. Hemp stabilized clay composites have better mechanical properties than hemp clay composites. Mechanical properties strongly depend on the hemp to binder ratio. The tensile strength ranges from 0.021 to 0.059 MPa. The compressive strength ranges from 0.39 to 0.68 MPa. The mechanical performance of developed composites meets the requirements of the intended use.

© 2017 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

In France, the building sector is responsible for 43% of energy consumption and 25% of greenhouse gas emissions, half of them being due to building materials and equipment [1,2]. In line with “l'accord de Paris”, the low carbon strategy, induced by the energy transition act, plans to reduce by 50% greenhouse gas emissions before 2030. To reach this objective, it is necessary to reduce energy needs of building and to limit carbon footprint of materials and equipment. Regarding the carbon footprint of building envelop, several ways can be used [3,4]. The use of low embodied energy materials contributes to low carbon footprint. Another way consists in the use of bio-based building materials. This allows carbon sequestration and, thus, carbon emissions compensation.

The use of earth as a construction material is not a new topic. It has been used for several thousand years in various regions of the world, with different methods depending on earth characteristics [5,6]. Earth material shows low embodied energy and low carbon footprint, even when stabilized with cement or lime [7–9]. On thermal point of view, earth shows high heat capacity, which could improve the comfort and thermal behaviour of continuously heated buildings [10,11]. Earth's thermal conductivity mainly depends on its density and lies in the same range of values as other building materials with the same density. Earth is not an insulating material as its thermal conductivity ranges between 0.3 and 2 W/(m K) [12–16]. On hygric point of view, this material is highly interesting due to its capacity to regulate ambient relative humidity [11].

Often, earth is stabilized in order to limit shrinkage and cracking and to enhance resistance to abrasion, to weathering and to water erosion. It also improves mechanical properties, workability and cohesion. Stabilization can be reached by chemical addition, compaction, fiber or aggregate addition [16–19].

* Corresponding author.

E-mail addresses: brahim.mazhoud@univ-rennes1.fr (B. Mazhoud), florence.collet@univ-rennes1.fr (F. Collet), sylvie.pretot@univ-rennes1.fr (S. Pretot), christophe.lanos@univ-rennes1.fr (C. Lanos).

The chemical additives commonly used are cement, hydraulic lime, gypsum, non-hydraulic lime. The chemical stabilization is based on three general phenomena: (i) cation exchange, (ii) pozzolanic reaction and (iii) carbonation. Such chemical clay-lime reactions lead to form cementitious compounds such as calcium silicate hydrates (C-S-H) and calcium aluminate hydrates (C-A-H) [20–22]. These hydrated compounds are responsible for improving the mechanical properties of the clay soil. The improvement increases over time as the pozzolanic reactions develop [23]. In the opinion of some authors this may take place over many months or years [24]. Among the variety of used earth stabilizers, cement has been the most popular stabilizer in the manufacturing of compressed earth block, even if cement is more effective with coarse grained particles, while lime performs better with very fine particles such as clay [25]. This is confirmed by the results of some researches [26,27], which indicate that lime stabilization is suitable for soils with high clay contents. Gutella et al. [28] have used various quantities of lime namely, 5%, 8% and 12% to improve the durability of the materials. They show that after an optimum value of lime content, any further increase in lime will not be so beneficial for strength. Raheem et al. [27] have reported the dry compressive strength of compressed stabilized interlocking earth blocks prepared with lime or cement as stabilizers, added in varying quantities from 5% to 25%. The compressive strength increases with the percentage of stabilization. For the maximum stabilizer content, namely 25%, the compressive strength of the blocks reaches 3.12 MPa. By contrast, the compressive strength of lime stabilized interlocking blocks decreases as the stabilizer evolves beyond 10%. In fact, the reached strength is around 1.25 and 0.94 MPa for 10% and 25% of lime respectively. Miqueleiz et al. [23] have reported the effect of using lime or cement towards the development of unfired clay bricks. After 90 days of ageing, the maximum compressive strength for specimens stabilized by 18% of lime was nearly 13 MPa while it was around 18 MPa for specimens stabilized by 18% of cement.

Several researches have studied the effect of plant particle addition on the mechanical properties of earth-based composites. Bouhicha et al., showed that the strength of the most clayey earth (between 28 and 40% of clay) was improved by 10–20% by adding 1.5% of barley straw [29]. Another study has been conducted by Millogo et al. [22] on two fibers lengths and with different proportions. The optimum fiber content (0.4%) increased the strength by around 16% for short fibers (3 cm) and 8% for the longest fibers (6 cm). This increase of compressive strength was correlated with the characteristics of the used plant. On the opposite, other authors reported that adding natural fiber reduces compressive strength. Algin and Turgut [30] showed that the dry compressive strength was inversely proportional to the cotton content: a decrease of 71% was reached for an addition of 7% of cotton.

Nowadays, various kind of fibers can be used with earth to improve as well their thermal and hygric properties as their mechanical properties as mentioned in the literature review performed by Laborel et al. on plant aggregates and fibers in earth construction materials [16]. For example, Labat et al. produced straw-clay materials with density from 241 to 531 kg/m³ and thermal conductivity from 0.071 to 0.12 W/(m K) [31]. Al Rim et al. produced clay-cement-wood composites with density from 370 to 1170 kg/m³ and thermal conductivity from 0.08 to 0.24 W/(m K) [32].

Using bio-based aggregates is an effective way of reducing CO₂ footprint of materials due to their carbon storage [33] and their good hygrothermal performances which reduce energy needs of buildings. Up to now, many researches have been conducted on hemp concrete [34–40]. This material is usually made of hemp shiv and lime based binder. Depending on mix proportioning, hemp concrete density ranges from 200 to 840 kg/m³ and thermal con-

ductivity ranges from 0.06 to 0.19 W/(m K) [34]. Hemp concrete is also classified as a good or even as an excellent hygric regulator. Mechanical properties are sufficient to be a self-bearing material. French technical rules are established [41]. The Life Cycle Assessment (LCA) of hemp lime concrete used for walls underlines their high environmental quality and shows that the lime is the most impacting component, notably during the production phase [42].

In order to reduce the environmental impact of hemp composite, this study aims to replace lime based binder by natural clay for all usual mix proportioning used for hemp concrete (floor, wall and roof).

After characterization of clay and hemp shiv, the clay stabilization with various lime and cement ratios is investigated. After selection of stabilization way, composites are made with stabilized and unstabilized clay, with several hemp to binder ratio. The mechanical characterization is based on the measurement of compressive strength, tensile strength, apparent and elastic modulus. The effect of stabilization and hemp to binder ratio on these properties is investigated. The mechanical performances of composites are also compared to those of hemp concrete.

2. Materials and methods

2.1. Binder

2.1.1. Clay

The used natural clay comes from a washing mud taken from a gravels production's site. After decanting, the mud is dried in an oven at 100 °C and then milled with a knife mill. The powder is sieved with a square mesh of 2 mm side to remove the largest particles (Fig. 1). The particle-size distribution curve measured by laser technique is shown in Fig. 2 and the main physical characteristics of this clay are summarized in Table 1. This clay is mainly composed of silt with a medium value of the Atterberg liquid limit.

Its chemical composition is shown in Table 2 and its X-ray diffractograph is given in Fig. 3. This clay is composed of quartz, muscovite and kaolinite.

2.1.2. Stabilization of clay

In order to improve the mechanical properties of clay, it is stabilized with different commercial binders: lime-based binder (Thermo[®]) from BCB, Portland cement (CEM I 52,5N CE CP2 NF) from Lafarge (Saint Pierre la Cour) and coupling of lime-based binder (Thermo[®]) with Portland Cement. The chemical compositions of the commercial binders are shown in Table 2.

Several stabilizer contents are considered: 4, 6, 8, and 10% by weight of clay. Mortar samples were prepared according to the Cement test method EN 196-1 [43] with water to binder ratio equal to 0.4. After mixing, the paste of binder is casted in 40 × 40 × 160 mm³ molds and kept in a room at 23 °C and 50% RH for 2 days. The samples are then demolded and continuously cured in the same conditions until the stabilization of mass is reached. Then, the effect of stabilizer's type and content on density and mechanical properties of binder are studied.

Mechanical tests are performed at 28 days. Flexural tests are done on prismatic samples with dimensions 40 × 40 × 160 mm³. Compressive tests are done on the two half-samples obtained from flexural test. The mechanical properties are determined according to the Cement test method EN 196-1 [43]. For each binder, the flexural strength is the average of three values and the compressive strength is the average of six values.

Table 3 gives the density, compressive strength and flexural strength of stabilized clay for the three kinds of stabilizer and for various stabilizer contents. Figs. 4 and 5 respectively give the variation of compressive strength and flexural strength versus stabilizer content for the three kinds of stabilizer. Both for compressive strength and for flexural strength, whatever the type of stabilizer, the strength increases with the stabilizer content. This phenomenon is due to formation of cementitious compounds.

The cement stabilized clay (CPC) and lime-cement stabilized clay (CLPC) show clearly higher compressive and flexural strengths than lime stabilized clay (CL), whatever the stabilizer content.

With Portland Cement and Lime-Portland cement, the effect of stabilization is high. For stabilizer to clay ratio of 10%, the flexural and compressive strengths are respectively twice and 2.5–3 times higher than the ones without stabilization. The cement and lime-cement giving close mechanical performance, in order to limit the environmental impact of stabilization the Lime-Portland cement is selected as stabilizer, with 10% in stabilizer content to reach high enough mechanical performances.



Fig. 1. Preparation of clay binder: a) decanting; b) Drying; c) Milling; d) Sieving with a square mesh of 2 mm.

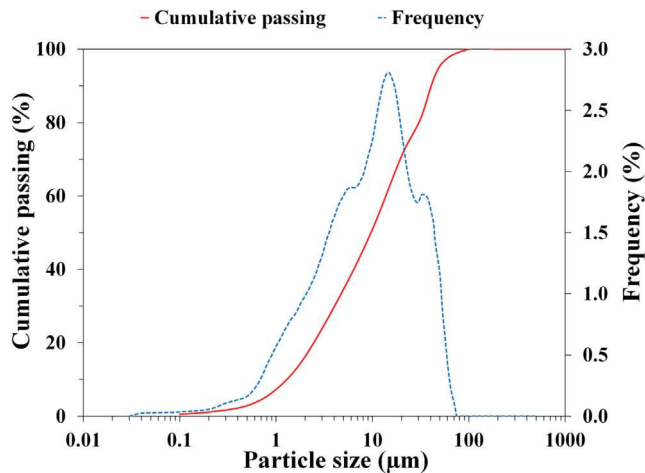


Fig. 2. Particle size distributions of clay.

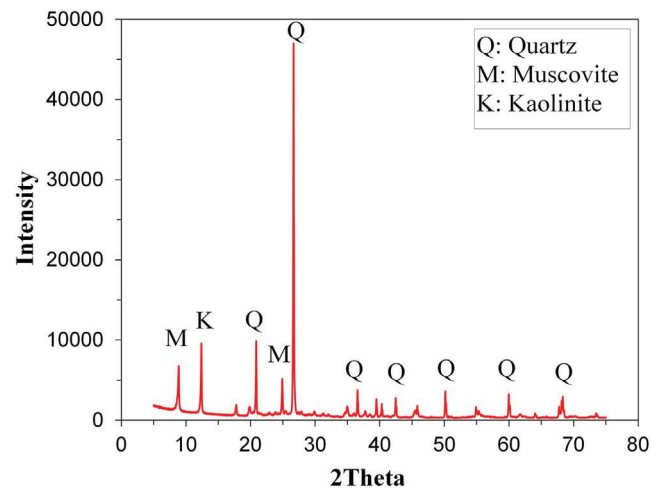


Fig. 3. X-ray diffractograph of clay.

Table 1
Physical characteristics of natural clay.

	Parameters	Clay Binder
Density	ρ_s (g/cm ³)	2.57
Atterberg limit	WL	36
	WP	26
	IP	10
Grain size distribution	% < 2 μ m (clay)	14.06
	2 μ m < % < 63 μ m (silt)	85.72
	63 μ m < % (sand)	0.22
	D50 (μ m)	9.7

Table 2
Chemical composition of clay, lime-based binder (Thermo[®]) and portland cement (%).

Material	Clay	Lime-based binder (Thermo [®])	Portland cement
Si	38.062	4.306	10.068
Mg	0	0	0
Al	12.347	0.972	3.74
S	0	1.125	2.834
Cl	0	0.112	0.035
K	3.151	0.465	0.923
Ca	0.037	48.242	47.912
Ti	0.717	0	0.107
Fe	1.057	0.73	1.828
Bal	44.518	43.941	32.351

2.2. Shiv

The shiv are commercial products Biofibat[®] (from CAVAC France). Different characterization tests were performed in laboratory; they include among others: bulk density, water absorption and particle size distribution measured by two methods: mechanical sieving and image analysis. The characterization is performed following the recommendation of RILEM Technical Committee 236 Bio-aggregate based Building Materials [44].

2.2.1. Bulk density

The bulk density is measured according to the experimental protocol defined by RILEM TC 236 group. Before the test, the hemp shiv is dried in an oven at 60 °C until the mass change is less than 0.1% between three consecutive weightings with 24 h time-step. The bulk density of hemp shiv is measured at room temperature (21 \pm 2 °C). A glass cylinder of 94 mm in diameter and 204 mm in height and a balance accurate to 0.01 g are used. The glass cylinder is filled with dry shiv (to about half the height of cylinder), the level is marked after up-ending the glass cylinder ten times, and the corresponding volume is measured with water.

The bulk density of the hemp shiv is calculated with the Eq. (1):

$$\rho_{HS} = \frac{m_s}{m_w} \rho_w \quad (1)$$

ρ_{HS} : bulk density of hemp shiv (kg/m³)

m_s : mass of dry hemp shiv (g)

m_w : mass of water corresponding to the volume of dry hemp shiv (g)

ρ_w : density of water (1000 kg/m³)

The bulk density of hemp shiv is the mean value of the measurements made on ten different dry samples.

The dry bulk density of hemp shiv is about 107 \pm 3.3 kg/m³. This value is in the range of values found in the literature [39,45].

2.2.2. Particle size distribution

The particle size distribution of hemp shiv is measured by mechanical sieving and image analysis [44].

The mechanical sieving method is the reference technique when dealing with characterization of mineral aggregates [46]. For the analysis of vegetal origin aggregates, square mesh sieves are inappropriate because they do not take into account the elongation of aggregates [47].

Hence, the image analysis method is performed using a color scanner and ImageJ software to analyze images scanned at 600 DPI. This method is carried out on the hemp shiv sample weighing around 6 g.

The results of particle size distribution of hemp shiv by the two methods are presented in Fig. 6 below.

The particle size distribution of hemp shiv according to the width is very close to the distribution obtained by the sieving method. This result is in accordance with the literature [48–50]. In fact, the hemp width corresponds to the diagonal of the sieve mesh.

Table 3
Effect of stabilizer's type and content on density, compressive strength and flexural strength.

Type of stabilizer	Stabilizer content (%)	0	4	6	8	10
lime-based binder	Density (kg/m ³)	1666 ± 5	1436 ± 1	1406 ± 10	1388 ± 5	1388 ± 3
	Compressive strength (MPa)	0.46 ± 0.03	0.55 ± 0.40	0.66 ± 0.02	0.70 ± 0.01	0.77 ± 0.04
	Flexural strength (MPa)	0.19 ± 0.00	0.24 ± 0.01	0.26 ± 0.02	0.28 ± 0.02	0.31 ± 0.02
Portland cement	Density (kg/m ³)	1666 ± 5	1429 ± 2	1399 ± 1	1393 ± 7	1383 ± 8
	Compressive strength (MPa)	0.46 ± 0.03	0.65 ± 0.02	0.83 ± 0.03	1.08 ± 0.05	1.25 ± 0.06
	Flexural strength (MPa)	0.19 ± 0.00	0.27 ± 0.01	0.32 ± 0.00	0.35 ± 0.05	0.39 ± 0.08
Coupling lime-based binder and Portland cement (50% L and 50% PC)	Density (kg/m ³)	1666 ± 5	1386 ± 18	1378 ± 17	1373 ± 6	1359 ± 4
	Compressive strength (MPa)	0.46 ± 0.03	0.67 ± 0.02	0.78 ± 0.06	1.08 ± 0.01	1.16 ± 0.02
	Flexural strength (MPa)	0.19 ± 0.00	0.26 ± 0.02	0.30 ± 0.04	0.33 ± 0.01	0.38 ± 0.03

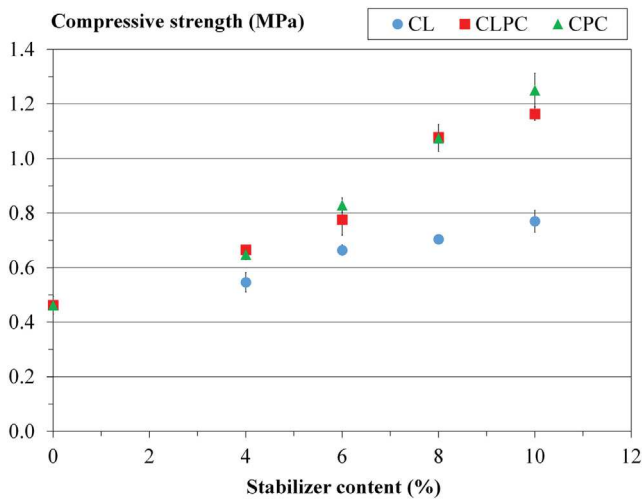


Fig. 4. Variation of compressive strength versus stabilizer content (CL: lime stabilized clay, CLPC: lime-cement stabilized clay, CPC: cement stabilized clay).

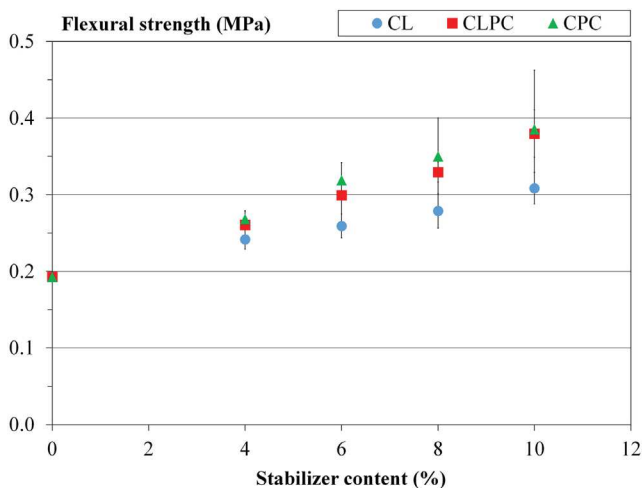


Fig. 5. Variation of flexural strength versus stabilizer content (CL: lime stabilized clay, CLPC: lime-cement stabilized clay, CPC: cement stabilized clay).

The mean width of particles (w_{50}) is 2.9 mm, with 10% passing at 1.7 mm and 90% passing at 4.8 mm. The mean length (l_{50}) is 11.5 mm, with 10% passing at 5.5 mm and 90% passing at 19.3 mm.

2.2.3. Water absorption

The water absorption tests are conducted according to the experimental protocol developed by the RILEM TC 236.

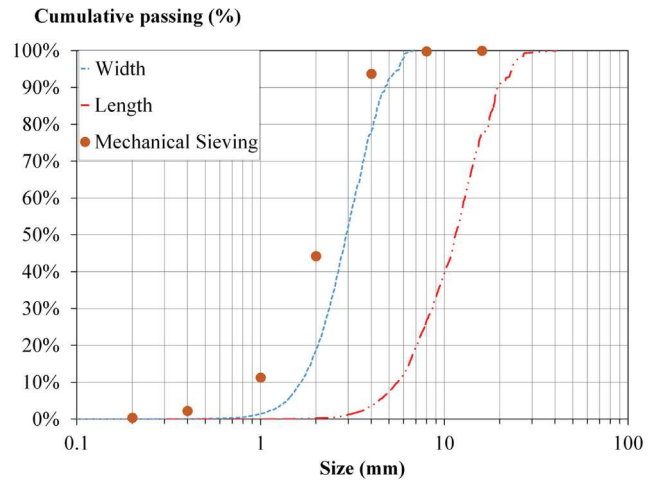


Fig. 6. Particle size distribution of hemp shiv.

Before the test, the shiv is dried in an oven at 60 °C until the mass change is less than 0.1% between three consecutive weightings with 24 h time-step. The water absorption of hemp shiv is measured on five samples. The quantity of each dry sample is around 25 g. The samples are immersed in water in a synthetic permeable bag and the mass is measured after 1, 15, 60, 240 min, and 48 h. Before each weighting, the material is quickly spanned with a salad spinner (100 rounds at approximately 2 rounds per second). The aim of this step is to eliminate the water adsorbed at the surface of particles or located among them.

The water absorption of the hemp shiv is calculated gravimetrically with the Eq. (2):

$$w(t) = \frac{m(t) - m_0}{m_0} \times 100 \tag{2}$$

where $w(t)$ is the water absorption ratio at time t (%), $m(t)$ the soaked hemp shiv mass at time t (g), and m_0 is the initial hemp shiv mass after oven drying (g). Weighting is performed with a balance accurate to 0.04 g.

The variation of water absorption w versus time is fitted with Eq. (3):

$$w(t) = IRA + K1 \times \log(t) \tag{3}$$

where $K1$ is a kind of diffusion rate in shiv cells (which corresponds to the slope of the curve $w(t)$ in function of logarithmic time), IRA represents the characteristic factor of the external water adsorption on the shiv surface, and is related to the first minute value (which corresponds to $w(1 \text{ min})$).

Fig. 7 shows the water absorption capacity of hemp shiv. Obtained results are similar to those produced in previous studies [34,45,51].

Two phases of absorption are highlighted. The first one is a surface absorption phase that causes an almost instantaneous increase of the aggregates mass. It underlines the rapid nature of the wetting of hemp particles. The second phase is the slow absorption into the vegetable structure. This demonstrates the diffusive behavior of the water propagation in the structure up to 48 h.

Hemp shiv is able to absorb a large amount of water in a short period of time. Within 15 min of submersion, all samples absorb around 200% of their own weight in water. At the end of the test after two days of submersion, all samples absorb around 300% of their own weight in water. These results confirm the high water absorption and retention capacity of hemp shiv, attributed to their high porosity and capillary structure in previous studies [39,45].

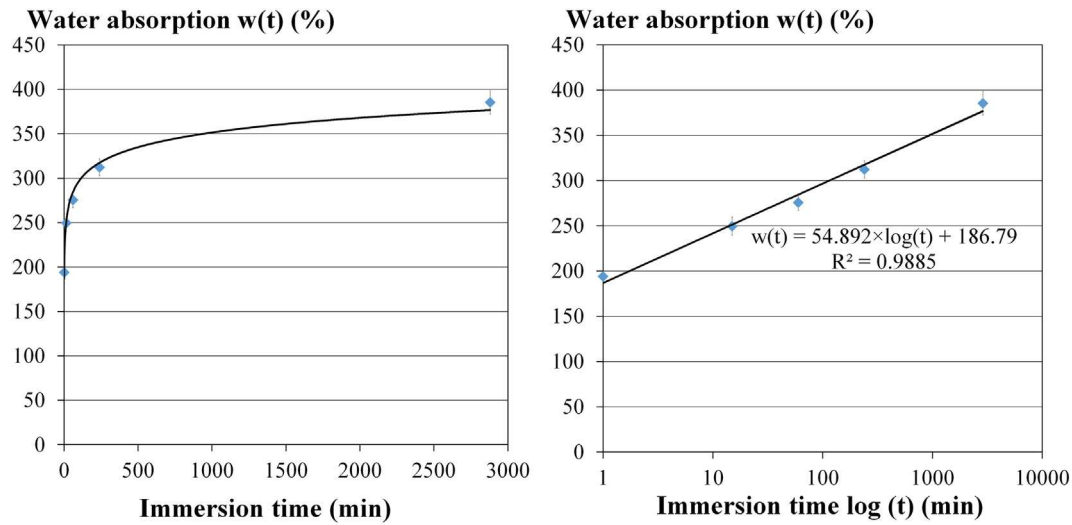


Fig. 7. Water absorption of hemp shiv - left: Water absorption of hemp shiv during 48 h, right: Water absorption of hemp shiv according to logarithmic function of time.

2.3. Mix proportioning and specimens production

This study investigates two kinds of materials made with the same hemp shiv and two types of binder: HCC made with a clay binder (C) and HSCC made with stabilized clay binder (CLPC clay stabilized with 5% of lime binder and 5% of Portland cement). The aim is to assess the efficiency of stabilization on the composite properties. The two kinds of materials are manufactured with four hemp to binder ratios (H/B = 0.4, 0.455, 0.5 and 0.75). The hemp to binder ratio is estimated regarding traditional mix proportioning of hemp concrete used for floor, wall and roof [52].

Each binder has a different water demand, which depends on its composition. Hence, the water content cannot be kept constant. Consequently, the water content of each composite is chosen to obtain a suitable workability.

The water is introduced in two steps. The hemp shiv is weighed and mixed with water by hand for about 2 min. The water to hemp mass ratio is 0.4. At the same time, dry binder and water are mixed with the mixer to form a binder paste (with water to binder mass ratio of 0.4 for HCC and of 0.6 for HSCC).

The moist hemp is then progressively added to the binder paste and the mixing continues for approximately 5 min until a homogeneous mix is obtained. The mixture is then placed, in 4 layers, in cylindrical molds of 10 cm in diameter and 20 cm in height: each layer is compacted at 0.1 MPa using a compressive testing machine [52] (Fig. 8). The molds are oiled to facilitate sample release from the mold after hardening.

A cover is put and the specimens are kept for a period of at least 5 days after which the cover and the specimens are removed from the mold. The specimens



Fig. 8. Production process: a) Binder mixing; b) Hemp mixing by hand; c) Addition of the moist hemp and mixing; d) Compaction.

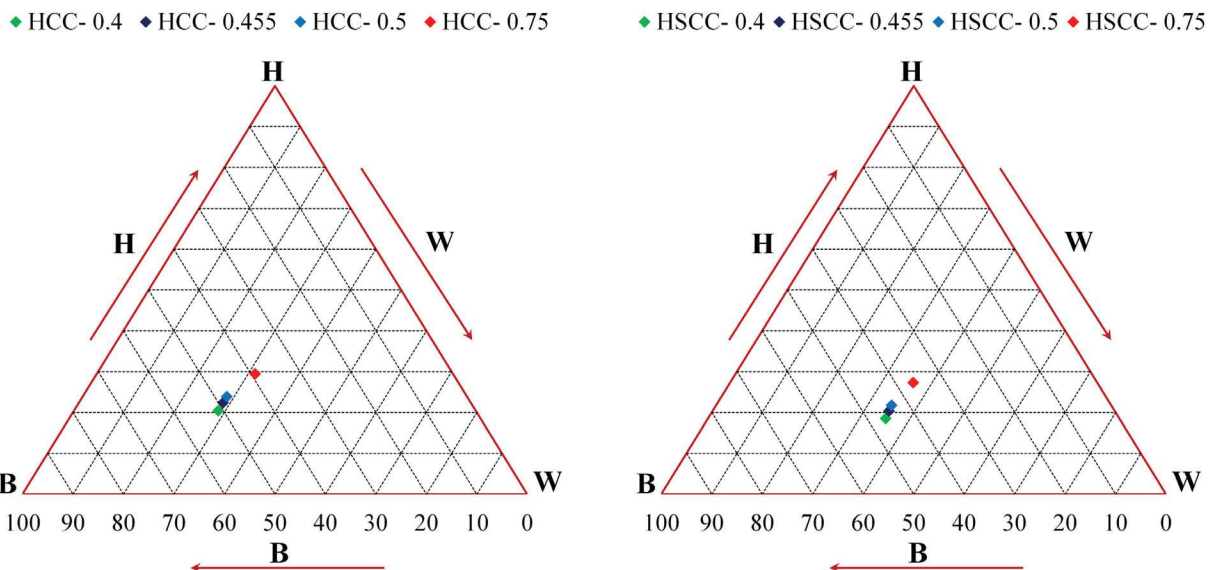


Fig. 9. Mass ratios of the components of composites (H: hemp; B: binder; W: water) – left: hemp clay composites, right: hemp stabilized clay composites.

Table 4
Mass ratios of the components of composites (HCC: hemp clay composites, HSCC: hemp stabilized clay composites).

	Ratio		Percentage		
	H/B	W_{Total}/B	Binder	Hemp	Water
HCC-0.4	0.4	0.56	51.0	20.4	28.6
HCC-0.455	0.455	0.58	49.1	22.3	28.6
HCC-0.5	0.5	0.60	47.6	23.8	28.6
HCC-0.75	0.75	0.80	39.2	29.4	31.4
HSCC-0.4	0.4	0.76	46.3	18.5	35.2
HSCC-0.455	0.455	0.78	44.7	20.3	35.0
HSCC-0.5	0.5	0.80	43.5	21.7	34.8
HSCC-0.75	0.75	1.00	36.4	27.3	36.3

are then stored at 23 °C and 50% of relative humidity until the day of the mechanical test. The mass is regularly measured after removing the specimens from the molds.

The different ratios and mix compositions are summarized in Fig. 9 and Table 4. For the same hemp to binder ratio, stabilized clay composites need higher water ratio than unstabilized clay composite, to reach similar workability.

2.4. Specimen preparation

Saw-cutting the specimen ends for surface preparation is tried but proved unsuccessful; the cohesion of material is insufficient for the cutting. Specimens are prepared with a fast-hardening plaster to cap both ends in order to ensure flat and parallel end surfaces, and to ensure homogeneous distribution of loading (Fig. 10). Although this introduces a small amount of water to the ends of the specimens, this is found to be the best technique.

2.5. Mechanical properties

Mechanical tests are made with a universal machine (Instron®) of capacity 400 kN controlled in displacement (cyclic loading) with a data recording at 0.10 Hz. Displacement control tests are conducted with a loading rate of 10 mm/min (Fig. 11).

For compressive strength, three specimens per mix proportioning are tested after 3 months of curing. The test protocol includes two loading-unloading cycles. The first unloading is started when the load reaches 1 kN and the second unloading is started when the displacement reaches 10 cm.

Cyclic loading allows the analysis of the effect of loading and unloading on elastic behavior.

The identification of compressive strength in the case of compacting behavior is not defined by the community [53]. Wood industry uses the strength obtained for 10% of strain. In our case, compressive strength is understood as the transition between reversible behavior and compacting behavior. Then, the compressive strength is established as the slope change's stress on the strain-stress curves.



Fig. 11. Compressive test device.



Fig. 10. Specimen preparation.

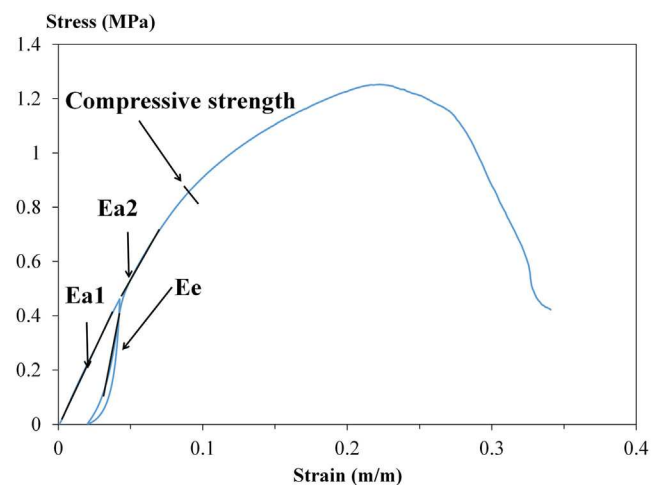


Fig. 12. Identification of compressive strength, apparent and elastic modulus.

Three moduli are determined, they are calculated as shown in Fig. 12. The initial apparent modulus Ea1 corresponds to the slope at the beginning of loading in the strain-stress curve. The elastic modulus Ec corresponds to the slope of linear portion of unloading cycle. The second apparent modulus Ea2 corresponds to the slope of linear portion at the second cycle of loading in the strain-stress curve.

For tensile strength by splitting, two specimens per mix are tested by applying a linear load onto the specimen generator. Splitting tensile strength, T , in MPa is calculated using Eq. (4).

$$T = \frac{2F_{max}}{\pi dl} \quad (4)$$

where F_{max} is defined as the maximum strength at failure (N), d is the diameter of the cylinder (mm) and l is the length of the cylinder (mm).

3. Results and discussion

3.1. Density of composites

The variation of the specimen density with different hemp to binder ratios is measured as a function of drying time, until the mechanical tests are carried out (Figs. 13 and 14). The density of each kind of composite is the mean value of the measurements made on five specimens. The typical drying time is about 45 days for the hemp stabilized clay composite (HSCC) and 35 days for the hemp clay composite (HCC) whatever the hemp to binder ratio (the stabilization time is reached when the change in density of the sample is less than 0.1% between three consecutive weightings with 24 h time-step). This result is similar with the observation given in previous studies on hemp concretes [48,49], where the

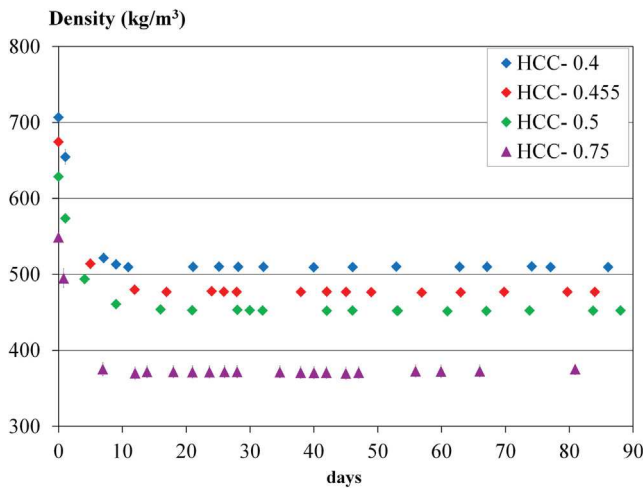


Fig. 13. Variation of the specimen's density of HCC as a function of drying time.

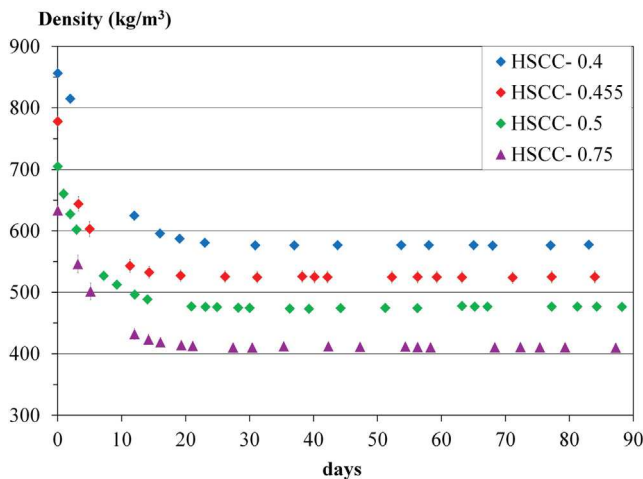


Fig. 14. Variation of the specimen's density of HSCC as a function of drying time.

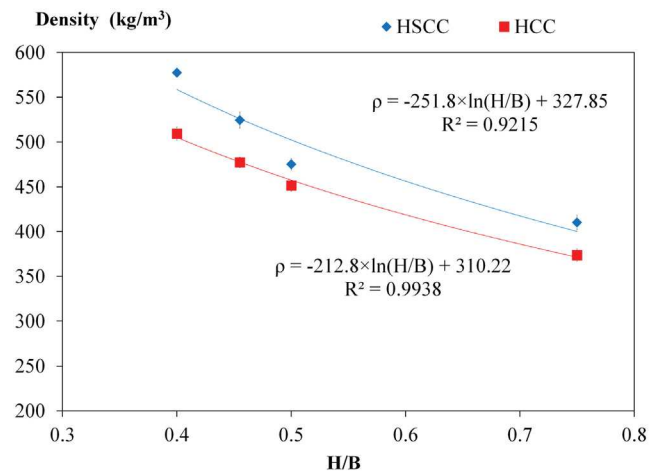


Fig. 15. Variation of density at 23 °C and 50% RH versus hemp to binder ratio.

mass stabilization is reached after around 40 days. The variations are the highest during the first week of drying and these variations are insignificant after day 35 for the HSCC and day 25 for the HCC. The hemp stabilized clay composite (HSCC) have a higher typical drying time than hemp clay composite (HCC). This can be explained by their higher water content.

Fig. 15 shows the variation of density at 23 °C and 50% RH versus hemp to binder ratio. The density decreases logarithmically with hemp to binder ratio. The density of hemp stabilized clay composites is higher than the density of hemp unstabilized clay composites. It ranges between 373 kg/m³ and 510 kg/m³ for HCC, and between 410 kg/m³ and 578 kg/m³ for HSCC. The decrease of density can be explained by the low density of hemp shiv and by the higher water content with high hemp content.

The relation between the density and the hemp to binder ratio can be presented by the following Eqs. (5) and (6) for hemp to binder ratio between 0.4 and 0.75:

$$\rho_{HCC} = -212.8 \times \ln\left(\frac{H}{B}\right) + 310.22 \quad (5)$$

$$\rho_{HSCC} = -251.8 \times \ln\left(\frac{H}{B}\right) + 327.85 \quad (6)$$

3.2. Mechanical behavior

3.2.1. Compressive strength

Figs. 16 and 17 respectively show typical compressive strain-stress curves for hemp clay composites and hemp stabilized clay composites with different hemp to binder ratios.

For hemp clay composites with hemp to binder ratio equal to 0.4, 0.455 and 0.5, the failure of specimen is between 25% and 30% of strain. For the composite with hemp to binder ratio equal to 0.75, the compression does not lead to the failure of specimen but induces a continuous compaction with increase of the stress. This compaction phenomenon is similar to what is observed for some highly porous materials under compression, constrained compression or indentation [39,51].

For hemp stabilized clay composites with hemp to binder ratio equal to 0.4 and 0.455, the failure of specimen is between 25% and 30% of strain. Other composites show compaction phenomenon.

The strain-stress curve of the hemp clay composite and hemp stabilized clay composite with the highest hemp to binder ratio ($H/B = 0.75$) shows a long plateau of ductility: the behavior of this material is close to the one of the hemp particles because the con-

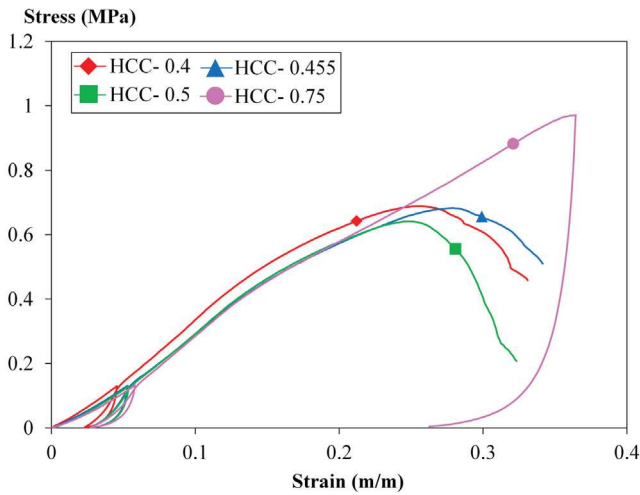


Fig. 16. Compressive tests on the hemp clay composite after 3 month with curing at 23 °C and 50% RH.

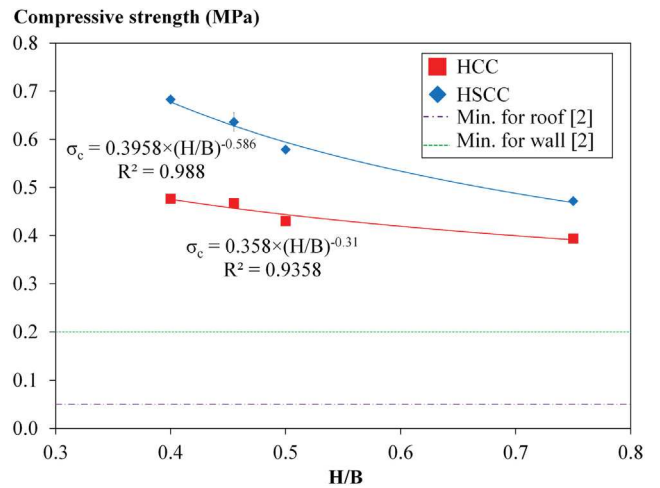


Fig. 18. Variation of compressive strength versus hemp to binder ratio.

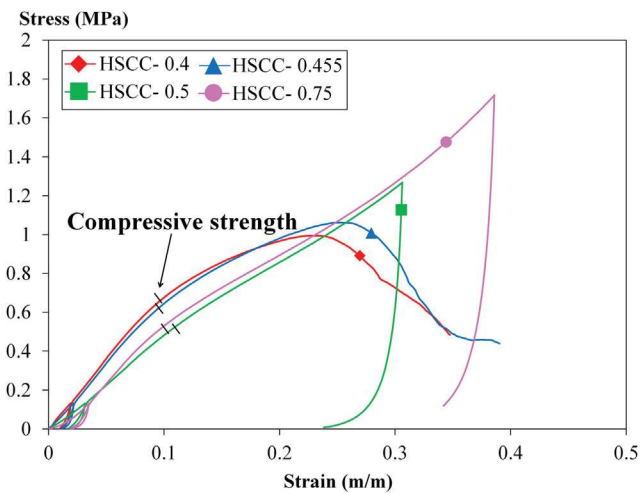


Fig. 17. Compressive tests on the hemp stabilized clay composite after 3 month of setting in curing conditions of 23 °C and 50% of relative humidity.

centration of binder is not high enough to allow the binder matrix playing a major mechanical role.

The different mechanical properties are summarized in Table 5.

The variation of the compressive strength of the composite as a function of hemp to binder ratio is shown in Fig. 18. Hemp stabilized clay composites (HSCC) have higher compressive strength than hemp clay composites (HCC). It can be clearly seen that the stabilization of clay with 5% of Portland cement and 5% of lime based binder (Thermo®) enhances the compressive strength by 20–43% depending on the hemp to binder ratio. This can be

explained by improved mechanical properties of binder matrix. The compressive strength of all materials ranges between 0.39 MPa and 0.68 MPa. These values are in the line of values found for lime–hemp concretes in literature, which range between 0.1 MPa and 0.8 MPa [39,54]. More, the compressive strength of all the produced composites meets the requirements of the French professional rules for hemp concrete structures for the intended use (minimum compressive strength of 0.2 MPa for wall, 0.05 MPa for roof) [41].

For the two studied materials, the compressive strength decreases with hemp to binder ratio. The decrease of performances is lower in the case of HCC. In fact, the compressive strength decreases by 31% and 17% for HSCC and HCC respectively when the hemp to binder ratio varies from 0.4 to 0.75. The decrease of compressive strength with hemp to binder ratio can be explained by the increase in porosity, which agrees with some previous works [55,56].

Indeed, the compressive strength is greatly influenced by the variation in density, like for hemp-lime concrete [39,54] (Fig. 19). For the investigated range of density, the studied materials show higher compressive strength than hemp-lime concretes studied by Elfordy et al. [54]. The relationship between the compressive strength and density are given by Eqs. (7) and (8):

$$\sigma_{HCC} = 0.0006 \times \rho + 0.1539 \tag{7}$$

$$\sigma_{HSCC} = 0.0013 \times \rho - 0.0341 \tag{8}$$

The density has a wider impact on hemp stabilized clay composites than on hemp clay composites as the matrix with stabilized clay is more resistant. In the same way, the effect is higher on hemp-lime concretes than on hemp-stabilized clay composites.

Table 5
Mechanical properties of different composites.

Composites	ρ (kg/m ³)	σ_c (MPa)	σ_T (kPa)	Ea1 (MPa)	Ee (MPa)	Ea2 (MPa)
HCC-0.4	509.48	0.48 ± 0.01	26.24 ± 2.30	3.27 ± 0.24	26.12 ± 0.67	4.04 ± 0.14
HCC-0.455	477.36	0.47 ± 0.01	25.99 ± 1.00	2.80 ± 0.14	23.52 ± 0.84	3.74 ± 0.16
HCC-0.5	451.51	0.43 ± 0.01	21.63 ± 0.87	2.76 ± 0.04	20.19 ± 0.61	3.73 ± 0.05
HCC-0.75	373.71	0.39 ± 0.001	20.61 ± 1.76	2.62 ± 0.09	16.25 ± 0.09	3.64 ± 0.1
HSCC-0.4	577.41	0.68 ± 0.01	58.84 ± 0.41	7.36 ± 0.64	55.97 ± 0.34	7.58 ± 0.13
HSCC-0.455	524.60	0.64 ± 0.19	48.81 ± 0.63	5.96 ± 0.42	48.28 ± 0.61	7.01 ± 0.36
HSCC-0.5	475.22	0.58 ± 0.01	35.58 ± 3.80	4.76 ± 0.42	36.56 ± 0.83	5.47 ± 0.15
HSCC-0.75	410.28	0.47 ± 0.01	26.28 ± 0.87	4.58 ± 0.81	25.96 ± 0.68	5.76 ± 0.08

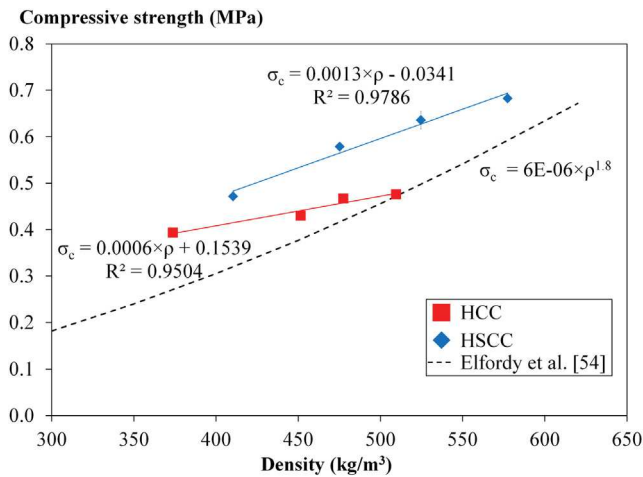


Fig. 19. Variation of compressive strength versus density at 23 °C and 50% RH.

3.2.2. Tensile strength

The tensile strength of hemp stabilized clay composites (HSCC) is higher than that of hemp clay composites (HCC) (Figs. 20 and 21, Table 5). The trends versus density or hemp to binder ratio are

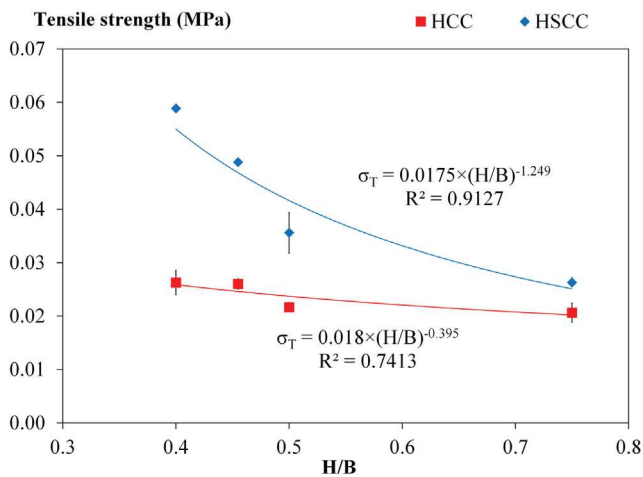


Fig. 20. Variation of tensile strength versus hemp to binder ratio.

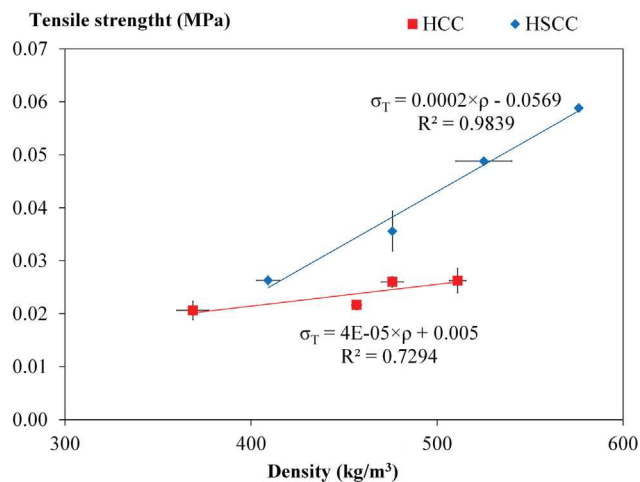


Fig. 21. Variation of tensile strength versus density at 23 °C and 50% RH.

similar to those of compressive strength with ten to twenty times lower values.

The tensile strength is strongly influenced by hemp to binder ratio (Fig. 20, Table 5). It decreases by 55% for HSCC and by 17% for HCC when the hemp to binder ratio increases from 0.4 to 0.75.

The tensile strength increases linearly with the increase of density (Fig. 21). It increases from 0.021 MPa to 0.026 MPa when the density increases from 368 to 511 kg/m³ for the HCC and from 0.026 MPa to 0.059 MPa when the density increases from 409 to 576 kg/m³ for the HSCC. Like for compressive strength, the tensile strength is more impacted by the density for hemp stabilized clay composites than for hemp clay composites.

Including data obtained for the two types of composites (Fig. 22), the tensile strength increases with compressive strength according to exponential function given Eq. (9) with very good correlation (R² = 0.9869).

$$\sigma_t = 0.0046 \times e^{(3.6815\sigma_c)} \tag{9}$$

3.2.3. Elastic modulus

Fig. 23 shows the variation of elastic modulus of the composites as a function of hemp to binder ratio. Hemp stabilized clay composites (HSCC) have higher elastic modulus than hemp clay composites (HCC).

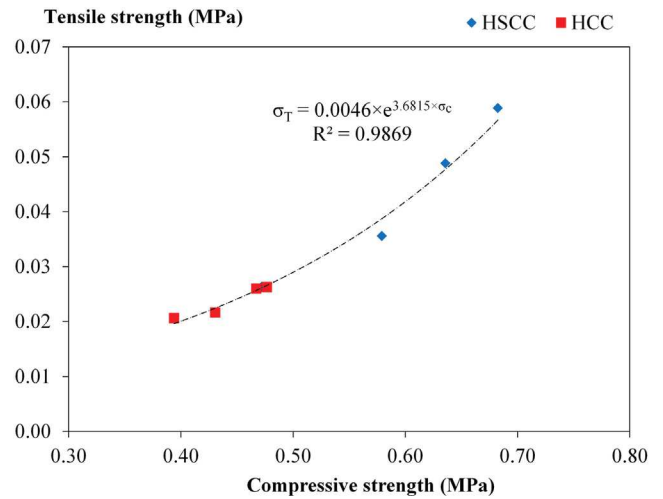


Fig. 22. Relationship between compressive strength and tensile strength of composite.

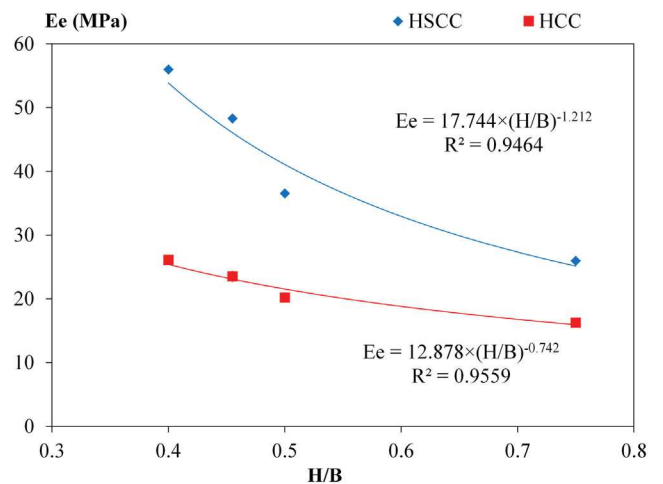


Fig. 23. Variation of elastic modulus versus hemp to binder ratio.

The elastic modulus decreases with hemp to binder ratio. The relation between the elasticity modulus and hemp to binder ratio is given by Eqs. (10) and (11):

$$Ee_{HCC} = 12.878 \times \left(\frac{H}{B}\right)^{-0.742} \quad (10)$$

$$Ee_{HSCC} = 17.744 \times \left(\frac{H}{B}\right)^{-1.212} \quad (11)$$

This result is similar to the study of Quagliarini and Lenci [57] which incorporates hemp fibers.

Fig. 24 shows a linear relation between elastic modulus and density. The increase is much higher for HSCC than for HCC. The elastic modulus increases by 61% when the density increases by 36% for the HCC and by 116% when the density increases by 41% for the HSCC.

The linear evolutions of elastic modulus and compressive strength with density (Figs. 19 and 24) induce a linear relation between elastic modulus and compressive strength. This relation is highlighted in Fig. 25 with very good correlation including data obtained for the two types of composites. Such results were also observed on hemp lime concrete [58].

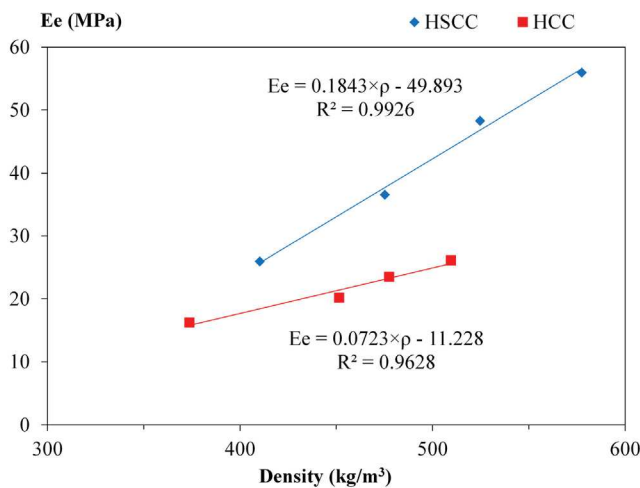


Fig. 24. Variation of elastic modulus versus density at 23 °C and 50% RH.

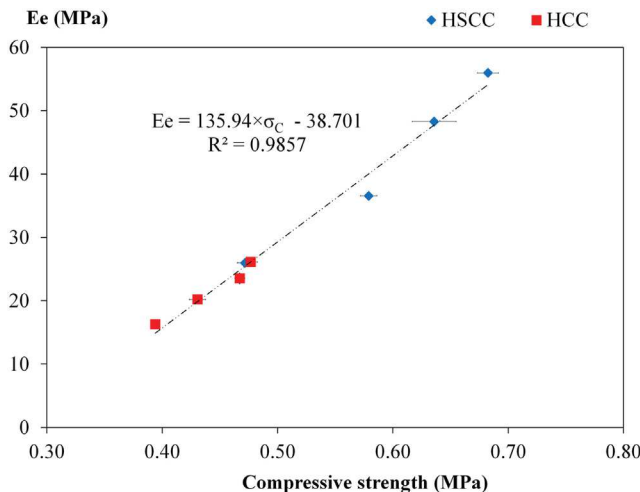


Fig. 25. Relationship between compressive strength and elastic modulus of composite.

3.2.4. Apparent modulus

The hemp stabilized clay composites (HSCC) have higher apparent modulus than hemp clay composites (HCC). The apparent modulus Ea2 is higher than the apparent modulus Ea1, by 3–26% for HSCC and by 24–39% for HCC depending on the hemp to binder ratio. Indeed, the loading unloading cycle enhances the apparent modulus.

The effect of hemp to binder ratio on apparent modulus is shown in Fig. 26. The apparent modulus decreases as the hemp content increases, similarly to other studies incorporating hemp fibers or shiv [59,60]. For the HSCC, the apparent modulus Ea1 decreases by 38% when hemp to binder ratio varies from 0.4 to 0.75. The HCC shows a less significant decrease of apparent modulus Ea1 with H/B ratio. Indeed, it decreases by 20% when hemp to binder ratio varies from 0.4 to 0.75.

The effect of density on apparent modulus Ea1 and Ea2 is shown in Fig. 27. For HCC, the impact of density on Ea1 and Ea2 is not highlighted.

The two types of composites with hemp to binder ratio equal to 0.5 have lower apparent modulus (Ea2) than the minimum apparent modulus required for wall by the French professional rules for hemp concrete building [40], which equals to 15 MPa. However, the roof composite (H/B = 0.75) of the two types of composite have higher value than the minimum apparent modulus required for roof by the French professional rules for hemp concrete building [41], which equals to 3 MPa (Fig. 27).

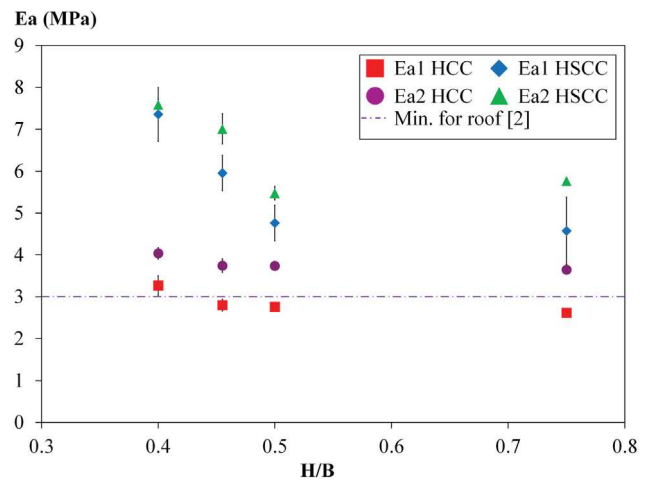


Fig. 26. Variation of apparent modulus versus hemp to binder ratio.

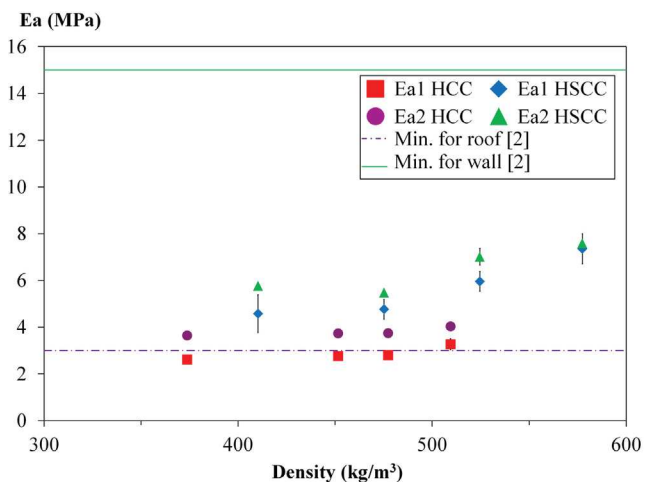


Fig. 27. Variation of apparent modulus versus density at 23 °C and 50% RH.

4. Conclusion

This study investigates the use of clay as binder of hemp composite and highlights the effect of clay stabilization and hemp to binder ratio on mechanical properties.

The density of the hemp composites decreases when hemp to binder ratio increases. It is higher with stabilized clay than with unstabilized clay. It ranges between 350 kg/m³ and 550 kg/m³, similarly to usual hemp-lime concrete.

As expected, the hemp stabilized clay composites have better mechanical properties than hemp clay composites. It is shown that mechanical properties also strongly depend on the hemp to binder ratio. The compressive strength ranges from 0.39 to 0.48 MPa for hemp clay composites and from 0.47 to 0.68 MPa for hemp stabilized clay composites. The tensile strength ranges from 0.021 to 0.026 MPa for hemp clay composites and from 0.026 to 0.059 MPa for hemp stabilized clay composites. For both kinds of composites, the requirement of the French professional rules for hemp concrete building are met on compressive strength point of view.

All composites have ductile behavior. Composites with the highest hemp to binder ratio show steadily increasing strength with deformation, the stress-strain curve does not show a peak in this case.

For the two types of composites, the apparent modulus is insufficient regarding the requirements of the French professional rules for hemp concrete building for the intended use. However, the apparent modulus is not very representative of the real elastoplastic behavior for this kind of material. For this reason, one should consider the elastic modulus, which is measured on loading/unloading cycles, as representative value for these materials. For all composites, the elastic modulus meets the requirement of the French professional rules for hemp concrete building.

The mechanical strength drops with the decrease of density. But, the ductility increases, which could induce settlement of the wall and reduce the crack occurrence.

The mechanical performances of hemp clay and hemp stabilized clay composites are assessed. Further studies are needed to investigate their hygrothermal performances and their durability.

References

- Ministère du développement durable et de l'énergie, L'environnement en France, 2014. http://www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr/fileadmin/documents/Produits_editoriaux/Publications/References/2014/references-ree-2014.pdf.
- Ministère de l'Environnement, de l'Énergie et de la Mer - Ministère du logement et de l'habitat durable, Construire ensemble la réglementation énergétique et environnementale du bâtiment, 2016. <http://www.batiment-energiecarbone.fr/wp-content/uploads/2017/04/2016-11-17-dossier-presse-label-e-c.pdf>.
- C. Thormark, The effect of material choice on the total energy need and recycling potential of a building, *Build. Environ.* 41 (2006) 1019–1026, <http://dx.doi.org/10.1016/j.buildenv.2005.04.026>.
- M.J. González, J. García Navarro, Assessment of the decrease of CO₂ emissions in the construction field through the selection of materials: practical case study of three houses of low environmental impact, *Build. Environ.* 41 (2006) 902–909, <http://dx.doi.org/10.1016/j.buildenv.2005.04.006>.
- D.E. Montgomery, Dynamically-compacted cement stabilised soil blocks for low-cost walling, phd, University of Warwick, 2002. <http://webcat.warwick.ac.uk/record=b1380307-S9> (accessed April 4, 2017).
- S.H. Sameh, Promoting earth architecture as a sustainable construction technique in Egypt, *J. Clean. Prod.* 65 (2014) 362–373, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.08.046>.
- L.F. Cabeza, C. Barreneche, L. Miró, J.M. Morera, E. Bartolí, A. Inés Fernández, Low carbon and low embodied energy materials in buildings: a review, *Renewable Sustainable Energy Rev.* 23 (2013) 536–542, <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2013.03.017>.
- B.V. Venkatarama Reddy, P. Prasanna Kumar, Embodied energy in cement stabilised rammed earth walls, *Energy Build.* 42 (2010) 380–385, <http://dx.doi.org/10.1016/j.enbuild.2009.10.005>.
- N. Mithraratne, B. Vale, R. Vale, *Sustainable living: The role of whole life costs and values*, Routledge, 2007.
- J. Karlsson, L. Wadsö, M. Öberg, A conceptual model that simulates the influence of thermal inertia in building structures, *Energy Build.* 60 (2013) 146–151, <http://dx.doi.org/10.1016/j.enbuild.2013.01.017>.
- H. Cagnon, J.E. Aubert, M. Coutand, C. Magniont, Hygrothermal properties of earth bricks, *Energy Build.* 80 (2014) 208–217, <http://dx.doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.05.024>.
- H. Van Damme, H. Houben, Earth concrete. Stabilization revisited, *Cem. Concr. Res.* (n.d.). doi:10.1016/j.cemconres.2017.02.035.
- M. Moevus, L. Fontaine, R. Anger, P. Doat, Projet: Béton d'Argile Environnemental (B.A.E.), (2013), <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01179458/document> (accessed July 12, 2017).
- M. Hall, D. Allinson, Assessing the effects of soil grading on the moisture content-dependent thermal conductivity of stabilised rammed earth materials, *Appl. Therm. Eng.* 29 (2009) 740–747, <http://dx.doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2008.03.051>.
- L. Zhang, A. Gustavsen, B.P. Jelle, L. Yang, T. Gao, Y. Wang, Thermal conductivity of cement stabilized earth blocks, *Constr. Build. Mater.* 151 (2017) 504–511, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.06.047>.
- A. Laborel-Préneron, J.E. Aubert, C. Magniont, C. Tribout, A. Bertron, Plant aggregates and fibers in earth construction materials: a review, *Constr. Build. Mater.* 111 (2016) 719–734, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.119>.
- J.B. Croft, The structures of soils stabilized with cementitious agents, *Eng. Geol.* 2 (1967) 63–80, [http://dx.doi.org/10.1016/0013-7952\(67\)90025-7](http://dx.doi.org/10.1016/0013-7952(67)90025-7).
- J.B. Croft, The problem in predicting the suitability of soils for cementitious stabilization, *Eng. Geol.* 2 (1968) 397–424, [http://dx.doi.org/10.1016/0013-7952\(68\)90018-5](http://dx.doi.org/10.1016/0013-7952(68)90018-5).
- C.D.F. Rogers, S. Glendinning, The role of lime migration in lime pile stabilization of slopes, *Q. J. Eng. Geol. Hydrogeol.* 29 (1996) 273–284, <http://dx.doi.org/10.1144/GSL.QJEGH.1996.029.P4.02>.
- R.N. Yong, V.R. Ouhadi, Experimental study on instability of bases on natural and lime/cement-stabilized clayey soils, *Appl. Clay Sci.* 35 (2007) 238–249, <http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2006.08.009>.
- S.A. Khattab, M. Al-Mukhtar, J.-M. Fleureau, Long-term stability characteristics of a lime-treated plastic soil, *J. Mater. Civ. Eng.* 19 (2007) 358–366, [http://dx.doi.org/10.1061/\(ASCE\)0899-1561\(2007\)19:4\(358\)](http://dx.doi.org/10.1061/(ASCE)0899-1561(2007)19:4(358)).
- Y. Millogo, J.-C. Morel, J.-E. Aubert, K. Ghavami, Experimental analysis of Pressed Adobe Blocks reinforced with Hibiscus cannabinus fibers, *Constr. Build. Mater.* 52 (2014) 71–78, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.10.094>.
- L. Miqueliez, F. Ramírez, A. Seco, R.M. Nidzam, J.M. Kinuthia, A.A. Tair, R. Garcia, The use of stabilised Spanish clay soil for sustainable construction materials, *Eng. Geol.* 133–134 (2012) 9–15, <http://dx.doi.org/10.1016/j.enggeo.2012.02.010>.
- S. Wild, J.M. Kinuthia, G.I. Jones, D.D. Higgins, Effects of partial substitution of lime with ground granulated blast furnace slag (GGBS) on the strength properties of lime-stabilised sulphate-bearing clay soils, *Eng. Geol.* 51 (1998) 37–53, [http://dx.doi.org/10.1016/S0013-7952\(98\)00039-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0013-7952(98)00039-8).
- B. Taallah, A. Guettala, The mechanical and physical properties of compressed earth block stabilized with lime and filled with untreated and alkali-treated date palm fibers, *Constr. Build. Mater.* 104 (2016) 52–62, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.007>.
- F.G. Bell, *Engineering treatment of soils*, E & FN Spon, London; New York, 1993. <http://public.eblib.com/choice/publicfullrecord.aspx?p=171572> (accessed April 4, 2017).
- A.A. Raheem, O.A. Bello, O.A. Makinde, A comparative study of cement and lime stabilized lateritic interlocking blocks, *Pac. J. Sci. Technol.* 11 (2010) 27–34.
- A. Guettala, H. Houari, B. Mezghiche, R. Chebili, Durability of lime stabilized earth blocks, 2013. <http://dspace.univ-biskra.dz:8080/jspui/handle/123456789/385> (accessed April 4, 2017).
- M. Bouhicha, F. Aouissi, S. Kenai, Performance of composite soil reinforced with barley straw, *Cem. Concr. Compos.* 27 (2005) 617–621, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.09.013>.
- H.M. Algin, P. Turgut, Cotton and limestone powder wastes as brick material, *Constr. Build. Mater.* 22 (2008) 1074–1080, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.03.006>.
- M. Labat, C. Magniont, N. Oudhof, J.-E. Aubert, From the experimental characterization of the hygrothermal properties of straw-clay mixtures to the numerical assessment of their buffering potential, *Build. Environ.* 97 (2016) 69–81, <http://dx.doi.org/10.1016/j.buildenv.2015.12.004>.
- K. Al Rim, A. Ledhem, O. Douzane, R.M. Dheilily, M. Queuneud, Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites, *Cem. Concr. Compos.* 21 (1999) 269–276, [http://dx.doi.org/10.1016/S0958-9465\(99\)00008-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-9465(99)00008-6).
- L. Arnaud, *Bio-aggregate-based Building Materials: Applications to Hemp Concretes*, 1st ed., Wiley-ISTE, London : Hoboken, NJ, 2013.
- V. Cérézo, *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique*, Villeurbanne, INSA, 2005 (accessed April 4, 2017).
- F. Collet, S. Pretot, Experimental investigation of moisture buffering capacity of sprayed hemp concrete, *Constr. Build. Mater.* 36 (2012) 58–65, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.139>.
- F. Collet, S. Pretot, Thermal conductivity of hemp concretes: variation with formulation, density and water content, *Constr. Build. Mater.* 65 (2014) 612–619, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.05.039>.

- [37] A. Evrard, Sorption behaviour of Lime-Hemp Concrete and its relation to indoor comfort and energy demand, in: Proc. 23rd Conf. Passive Low Energy Archit. Geneva Switz., 2006. https://www.researchgate.net/profile/Arnaud_Evrard/publication/242214213_Sorption_behaviour_of_Lime-Hemp_Concrete_and_its_relation_to_indoor_comfort_and_energy_demand/links/53df4fef0cf216e4210c760d.pdf (accessed April 4, 2017).
- [38] A.D. Tran Le, C. Maalouf, T.H. Mai, E. Wurtz, F. Collet, Transient hygrothermal behaviour of a hemp concrete building envelope, *Energy Build.* 42 (2010) 1797–1806, <http://dx.doi.org/10.1016/j.enbuild.2010.05.016>.
- [39] L. Arnaud, E. Gourlay, Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes, *Constr. Build. Mater.* 28 (2012) 50–56, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.07.052>.
- [40] F. Collet, J. Chamoin, S. Pretot, C. Lanos, Comparison of the hygric behaviour of three hemp concretes, *Energy Build.* 62 (2013) 294–303, <http://dx.doi.org/10.1016/j.enbuild.2013.03.010>.
- [41] Construire en Chanvre, «Construire en Chanvre - Règles Professionnelles (RP2C)», France, 2010.
- [42] S. Pretot, F. Collet, C. Garnier, Life cycle assessment of a hemp concrete wall: Impact of thickness and coating, *Build. Environ.* 72 (2014) 223–231, <http://dx.doi.org/10.1016/j.buildenv.2013.11.010>.
- [43] NF EN 196-1 - Methods of testing cement - Part 1 : determination of strength, (n.d.). <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-en-196-1/methodes-d-essais-des-ciments-partie-1-determination-des-resistances-mecaniques/article/760176/fa112154> (accessed April 4, 2017).
- [44] S. Amziane, F. Collet, M. Lawrence, C. Magniont, V. Picandet, M. Sonebi, Recommendation of the RILEM TC 236-BBM: characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity, *Mater. Struct.* 50 (2017), <http://dx.doi.org/10.1617/s11527-017-1029-3>.
- [45] V. Nozahic, S. Amziane, G. Torrent, K. Saïdi, H. De Baynast, Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice-lime binder, *Cem. Concr. Compos.* 34 (2012) 231–241, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.09.002>.
- [46] NF EN 933-2 - Tests for geometrical properties of aggregates. Part 2 : determination of particle size distribution. Test sieves, nominal size of apertures., (n.d.). <https://www.boutique.afnor.org/norme/nf-en-933-2/essais-pour-determiner-les-caracteristiques-geometriques-des-granulats-partie-2-determination-de-la-granularite-tamis-de-c/article/725967/fa028459> (accessed April 4, 2017).
- [47] C. Igathinathane, L.O. Pordesimo, E.P. Columbus, W.D. Batchelor, S. Sokhansanj, Sieveless particle size distribution analysis of particulate materials through computer vision, *Comput. Electron. Agric.* 66 (2009) 147–158, <http://dx.doi.org/10.1016/j.compag.2009.01.005>.
- [48] T.T. Nguyen, Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre, phdthesis, Université de Bretagne Sud, 2010. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01017510/document> (accessed April 4, 2017).
- [49] 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 chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce/chaux, Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II, 2012. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00822142/> (accessed April 4, 2017).
- [50] V. Picandet, P. Tronet, C. Baley, Caractérisation granulométrique des chènevottes, XXX E Rencontres AUGC-IBPSA Chambéry Savoie. (2012). https://www.polytech.univ-savoie.fr/fileadmin/polytech_autres_sites/sites/augc2012/actes/Contribution1411.pdf (accessed April 4, 2017).
- [51] T.-T. Nguyen, V. Picandet, S. Amziane, C. Baley, Influence of compactness and hemp hurd characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete, *Eur. J. Environ. Civ. Eng.* 13 (2009) 1039–1050.
- [52] Association Construire en Chanvre; FFB ; Règles professionnelles d'exécution d'ouvrages en béton de chanvre, France, 2007.
- [53] C. Niyigena, Variabilité des performances de bétons de chanvre en fonction des caractéristiques de la chènevotte produite en Auvergne, Clermont-Ferrand 2, 2016. <http://www.theses.fr/2016CLF22700> (accessed April 4, 2017).
- [54] S. Elfordy, F. Lucas, F. Tancret, Y. Scudeller, L. Goudet, Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete ("hempcrete") manufactured by a projection process, *Constr. Build. Mater.* 22 (2008) 2116–2123.
- [55] P. Jorillo, G. Shimizu, Coir fibre reinforced cement based composite. Part 2: Fresh and mechanical properties of fiber concrete, in: RILEM Proc., CHAPMAN & HALL, 1992; pp. 1096–1096.
- [56] R. MacVicar, L.M. Matuana, J.J. Balatinecz, Aging mechanisms in cellulose fiber reinforced cement composites, *Cem. Concr. Compos.* 21 (1999) 189–196.
- [57] E. Quagliarini, S. Lenci, The influence of natural stabilizers and natural fibres on the mechanical properties of ancient Roman adobe bricks, *J. Cult. Herit.* 11 (2010) 309–314.
- [58] J. Chamoin, Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation, INSA de Rennes, 2013. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00934732/> (accessed April 4, 2017).
- [59] R. del Valle-Zermeño, J.E. Aubert, A. Laborel-Préneron, J. Formosa, J.M. Chimenos, Preliminary study of the mechanical and hygrothermal properties of hemp-magnesium phosphate cements, *Constr. Build. Mater.* 105 (2016) 62–68.
- [60] P. Tronet, T. Lecompte, V. Picandet, C. Baley, Study of lime hemp concrete (LHC) – Mix design, casting process and mechanical behaviour, *Cem. Concr. Compos.* 67 (2016) 60–72, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.12.004>.