

Table des Matières

Remerciements	i
Dédicaces.....	ii
Résumé.....	iii
Table des Matières.....	vi
Liste des figures.....	ix
Liste des tableaux	xii
Liste des acronymes et notations	xiii

Introduction générale.....	1
-----------------------------------	----------

Chapitre 01

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES FIBRES NATURELLES

1.1. INTRODUCTION	5
1.2. ORIGINES DES FIBRES NATURELLES	5
1.2.1. Les fibres végétales	6
1.2.1.1. Définition	6
1.2.1.2. Composition chimique	6
1.2.1.3. Structure d'une fibre végétale.	10
1.2.1.4. Propriété chimique, physiques et mécaniques des fibres végétales.....	11
1.2.1.5. Présentation de différentes fibres végétales.....	13
1.2.1.6. Evaluation de la disponibilité des fibres végétales	17
1.2.1.7. Avantages et inconvénients des fibres végétales	18
1.3. Conclusion.....	19

Chapitre 02

ETAT DE L'ART SUR L'UTILISATION DES FIBRES VEGETALES EN TANT QUE RENFORT DANS LES MATERIAUX COMPOSITES

2.1. INTRODUCTION	21
2.2. PROPRIETES DES COMPOSITES A MATRICE MINERALE RENFORCES PAR DES FIBRES VEGETALES	23
2.2.1. Influence de l'ajout des fibres sur les propriétés physiques et mécaniques des composites.....	23
2.2.2. Influence de l'ajout des fibres sur les propriétés thermiques des composites.....	28
2.3. COMPATIBILITE DES FIBRES AVEC LA MATRICE CIMENTAIRE	30
2.4. DURABILITE DES COMPOSITES A LONG TERME	32
2.4.1. Durabilité des composites à base de fibres végétales	32
2.4.2. Durabilité des fibres végétales dans des milieux alcalins	35
2.4.3. Méthodes d'amélioration de la durabilité des composites à base des fibres végétales	37
2.4.3.1. Modification de la matrice	37
2.4.3.2. Modification de la fibre.....	39
2.5. Conclusion.....	44

Chapitre 03
MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

3.1. INTRODUCTION	47
3.2. Matériaux étudiés	47
3.2.1. Le Diss	47
3.2.2. Le Doum	47
3.2.3. Ciment.....	48
3.2.4. Sable.....	49
3.2.5. Eau utilisée.....	49
3.3. Méthodes expérimentales	49
3.3.1. Prétraitement des fibres	49
3.3.1.1. Traitement alcalin avec de faibles concentrations de NaOH à température ambiante	49
3.3.1.2. Traitement alcalin avec une forte concentration de NaOH à température élevée.	50
3.3.2. Confection des éprouvettes	52
3.3.3. Méthodes d'essai	53
3.3.3.1. La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).....	53
3.3.3.2. Diffraction aux rayons X (DRX).....	54
3.3.3.3. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	57
3.3.3.4. Absorption des fibres végétales	58
3.3.3.5. Propriétés physiques des composites	59
3.3.3.6. Performances mécaniques	60
3.3.3.7. Propriétés thermiques	61
3.4. Conclusion	62

Chapitre 04
**PROPRIETES DES FIBRES VEGETALES SEULES ET DES MORTIERS
RENFORCES**

4.1. INTRODUCTION	64
4.2. TRAITEMENTS ALCALINS	64
4.2.1. L'analyse par spectroscopie infrarouge des fibres	64
4.2.2. Diffraction des rayons X des fibres végétales	66
4.2.2.1. L'analyse spectrale	66
4.2.2.2. Pourcentage de cristallinité.....	68
4.2.3. Caractérisation morphologique de la surface des fibres.....	69
4.2.3.1. Observation au microscope électronique à balayage (MEB)	69
4.2.4. Propriété d'absorption d'eau des fibres végétales.....	70
4.3. Propriétés des composites renforcés	71
4.3.1. Propriétés physiques.....	71
4.3.2. Performances mécaniques	76
4.3.3. Analyse de la performance thermique des mortiers renforcés de fibres végétales	79
4.3.3.1. Conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres	79
4.3.3.2. Conductivité thermique en fonction de la teneur en eau	79
4.3.3.3. Analyse thermogravimétrique	81
4.3.3.4. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	82
4.4. Conclusion.....	83

Conclusion générale et perspectives	86
Références Bibliographiques.....	89

Liste des Figures

Figure 1.1 : Classification des différents types de fibres naturelles	5
Figure 1.2 : Structure et composition d'une paroi végétale.....	6
Figure 1.3 : Représentation schématique de la structure de la cellulose	7
Figure 1.4 : Structure du xyloglucane ; Composante principale des hémicelluloses. Le bleu : les β -D-glucanes, le rouge : l' α -D-xylose, le noir : l' α -D-galactose et le marron : les résidus de α -L-fucose	8
Figure 1.5 : Représentation de la structure de la lignine et modèle moléculaire de la lignine dérivée du bois	9
Figure 1.6 : Structure de la chaîne principale d'une molécule de pectine.....	9
Figure 1.7 : Structure et modèle moléculaire de l'acide palmitique	10
Figure 1.8 : Description schématique de la structure d'une fibre végétale et arrangement des microfibrilles autour du lumen (chanvre et lin).....	10
Figure 1.9 : Modèle descriptif de la rigidité de la fibre végétale (a) couches S2 dans une vue en 3D, (b) couches S2 projeté dans une vue 2D.....	11
Figure 1.10 : Variation de la résistance des fibres végétales en fonction de la teneur en cellulose et l'angle spiral.....	11
Figure 1.11 : Plante de chanvre et différents types de fibres du chanvre	13
Figure 1.12 : Le lin et la fibre de lin.....	14
Figure 1.13 : Processus principales de production des fibres de sisal.....	15
Figure 1.14 : Le cocotier et les fibres de noix de coco	16
Figure 1.15 : Palmier dattier et les fibres de tige et du tronc de palmier.....	17
Figure 1.16 : Gisement mondial de fibres végétales hors coton et bois (2001-2008).....	18
Figure 2.1 : Conception et applications innovantes des biocomposites en fibres de bambou dans : (a) l'aéroport Adolfo-Suárez de Madrid-Barajas et (b) Parking garage (Zoo de Leipzig, Allemagne)	21
Figure 2.2 : Applications de plastiques renforcés de fibres naturelles dans les produits de construction	22
Figure 2.3 : Composites thermoplastiques renforcés avec les fibres de bambou	22
Figure 2.4 : Quelques applications de fibres naturelles dans le domaine de l'automobile	22
Figure 2.5 : Application des composites à fibres naturelles dans le secteur militaire : (a) Casque militaire léger à base de composite renforcé avec des fibres naturelles et (b) pièces structurelles de l'avion de chasse de Lockheed Martin 'F-22 Raptor' fabriqué avec des composites renforcés avec des fibres naturelles	23
Figure 2.6 : L'effet de la teneur en fibres du palmier à huile sur les propriétés physiques des composites	23
Figure 2.7 : L'effet de la teneur en fibres de palmier sur : (a) la résistance à la compression (Rc) et (b) la résistance à la flexion des mortiers renforcés	24
Figure 2.8 : Résistances à la flexion en fonction de la teneur en fibres pour les composites renforcés avec : (a) fibres de riz et (b) fibres de bambou à 28 et 100 jours.	25
Figure 2.9 : Propriétés mécaniques des composites renforcés avec les fibres de palmier à huile à l'âge de 90 jours.	26

Figure 2.10 : Résistances à la flexion des composites renforcés avec 4% de fibres végétales comparativement aux échantillons de référence.....	27
Figure 2.11 : La conductivité thermique des composites en fonction de la teneur en fibres du palmier dattier	28
Figure 2.12 : Conductivité thermique des mortiers renforcés avec les fibres végétales de la noix de coco (C(X)) et du palmier à huile (P(X))	29
Figure 2.13 : Conductivité thermique des mortiers cimentaires renforcés par des fibres de palmier dattier de 3 mm (MDP3), 6 mm (MDP6) et le mélange de deux diamètres (MDPmix).....	29
Figure 2.14 : Effet de l'addition de fibres MDF sur le développement de la chaleur d'hydratation des composite bois-ciment.....	31
Figures 2.15 : Images des électrons rétrodiffusés (BSE) de l'interface entre la fibre et la matrice des tuiles âgées de 14 ans : (a) conservées aux conditions du laboratoire et (b) en vieillissement naturel	32
Figures 2.16 : Image d'une coupe transversale de la fibre de figue obtenue à partir de composites âgés de 14 ans sous l'exposition aux intempéries naturelles observées par microscope électronique à balayage (MEB) et par électrons rétrodiffusés (BSE).....	33
Figure 2.17 : (a) la ténacité, (b) la rigidité des carreaux de tuiles renforcés avec les fibres végétales pour différents âges et traitements.....	34
Figure 2.18 : Observations au MEB en vide partiel en mode électrons rétrodiffusés (a) d'une section transversale (x1000) et (b) longitudinale (x250) de chènevotte extraite d'un composite âgé de 2 ans et demi.....	34
Figure 2.19 : Observation de la ZTI d'un échantillon imprégné de résine puis coloré	35
Figure 2.20 : Représentation de la décomposition chimique des fibres de sisal en milieu alcalin	36
Figure 2.21 : Résistance à la traction en fonction du période d'exposition dans une solution alcaline	40
Figure 2.22 : Taux d'absorption en eau des fibres de Diss	40
Figure 2.23 : Structure typique d'une fibre cellulosique (i) avant traitement alcalin et (ii) après traitement.....	41
Figure 2.24 : Images MEB des fibres de chanvre : (a) non traités, et traitées chimiquement avec (b) NaOH, (c) avec l'EDTA, (d) avec PEI et (e) avec Ca (OH) ₂	44
Figure 3.1 : (a) Plante et (b et c) fibres de Diss.....	47
Figure 3.2 : (a) Plante, (b) feuilles de Doum et (c) fibres brutes découpées de Doum	48
Figure 3.3 : Fibres de Diss (a) brutes et (b) traitées avec de faibles concentrations de NaOH	50
Figure 3.4 : Fibres de Doum (a) brutes et (b) traitées avec de faibles concentrations de NaOH.....	50
Figure 3.5 : Fibres de Diss (a) brutes et (b) traitées à forte concentration de NaOH	51
Figure 3.6 : Fibres de Doum (a) brutes et (b) traitées à forte concentration de NaOH	51
Figure 3.7 : Spectromètre infrarouge ALPHA Bruker (Laboratoire de Chimie Des Polymères LCP- Université d'Oran, Algérie).....	54
Figure 3.8 : Démonstration de la loi de Bragg	55
Figure 3.9 : Diffractomètre à rayons X type Bruker AXS D8 Advance (Laboratoire de Chimie Des Polymères-LCP-Université d'Oran, Algérie).....	56
Figure 3.10 : Diffractogramme type d'une fibre de chanvre entre 10° et 40°	57
Figure 3.11 : Microscopie électronique à balayage type HIRACHI-TM1000 (Laboratoire LRM, Faculté des Sciences, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, Algérie)57	

Figure 3.12 : Balance analytique type OHAUS avec une précision de pesée de 0,001g (Laboratoire EOLE, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, Algérie).....	58
Figure 3.13 : Essais de porosité accessible à l'eau (Laboratoire EOLE, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, Algérie)	59
Figure 3.14 : Eprouvette et essais de traction par flexion 3 points (Laboratoire EOLE, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, Algérie)	60
Figure 3.15 : FP2C Conductivimètre Fil Chaud – Neotim (Laboratoire PRISME, Polytech'Orléans, Université d'Orléans, France)	61
Figure 3.16 : Analyseur thermogravimétrique (TGA / DSC, LINSEIS STA PT1000) (Laboratoire PRISME, Polytech'Orléans, Université d'Orléans, France).....	62
Figure 4.1 : Spectre infrarouge des fibres de Diss brutes et traitées	65
Figure 4.2 : Spectre infrarouge des fibres de Doum brutes et traitées.....	65
Figure 4.3 : Diffractogrammes des fibres de Diss brutes et traitées.....	67
Figure 4.4 : Diffractogrammes des fibres de Doum brutes et traitées.....	67
Figure 4.5 : Micrographie de la fibre de Doum : (a) brute et (b) traitée avec 1% de NaOH....	69
Figure 4.6 : Micrographie de la fibre de Diss : (a) brute et (b) traitée avec 3% de NaOH.....	70
Figure 4.7 : Cinétique d'absorption de l'eau des fibres végétales de Doum (brutes et traitées à 1% de NaOH) et de Diss (brutes et traitées à 3% de NaOH)	71
Figure 4.8 : Variation de la masse volumique des mortiers renforcés de fibres brutes de Diss et traitées	72
Figure 4.9 : Variation de la masse volumique des mortiers renforcés de fibres brutes de Doum et traitées	72
Figure 4.10 : Variation de la porosité des mortiers renforcés de fibres brutes de Diss et traitées	74
Figure 4.11 : Variation de la porosité des mortiers renforcés de fibres brutes de Doum et traitées	74
Figure 4.12 : Coefficients d'absorption capillaire à 24 heures des composites renforcés de fibres brutes et traitées, âgés de 90 jours.....	75
Figure 4.13 : Résistance à la compression des mortiers renforcés de fibres de Diss	76
Figure 4.14 : Résistance à la compression des mortiers renforcés de fibres de Doum	77
Figure 4.15 : Résistance à la traction par flexion des mortiers renforcés de fibres de Diss.....	78
Figure 4.16 : Résistance à la traction par flexion des mortiers renforcés de fibres de Doum..	78
Figure 4.17 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres après 192 h de séchage.....	79
Figure 4.18 : Variation de la conductivité thermique des mortiers renforcés de fibres de Diss traitées en fonction de la teneur en eau	80
Figure 4.19 : Variation de la conductivité thermique des mortiers renforcés de fibres de Doum traitées en fonction de la teneur en eau	80
Figure 4.20 : Évolutions de TG et DTG en fonction de la température pour les composites à base de 2% de fibres de Diss et 1.5% de fibres de Doum	81
Figure 4.21 : Évolutions de TG et DTG en fonction de la température pour les composites à base de 4% de fibres de Diss et de Doum	82

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Compositions chimiques de différentes fibres naturelles.....	12
Tableau 1.2 : Propriétés mécaniques de différentes fibres naturelles	12
Tableau 1.3 : Comparaison entre les avantages et les inconvénients des fibres végétales.....	18
Tableau 2.1 : Propriétés physiques des composites renforcés de fibres végétales à 28 jours ..	25
Tableau 2.2 : Résultats des temps de prise des pâtes de ciment renforcés aux fibres de chanvre	30
Tableau 2.3 : Essais de prise avec différentes eaux de gâchage.....	30
Tableau 2.4 : Bibliographie relative à l'effet du traitement alcalin sur les propriétés des fibres végétales	42
Tableau 3.1 : Composition chimique et minéralogique du ciment utilisé.....	48
Tableau 3.2 : Composition chimique de l'eau utilisée (mg/l)	49
Tableau 3.3 : Traitement chimique appliqué aux deux fibres	52
Tableau 3.4 : Nomenclature des spécimens de mortier étudiés dans le présent travail.....	53
Tableau 4.1 : Indice de cristallinité des fibres brutes et traitées.....	68
Tableau 4.2 : Comparaison des pics de température maximums et de l'enthalpie dans les courbes d'analyse calorimétrique différentielle à balayage.....	83

Liste des acronymes et notations

Notations des oxydes utilisés :

Oxydes	Noms utilisés
SiO ₂	Slice
Al ₂ O ₃	Alumine
Fe ₂ O ₃	Oxyde ferrique
CaO	Chaux
MgO	Magnésie
SO ₃	Trioxyde de soufre (sulfates)
Na ₂ O	L'oxyde de sodium
K ₂ O	L'oxyde de potassium

Notations des compositions chimiques et phases du clinker :

Notations	Formule chimique	Noms utilisés
C ₃ S	3CaOSiO ₂	Silicate tricalcique
C ₂ S	2Ca SiO ₂	Silicate bicalcique
C ₃ A	3CaOAl ₂ O ₃	Aluminate tricalcique
C ₄ AF	4CaOAl ₂ O ₃ Fe ₃ O ₄	Alumino-ferrite tétracalcique

Notations de la composition chimique de l'eau utilisée :

Notations	Noms utilisés	Notations	Noms utilisés
Ca ²⁺	Calcium	SO ₄ ²⁻	Sulfates
Mg ²⁺	Magnésium	CO ₃ ²⁻	Carbonates
Na ⁺	Sodium	NO ₃ ⁻	Nitrates
K ⁺	Potassium	pH	Potentiel hydrogène
Cl ⁻	Chlorures	T (°C)	Température (degré Celsius)

Notations employées dans cette étude :

Notations	Noms utilisés	Unités
I _{cr}	Indice de Cristallinité	%
M _{vapp}	Masse volumique apparente	kg/m ³
n	Porosité accessible à l'eau	%
C	Coefficient d'absorption capillaire	kg/m ²
AFPC-AFREM	Association française de génie civil	-
ASTM	American society for testing and materials	-

Introduction générale

Contexte de la thèse :

Au cours de ces dernière années, les ressources naturelles sont en constante diminution et le secteur de la construction y contribue fortement. Il est important de noter que ce secteur est énergivore, produit de grandes quantités de déchets et émet beaucoup de gaz à effet de serre (GES).

Quelle est la situation en matière de consommation énergétique dans notre pays ?

Les statistiques parlent d'une augmentation sans cesse croissante de la facture énergétique nationale de décennie en décennie. En effet, la consommation électrique pour l'année 2015 s'est vue augmentée de 134% par rapport à l'an 2000. Tandis que, la consommation nationale en gaz naturel a augmenté de 305% ⁽¹⁾ entre 2000 et 2015. Cet accroissement de la facture énergétique intérieure en électricité et en gaz est fortement lié d'une part, à l'industrie de la construction qui est une industrie extrêmement énergivore en électricité et d'autre part, au secteur de la construction et de l'habitat en Algérie qui représente 40% de la consommation totale nationale annuelle en énergie ⁽²⁾ et où les pertes énergétiques sont rendues importantes pour les deux raisons principales suivantes :

- La volonté de l'état à trouver des solutions à la crise de logements, l'a amené vers la politique du chiffre où des centaines de milliers de logements ont été construits en de courtes périodes sans prendre en compte le volet isolation thermique,
- L'obsolescence d'une grande partie du parc immobilier urbain national qui date de la période coloniale et qui nécessite une mise aux normes dans le cadre d'une vaste opération de réhabilitation.

Il est de plus utile de préciser que, la consommation énergétique des foyers algériens est presque dix fois plus par rapport aux normes internationales et deux fois plus que la moyenne des pays maghrébins ⁽²⁾.

⁽¹⁾ Source : ancien PDG de Sonatrach et ancien ministre des ressources en eau, Abdelmadjid Attar.

⁽²⁾ Chiffres fournis par l'Agence nationale pour la promotion et la rationalisation de l'utilisation de l'Energie (APRUE).

Quelles seraient les solutions efficaces qui contribuent réellement à améliorer les impacts négatifs de la construction sur notre environnement ?

Parmi les récentes alternatives éclairées, guidées par le développement durable et qui répondent au questionnement posé, l'utilisation récente dans les pays industrialisés de matériaux de construction bio-sourcés.

Qu'en est-il pour l'Algérie ? Profite-t-on suffisamment de l'utilisation des ressources naturelles renouvelables d'origines biologiques à faible impact environnemental, issues de l'agriculture ou du secteur forestier ?

La littérature présente plusieurs tentatives d'utilisation de par le monde, des fibres végétales, soit en tant que renfort dans les matériaux de construction afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques, soit en tant qu'isolant afin d'assurer un confort thermique dans les espaces construits.

La forte demande en matériaux de construction est-elle en faveur du développement de ce type de matériaux en Algérie ? Quels sont les produits naturels ou les sous-produits à recycler, les plus disponibles localement ? Peut-on utiliser ces produits verts dans leur état brut ou nécessitent-ils un traitement préalable avant leur utilisation ? Quelles performances mécaniques, ces matériaux peuvent-ils offrir aux produits composites avec lesquels ils sont confectionnés ? L'utilisation de ces produits, en tant que matériaux de construction, permet-elle d'améliorer les propriétés thermiques des composites obtenus afin d'augmenter l'efficacité énergétique des logements en Algérie ?

Les réponses à toutes ces questions ont fait l'objet de quelques travaux de recherche dans certains laboratoires du pays et à l'étranger. Nous nous inspirons de ces travaux pour prospecter d'autres ressources locales, dont les impacts de transformation et d'utilisation sont limités sur l'environnement et qui permettraient de les intégrer au sein des matériaux à matrice cimentaire présentant le triptyque exigé par les ingénieurs : bonne performance mécanique, faible masse volumique et isolation thermique améliorée.

Structure du mémoire :

Ce travail de recherche s'inscrit dans ce contexte et le manuscrit qui en résulte est composé de quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré à un état de l'art relatif aux différents types de fibres naturelles, leurs disponibilités dans le monde et en Algérie, leurs compositions chimiques, leurs structures, leurs propriétés, leurs avantages et inconvénients ainsi que leurs domaines d'application.

Le second chapitre met l'accent sur les principaux programmes expérimentaux effectués sur les composites renforcés par les fibres végétales, la biodégradabilité des fibres et leur compatibilité avec la matrice cimentaire, le comportement mécanique et de durabilité de ces composites.

Le troisième chapitre est dédié à l'identification et la caractérisation des différents matériaux utilisés et à la présentation des différentes techniques et essais expérimentaux employés pour la réalisation de ce travail.

Le quatrième chapitre porte principalement sur l'étude de l'influence des différents traitements chimiques appliqués aux fibres utilisées sur leurs compositions chimiques, leur cristallinité, leur morphologie ainsi que leur capacité d'absorption en eau. On y trouve aussi les résultats de l'analyse microstructurale des fibres. Ce chapitre présente également les propriétés physiques et performances mécaniques des composites renforcés avec les fibres végétales. Il montre l'influence de l'incorporation des fibres végétales sur les propriétés physiques et mécaniques des composites obtenus. Il est consacré aussi à l'étude des performances thermiques des composites renforcés aux fibres végétales.

La thèse se termine par une conclusion générale qui synthétise le travail expérimental effectué afin d'en tirer les enseignements les plus intéressants. Enfin, des perspectives de ce travail, toujours d'actualité, clôturent ce mémoire.

Chapitre 01

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES FIBRES NATURELLES

1.1. INTRODUCTION

Pourquoi utilise-t-on les fibres végétales ?

Actuellement, dans le cadre du développement durable, des efforts considérables sont réalisés par les chercheurs afin de développer des matériaux de construction qui respectent l'environnement "eco-friendly". Parmi ces matériaux écologiques, les fibres végétales provenant du secteur forestier ou agricole sont considérées aujourd'hui comme une alternative intéressante aux fibres classiques (amiante, verre, carbone et aramide). L'utilisation des fibres végétales continue d'augmenter en raison de leurs avantages : faible densité par rapport aux fibres de verre, renouvelables, faible coût, propriétés mécaniques élevées (résistance à la traction). De plus, la disponibilité des plantes à fibres dans les pays sous-développés lui permet de produire les fibres végétales avec peu de technologie et une faible quantité d'énergie grise. De plus, les fibres végétales ont une structure poreuse, ce qui conduit à une bonne isolation thermique et acoustique. D'autre part, en raison de leur flexibilité, la manipulation des fibres végétales est très facile notamment si le pourcentage de fibres mélangé à la matrice est élevé contrairement aux autres types de fibres à l'exemple des fibres en acier. Les fibres naturelles font par conséquent partie de la nouvelle génération de renforts qui respecte l'environnement et peuvent être incorporés dans diverses matrices pour en faire des matériaux écologiques, légers et à faible coût.

1.2. ORIGINES DES FIBRES NATURELLES

Les fibres naturelles sont subdivisées en fonction de leurs origines, venant de plantes (cellulosique), d'animaux (protéinique) ou de minéraux (amiante) [BLE 99]. La classification des différents types de fibres naturelles est présentée dans la figure 1.1.

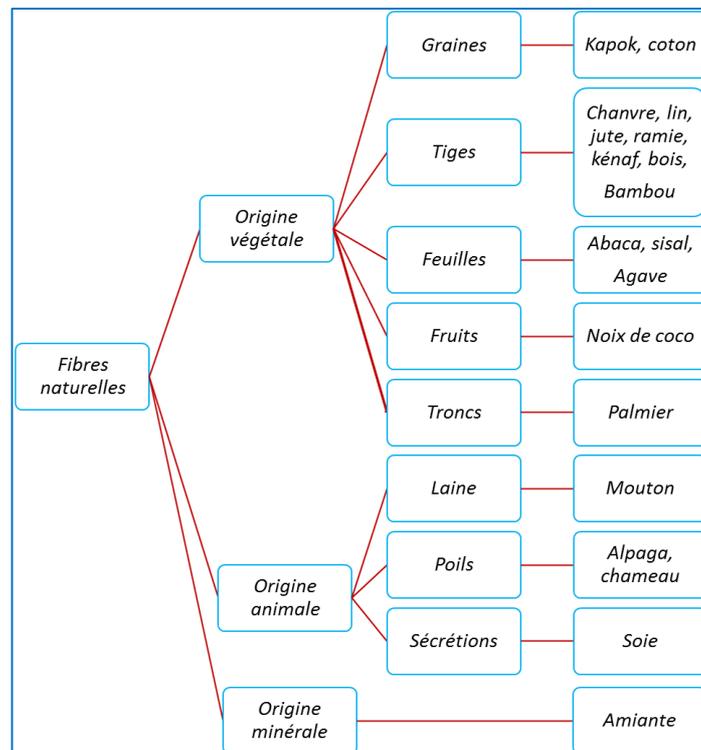


Figure 1.1: Classification des différents types de fibres naturelles [BAL 13].

1.2.1. Les fibres végétales

1.2.1.1. Définition

Les fibres végétales peuvent être considérées comme composites naturels constitués essentiellement de fibrilles de cellulose, maintenues ensemble par une matrice composée principalement de lignine et d'hémicellulose (Figure 1.2). Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle microfibrillaire [BAL 13]. Les conditions climatiques, l'âge et le processus de digestion influent non seulement sur la structure des fibres, mais aussi la composition chimique [BLE 99].

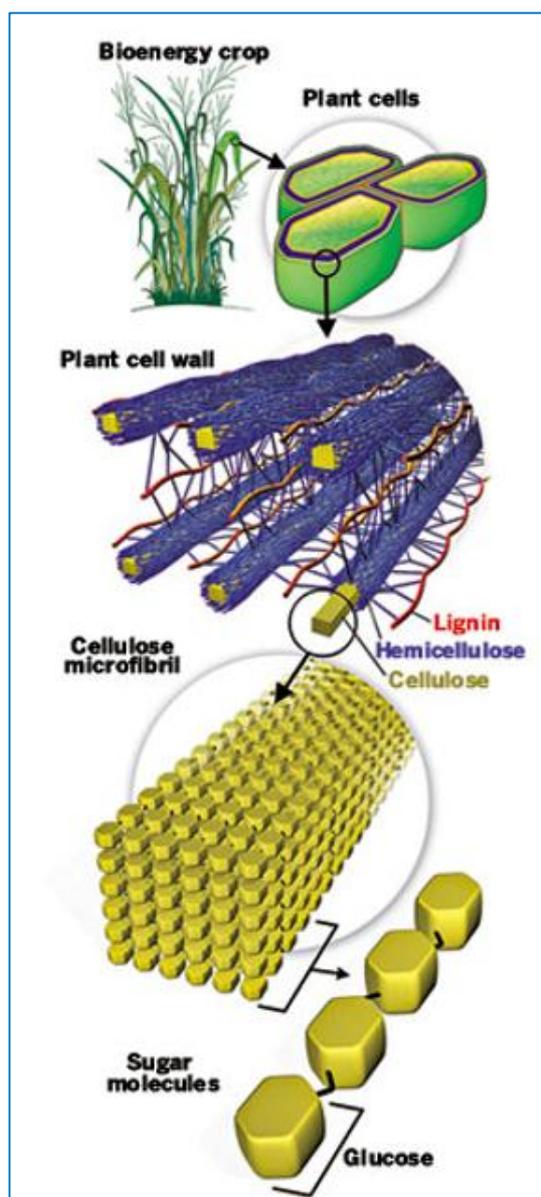


Figure 1.2 : Structure et composition d'une paroi végétale [RIT 08].

1.2.1.2. Composition chimique

Les principales composantes des fibres végétales sont la cellulose (α -cellulose), l'hémicellulose, la lignine, la pectine, et les cires [BLE 99] [JOH 08].

1.2.1.2.1. La Cellulose

La cellulose est le composant essentiel de toutes les plantes des fibres. En 1838, Anselme Payen [PAY 38] a suggéré que les parois cellulaires d'un grand nombre de plantes sont constituées de la même matière, à laquelle il donna le nom de cellulose. D'un point de vue chimique, La cellulose est un polymère naturel linéaire constitué par unités répétitives de glucoses ($C_6H_{11}O_5$) reliées entre elles par une liaison glycosidique du type β 1-4 comme indiqué sur la figure 1.3 [THI 95] [JOH 08] [BLE 99]. Les nombreux groupements hydroxyles (OH) sont responsables du comportement physico-chimique de la cellulose [THI 95]. Les microfibrilles de cellulose sont donc constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes désordonnées [JOH 08] [BLE 99]. La cellulose n'est pas hydrosoluble ; mais fortement hydrophile [SED 07].

La cellulose résiste aux fortes solutions alcalines (jusqu'à 17,5% en poids) ; mais elle est facilement hydrolysée par l'acide en sucres hydrosolubles. La cellulose est relativement résistante aux agents oxydants [JOH 08]. La cellulose est responsable de la résistance mécanique de la plante.

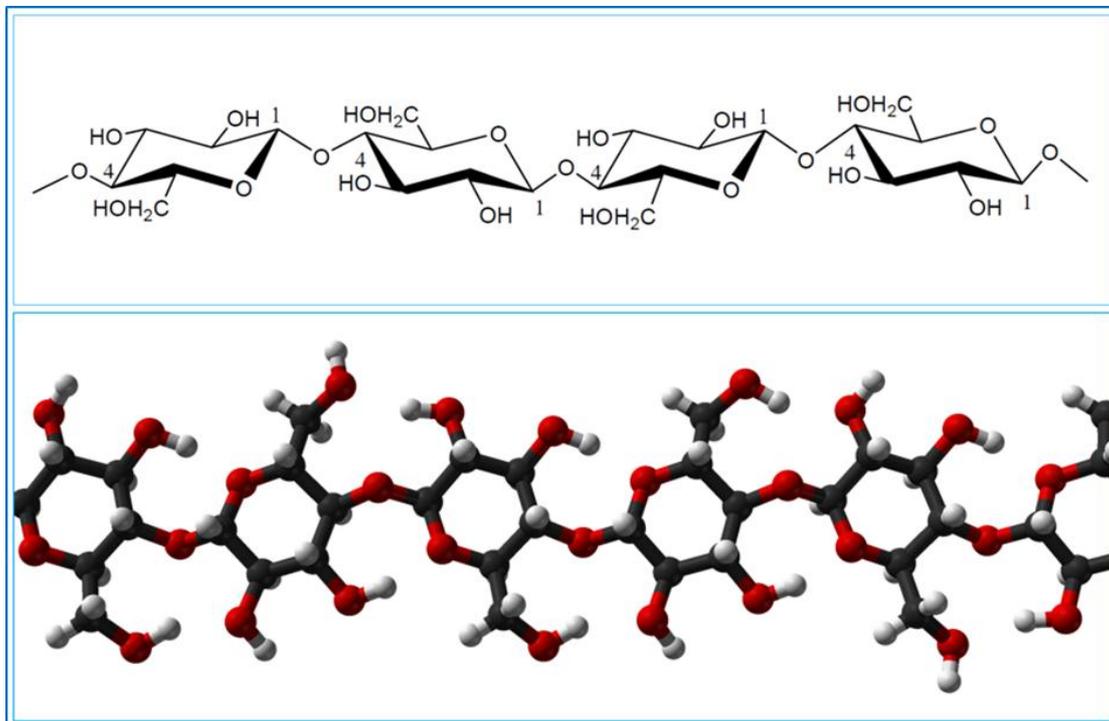


Figure 1.3 : Représentation schématique de la structure de la cellulose [SHA 13].

1.2.1.2.2. Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont par définition les polysaccharides non cellulosiques présents dans les parois cellulaires des végétaux [THI 95]. L'hémicellulose diffère de la cellulose sur trois aspects. Tout d'abord, elle est composée de sucres neutres tel que : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités (1,4- β -D-glucopyranose) (figure 1.4). Deuxièmement, elle présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non-cristalline, tandis que la cellulose est un polymère linéaire. Troisièmement, l'hémicellulose a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, alors que le degré de polymérisation de la cellulose native est 10 à 100 fois supérieur à celle de l'hémicellulose [JOH 08] [DOT 11].

L'hémicellulose forme la matrice de support des microfibrilles de cellulose. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble dans les solutions alcalines et facilement hydrolysée dans les acides [JOH 08]. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, l'absorption d'humidité et de la dégradation thermique de la fibre [SED 08].

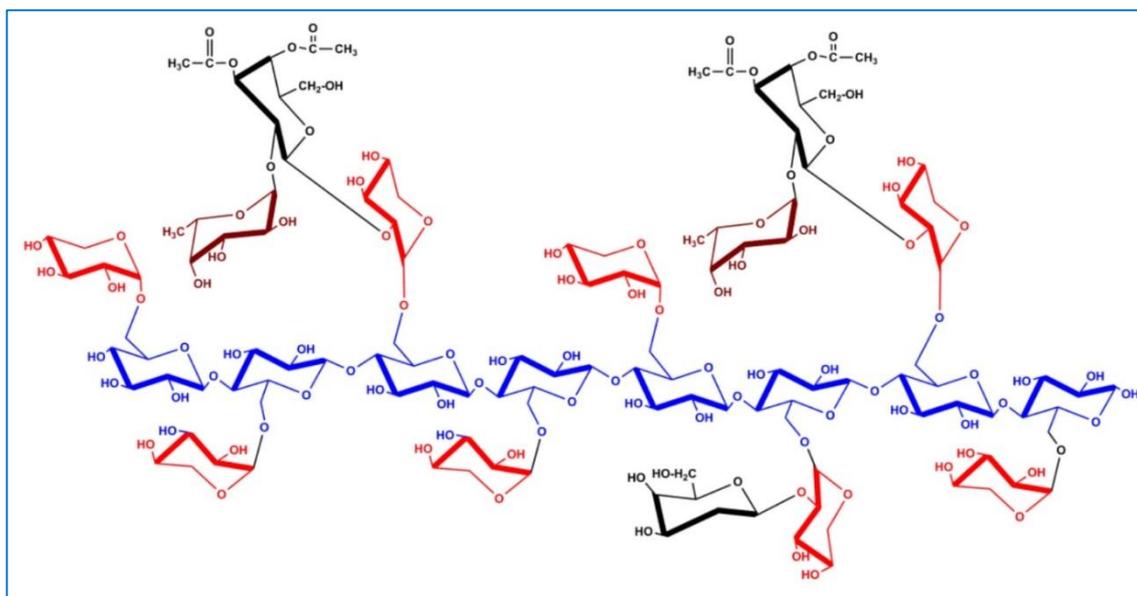


Figure 1.4 : Structure du xyloglucane ; Composante principale des hémicelluloses. Le bleu : les β -D-glucanes, le rouge : l' α -D-xylose, le noir : l' α -D-galactose et le marron : les résidus de α -L-fucose [VIL 12].

1.2.1.2.3. Lignine

La lignine est un polymère hydrocarboné complexe à constituants aliphatiques et aromatiques [JOH 08]. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type phénylpropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (Figure 1.5) [THI 95]. La lignine a une structure très hétérogène qui varie en fonction des différentes espèces végétales [RAG 10]. La lignine est non hydrolysée par des acides ; mais soluble dans une solution alcaline chaude. La lignine est totalement amorphe et de nature hydrophobe. C'est le composé qui donne la rigidité aux plantes [JOH 08]. La lignine est thermiquement stable ; mais elle est responsable de la dégradation de la fibre par les ultraviolets (UV) [SED 08].

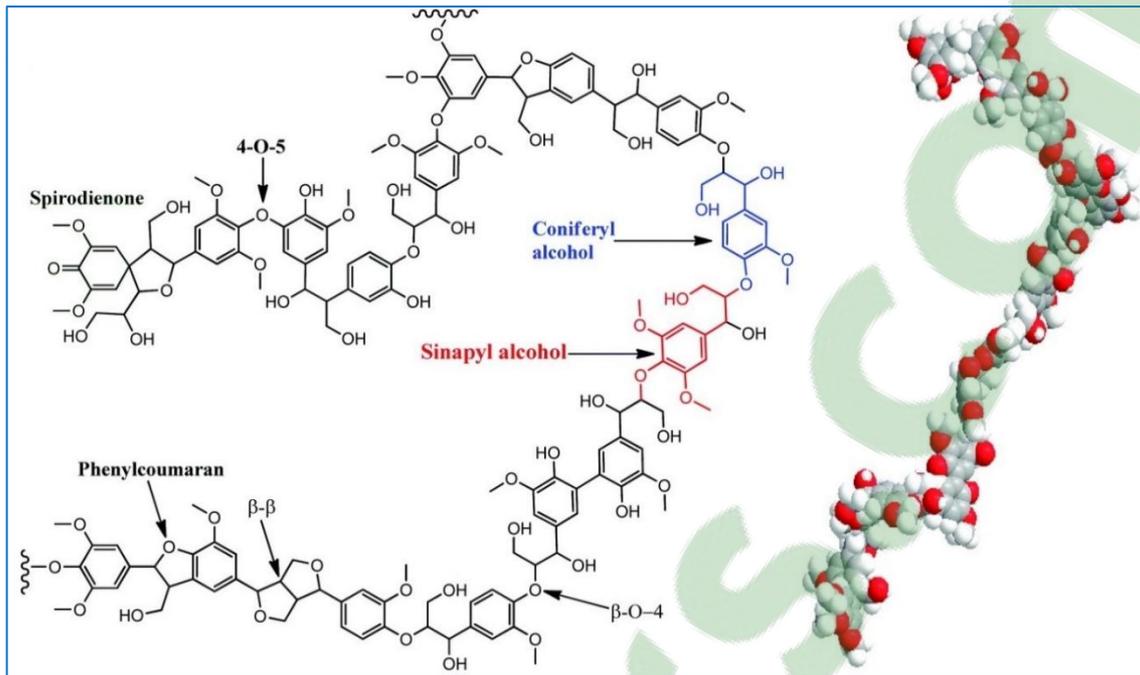


Figure 1.5 : Représentation de la structure de la lignine et modèle moléculaire de la lignine dérivée du bois [LIU 15].

1.2.1.2.4. Pectine

La pectine est un polymère de polysaccharides acide qui se compose essentiellement par un enchainement d'acide uronique lié en 1-4 (figure 1.6). Les molécules de pectine possèdent des fonctions carboxyles qui les dotent d'une capacité à échanger des ions [SED 07]. La pectine donne aux plantes leur flexibilité [JOH 08]. Elle est comme la lignine thermiquement stable ; mais elle est aussi responsable de la dégradation de la fibre par les UV [SED 08].

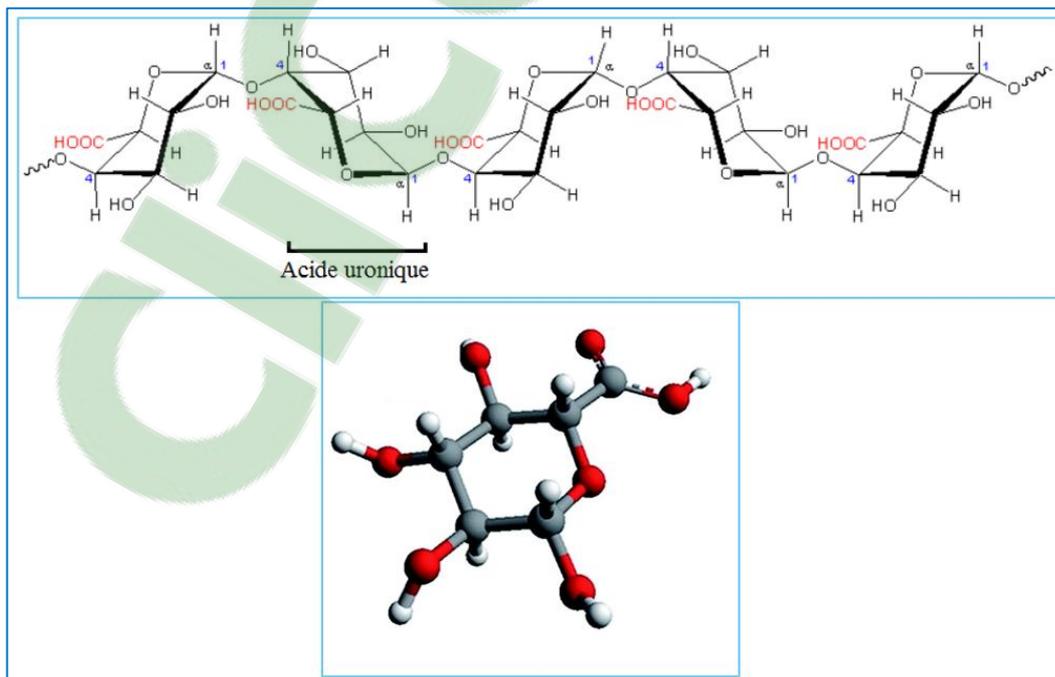


Figure 1.6 : Structure de la chaîne principale d'une molécule de pectine [SED 07] [JAY 14].

1.2.1.2.5. Cires

Les cires sont des composantes des fibres végétales qui peuvent être extraites avec des solutions organiques. Elles sont constituées de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides comme l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique (figure 1.7) [BLE 99] [JOH 08].

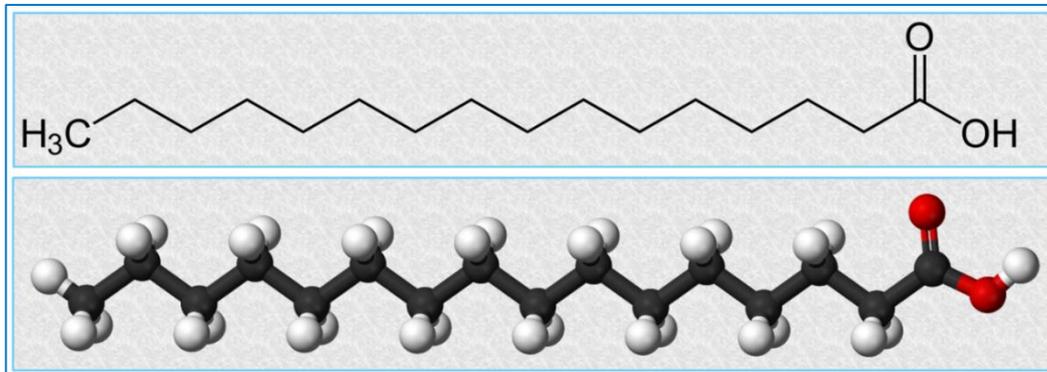


Figure 1.7 : Structure et modèle moléculaire de l'acide palmitique [MAN 15] [UZC 15].

1.2.1.3. Structure d'une fibre végétale

Dans une plante, les fibres sont généralement assemblées sous forme de faisceau, d'où leurs formes polygonales [BAL 13]. A l'échelle microscopique, chaque fibre végétale se compose de deux parois : une paroi cellulaire primaire et une paroi secondaire, elle-même constituée de trois couches repérées S1, S2 et S3 (figure 1.8). La cavité centrale ouverte au centre est le lumen [BAL 13] [BLE 99] [JOH 08]. Ces parois cellulaires se différencient par leur composition (rapport entre la cellulose et de la lignine / hémicellulose) et par l'orientation (angle d'hélice ou angle microfibrillaire (θ)) des microfibrilles de cellulose [BLE 99].

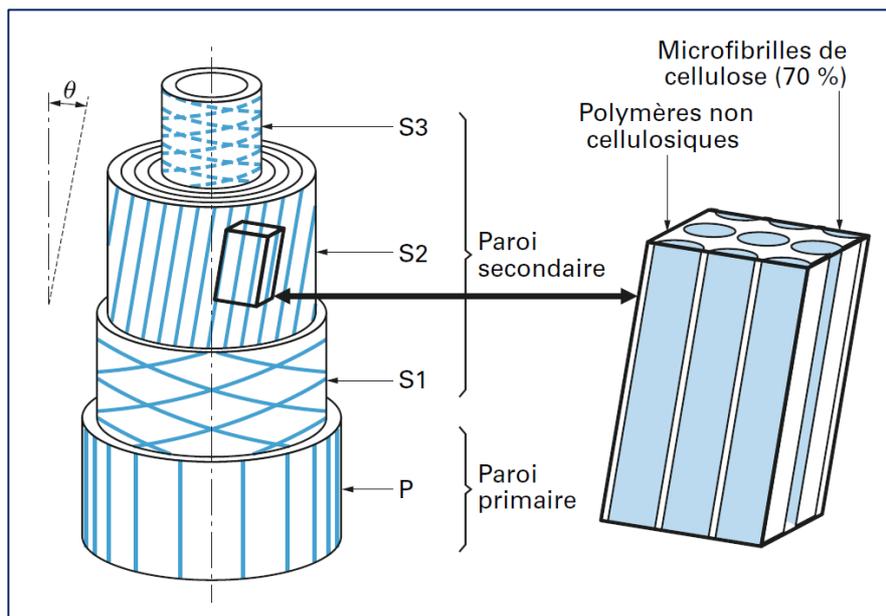


Figure 1.8 : Description schématique de la structure d'une fibre végétale et arrangement des microfibrilles autour du lumen (chanvre et lin) [BAL 13].

1.2.1.4. Propriétés chimiques, physiques et mécaniques des fibres végétales

Les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées par la composition chimique et physique telle que la structure des fibres, teneur en cellulose, l'angle microfibrillaire, la section et le degré de polymérisation. De plus, la résistance et la rigidité des fibres augmentent avec l'augmentation de la teneur en cellulose et avec la diminution de l'angle microfibrillaire. Par exemple, les fibres naturelles ayant une teneur élevée en cellulose et un faible angle microfibrillaire ont montré des résistances à la traction plus élevées que celle ayant une faible teneur en cellulose et un grand angle spiral (figures 1.9 et 1.10). Par contre, les fibres végétales à grand angle microfibrillaire sont plus allongeable que les fibres à faible angle micro-fibrillaire [BLE 99] [MAG 10]. Dans une autre étude, John et Thomas en Inde [JOH 08] ont constaté que si les microfibrilles ont une orientation spirale vers l'axe de la fibre, les fibres végétales sont plus ductiles. Tandis que si les microfibrilles sont orientées parallèlement à l'axe de la fibre, les fibres végétales seront rigides et présentent une résistance à la traction élevée.

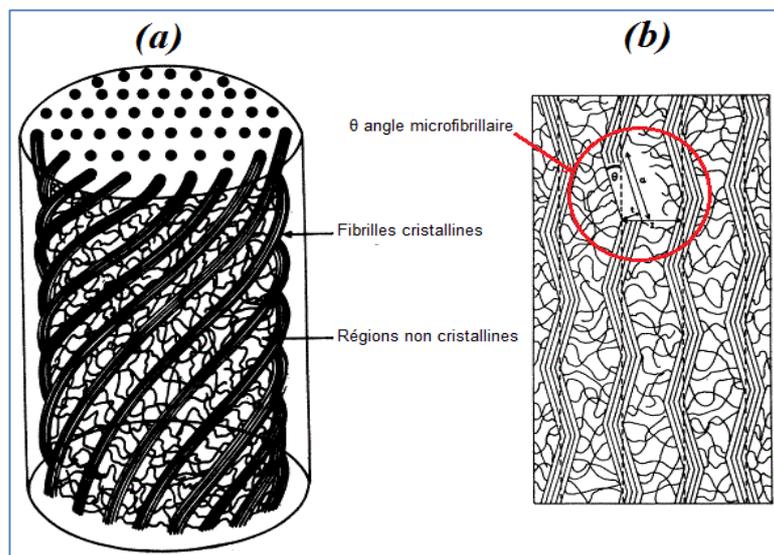


Figure 1.9 : Modèle descriptif de la rigidité de la fibre végétale (a) couches S2 dans une vue en 3D, (b) couches S2 projeté dans une vue 2D [BLE 99].

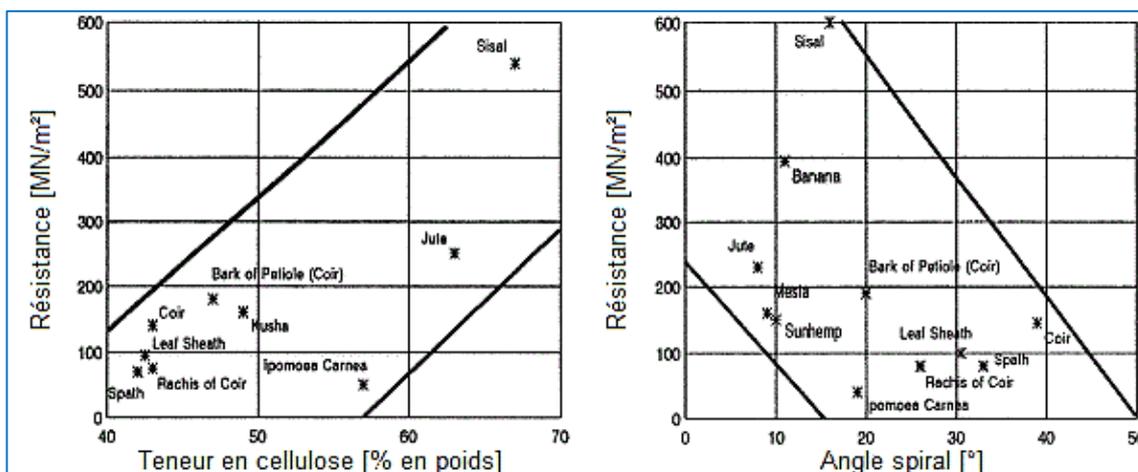


Figure 1.10 : Variation de la résistance des fibres végétales en fonction de la teneur en cellulose et l'angle spiral [BLE 99].

Les propriétés chimiques, physiques et mécaniques des fibres végétales sont consignées dans les tableaux 1.1 et 1.2.

Tableau 1.1 : Compositions chimiques de différentes fibres naturelles [DIT 12].

Type de fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Cires (%)	Angle microfibrillaire (°)
Abaca	56–63	20–25	7–13	1	3	–
Alfa	45.4	38.5	14.9	–	2	–
Bagasse	32–55.2	16.8	19–25.3	–	–	–
Bambou	26–65	30	5–31	–	–	–
Banane	63–67.6	10–19	5	–	–	–
Coir	32–43.8	0.15–20	40–45	3–4	–	30–49
Coton	82.7–90	5.7	< 2	0–1	0.6	–
Ananas	70.7–73.6	9.9	7.5–11.1	–	–	–
Lin	62–72	18.6–20.6	2–5	2.3	1.5–1.7	5–10
Chanvre	68–74.4	15–22.4	3.7–10	0.9	0.8	2–6.2
Agave	60–77.6	4–28	8–13.1	–	0.5	–
Isora	74	–	23	–	1.09	–
Jute	59–71.5	13.6–20.4	11.8–13	0.2–0.4	0.5	8.0
KénaF	31–72	20.3–21.5	8–19	3–5	–	–
Ortie	86	10	–	–	4	–
Palmier à huile	60–65	–	11–29	–	–	42–46
Ramie	68.6–85	13–16.7	0.5–0.7	1.9	0.3	7.5
Sisal	60–78	10.0–14.2	8.0–14	10.0	2.0	10–22

Tableau 1.2 : Propriétés mécaniques de différentes fibres naturelles [DIT 12].

Type de fibre	Densité (g/cm ³)	Longueur (mm)	Résistance à la traction (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Allongement (%)
Abaca	1.5	–	400–980	6.2–20	1.0–10
Alfa	0.89	–	35	22	5.8
Bagasse	1.25	10–300	222–290	17–27.1	1.1
Bambou	0.6–1.1	1.5–4	140–800	11–32	2.5–3.7
Banane	1.35	300–900	500	12	1.5–9
Coir	1.15–1.46	20–150	95–230	2.8–6	15–51.4
Coton	1.5–1.6	10–60	287–800	5.5–12.6	3–10
Ananas	1.4	35	87–1150	11.8–96	1.3–4.9
Lin	1.4–1.5	5–900	343–2000	27.6–103	1.2–3.3
Chanvre	1.4–1.5	5–55	270–900	23.5–90	1–3.5
Agave	1.2	–	430–570	10.1–16.3	3.7–5.9
Isora	1.2–1.3	–	500–600	–	5–6
Jute	1.3–1.49	1.5–120	320–800	8–78	1–1.8
KénaF	1.4	–	223–930	14.5–53	1.5–2.7
Ortie	–	–	650	38	1.7
Palmier à huile	0.7–1.55	–	80–248	0.5–3.2	17–25
Ramie	1.0–1.55	900–1200	400–1000	24.5–128	1.2–4.0
Sisal	1.33–1.5	900	363–700	9.0–38	2.0–7.0

On constate que les propriétés mécaniques des fibres dépendent fortement de leurs compositions chimiques. De plus, chaque fibre présente une composition chimique et des propriétés physiques et mécaniques différentes des autres, c'est pour cela que le comportement de chaque fibre végétale intégrée à une matrice en tant que renfort est spécifique.

1.2.1.5. Présentation de différentes fibres végétales

En raison de leur disponibilité partout, les fibres végétales remplacent de plus en plus les fibres synthétiques dans les matériaux composites pour les applications industrielles. Parmi les nombreuses fibres végétales, on cite dans ce qui suit, un exemple de chaque type de fibre de diverses provenances : tiges, feuilles, fruits et troncs.

1.2.1.5.1. Le Chanvre

Le chanvre (*Cannabis Sativa L.*) est une plante annuelle originaire d'Asie centrale, elle est cultivée dans les pays à climat tempéré [SED 07]. Cette plante pousse sans avoir besoin de pesticides, de fongicides ou tout autre produit chimique. Elle est donc écologique, antibactérienne et anti-moisissure.

Le chanvre dont la hauteur de la plante va jusqu'à 3 m, est cultivé depuis des milliers d'années pour ces vastes applications : ses tiges (pour en extraire des fibres), ses graines nutritives (pour la production de la nourriture et de l'huile) et ses feuilles (produits pharmaceutiques). La Chine est le premier producteur mondial du chanvre avec une production qui dépasse les 50% [SHA 12]. La fibre est extraite à partir de la partie extérieure de la tige après le rouissage (figure 1.11). Le rouissage est la dissociation des parties fibreuses de la plante en éliminant la pectose qui soude les fibres (filasse) à la partie ligneuse sous l'action combinée du soleil, l'action enzymatique des microorganismes du sol et de la pluie. Elle est utilisée pour des applications telles que : papeterie, renfort, textile et isolation.



Figure 1.11 : Plante de chanvre et différents types de fibres du chanvre [CHA 13] [MUN 05] [CLA 06].

1.2.1.5.2. Le Lin

Le lin (*Linum usitatissimum*) est une plante annuelle, cultivée dans les climats tempérés et humides. Cette plante pousse jusqu'à une hauteur de 60 cm, avec des tiges minces et très fibreuses, des feuilles lancéolées ayant trois veines, jusqu'à 4 cm de long et 4 mm de large et ses fleurs bleu vif atteignent jusqu'à 3 cm de diamètre (figure 1.12). Les capsules de fruits contiennent une graine connue sous le nom de graine de lin [RUB 10].

Cette plante est utilisée depuis des siècles par l'homme et les premières traces de son utilisation a été trouvée dans la grotte de Dzudzuana située en Géorgie depuis plus de 30.000 ans [CHA 15]. La fibre de cette plante elle aussi a été utilisée dans l'Égypte antique depuis l'époque des pharaons pour produire le tissu linier, tissu utilisé dans l'embaumement des momies. Comme les autres fibres, cette plante a de multiples applications dans le secteur alimentaire, médical, textile, papeterie et la construction. Le leader mondial de la production du lin est le Canada avec une production annuelle en 2013-2014 de 614.000 tonnes métrique, qui représente environ 80% du commerce mondial des graines du lin [BER 14]. Les fibres sont extraites à partir de la tige.



Figure 1.12 : Le lin et la fibre de lin [BRA 14] [MOR 10] [TOM 16].

1.2.1.5.3. Le sisal

Le sisal (*Agave sisalana*) est une plante de la famille des agavaceae, originaire de la ville de Sisal située dans de la péninsule du Yucatán au sud-est du Mexique [GEO 09]. Cette plante résistante pousse toute l'année dans les climats chauds des régions arides (figure 1.13). En général, le Brésil, l'Indonésie et les pays africains de l'Est (la Tanzanie et le Kenya) sont les principaux producteurs mondiaux de fibres de sisal [HEJ 12]. Le premier producteur mondial du sisal est le Brésil avec une production annuelle de 120.000 tonnes, avec des rendements d'environ 800 à 1200 kg / ha. Cette production représente 58% de la production mondiale [MES 16]. Les fibres de sisal sont extraites à partir des feuilles de cette plante après broyage par les roues d'une décortiqueuse, les fibres varient en taille, entre 6-10 cm de largeur et 50-250 cm de longueur [HEJ 12].



Figure 1.13 : Processus principales de production des fibres de sisal [NER 16] [BEL 13].

1.2.1.5.4. La noix de coco

Les Fibres de noix de coco sont des fibres végétales qui entourent et protègent le fruit du cocotier. Le cocotier pousse dans les zones extrêmement ensoleillée et humide. Les fibres sont extraites de la coque extérieure de la noix de coco, obtenues à partir des cocotiers (*Cocos nucifera*) (figure 1.14). Elle s'utilise aujourd'hui principalement pour la fabrication artisanale du cordage, géotextiles, matelas, pour les garnitures d'automobiles et dans les matériaux pour le bâtiment. Il existe deux types de fibres de noix de coco : des fibres de noix de coco brunes extraites des échus et des fibres blanches extraites de noix de coco immatures. Les fibres brunes sont épaisses, fortes et présentent une résistance élevée à l'abrasion ; tandis que les fibres blanches sont plus lisses et plus fines, mais aussi plus faibles [ALI 12]. L'Indonésie, les Philippines, l'Inde, le Brésil et Sri Lanka sont les principaux producteurs mondiaux des fibres de noix de coco.



Figure 1.14 : Le cocotier et les fibres de noix de coco [BRA 06] [EBR 17] [WAN 17].

1.2.1.5.5. *Palmier dattier*

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) est l'un des palmiers les plus cultivés pour ses fruits dans les régions arides et semi-arides du monde [KRI 05] [AGO 11]. Selon les naturalistes, ce palmier est d'origine de la région du Golfe arabe. Il a toujours joué un rôle important dans la vie économique et sociale des habitants des régions désertiques chaudes de l'Inde jusqu'au Sahara occidental et aussi dans la région aride du sud des États-Unis (Californie et Arizona). Le palmier dattier peut atteindre un âge qui dépasse le siècle [AGO 11]. L'Algérie dispose de plus de 10 millions de palmiers-dattiers dont plus de la moitié est du cultivar 'Deglet Noor' et le reste produit plus de 800 variétés de dattes dans les oasis du sud [AGO 11]. Il est intéressant de noter qu'il existe des palmiers mâles appelés dokkars et des palmiers femelles. Le palmier dattier a une structure fibreuse, présentant quatre types de fibres : les fibres de bois dans le tronc, les fibres de feuille au niveau des pédoncules, les fibres de surface autour du tronc et les fibres de tige dans la tige (figure 1.15) [KRI 06].



Figure 1.15 : Palmier dattier et les fibres de tige et du tronc de palmier.

1.2.1.6. Evaluation de la disponibilité des fibres végétales

1.2.1.6.1. Disponibilité des fibres végétales à l'échelle mondiale

Ces dernières années, une attention croissante a été accordée à l'utilisation des ressources renouvelables de faible coût, particulièrement d'origine végétale dans les applications composites au sein des pays industrialisés.

L'Inde, la Chine et le Brésil sont les plus grands pays producteurs de fibres dans le monde comme le montre la figure 1.16.

1.2.1.6.2. Disponibilité des fibres végétales en Algérie

L'Algérie est un pays Maghrébin ayant une flore très riche dans les régions montagneuses, les hauts Plateaux et sahariennes : liège, alfa, Diss, Doum, palmier dattier, Pin, Cotton, Lin, etc. L'Algérie avec une production annuelle de liège d'environ 6000 tonnes ; elle est le sixième producteur de liège au monde. De plus, l'alfa occupe environ 4 millions d'hectares en Algérie [DAL 12]. Il est intéressant aussi de noter que l'Algérie possède 10 millions de palmiers-dattiers [KRI 05].

D'autre part, l'Algérie a aussi des dizaines de milliers d'hectares très riches d'autres types de fibres tels que le Diss et le Doum. La production de crin végétal à base de fibres de Doum avait débuté au début des années 1900 en Algérie par la colonisation française. L'Algérie a une grande richesse en fibres végétales ; mais malheureusement elle reste presque inexploitée.

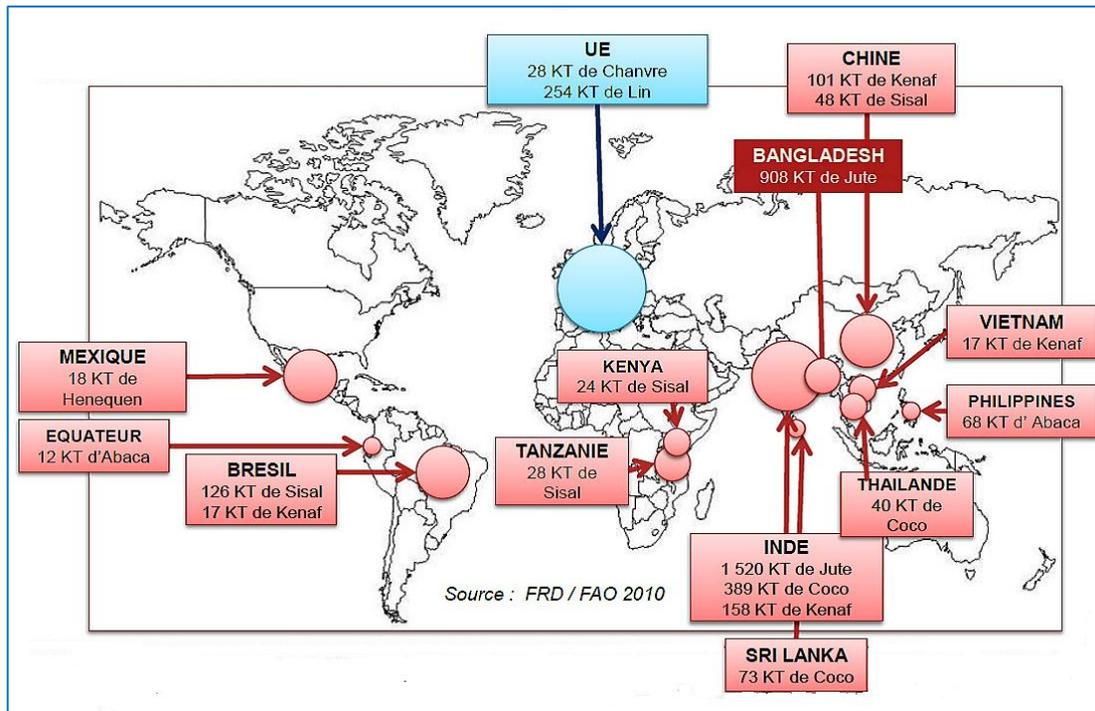


Figure 1.16 : Gisement mondial de fibres végétales hors coton et bois (2001-2008) [CHA 15].

1.2.1.7. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres naturelles ce sont des biocomposites agrosourcés qui présentent comme tous les matériaux composites de notre planète des avantages qui favorisent leur utilisation dans plusieurs domaines d'application (Civil et Militaire). Ces matériaux verts montrent aussi des inconvénients qui limitent leur utilisation si aucune amélioration n'a été appliquée sur la fibre brute. Le tableau 1.3 indique les principaux avantages et les inconvénients des fibres végétales.

Tableau 1.3 : Comparaison entre les avantages et les inconvénients des fibres végétales.

Avantages	Inconvénients
Ressource renouvelable et biodégradable.	Variabilité importante et défauts.
Pas d'émission de CO ₂ , en plus elle absorbe le CO ₂ émis par les activités quotidiennes.	Faible durabilité à long terme.
Moins abrasive.	Compatibilité entre la fibre et la matrice.
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité).	Faibles tenue à la température.
Bon régulateur de l'humidité interne dans le bâtiment.	Fort absorption de l'humidité.

Production : peu de technologie, ni d'énergie.	Variations dimensionnelles (gonflement /rétractabilité).
Non-toxiques : Pas d'allergie ou d'irritation cutanée lors de la manipulation.	Nécessite la gestion des stocks, surtout pour des applications industrielles.
Peu coûteux.	Forte capacité d'absorption d'eau : Le coefficient d'absorption de la fibre de Banane, Chanvre, Sisal, Palmier dattier, Lin et Noix de coco est respectivement d'environ 407, 158,149, 140,136, et 120%, [MAG 10] [PAC 11].
Faible densité (légère).	
Disponible.	
Très bonne capacité d'isolation thermique et acoustique.	

1.3. Conclusion

Les fibres végétales ont une structure complexe et une composition chimique variable qui est fortement influencée par différents facteurs tels que : les conditions climatiques, l'âge de la plante et la nature de sol ; ce qui les rend difficile à étudier. En revanche, les fibres présentent plusieurs avantages prometteurs pour l'utilisation dans des applications composites. De plus, la structure creuse et poreuse des fibres, leur offre de bonnes propriétés isolantes thermiques et acoustiques. En outre, la forte capacité d'absorption d'eau et la dégradation de certaines composantes chimiques des fibres comme l'hémicellulose et la lignine dans des milieux alcalins, limite leur utilisation en tant que renfort.

Notons que la cellulose, la lignine et la pectine sont les composantes chimiques qui sont respectivement responsables de la résistance, la rigidité et la flexibilité des plantes. De plus, les végétaux contenant l'hémicellulose et la lignine doivent impérativement être traités par des solutions alcalines en vue de les en extraire.

De plus, la résistance à la traction de la fibre est fortement dépendante de son pourcentage total en cellulose, alors que l'allongement à la rupture de la fibre est lié à l'angle microfibrillaire. De même, l'orientation de l'angle microfibrillaire détermine la ductilité ou la rigidité de la fibre.

La disponibilité des fibres végétales dans le monde entier contribue à l'augmentation de leur utilisation.

Chapitre 02

ETAT DE L'ART SUR L'UTILISATION DES FIBRES VEGETALES EN TANT QUE RENFORT DANS LES MATERIAUX COMPOSITES

2.1. INTRODUCTION

On a montré dans le chapitre précédent qu'il y'a aujourd'hui dans le monde, une forte utilisation des matériaux composites dans des applications quotidiennes en raison des avantages qu'ils offrent : légèreté, résistance mécanique supérieure notamment à la fatigue et une bonne tenue aux températures élevées. Un matériau composite est tout matériau constitué d'un liant appelé matrice et d'un renfort de fibres dont l'ensemble montre des performances mécaniques plus élevé que celles de chacun de ses composants seules.

De même, la matrice a pour rôle d'assurer la cohésion de l'ensemble et protéger le renfort conduisant à une meilleure transmission des contraintes vers le renfort. Les matrices sont de différents types en fonction de la nature : métallique, minérale, organique et céramique. Concernant le renfort en fibres, le but est d'améliorer les performances du composite, notamment celles mécaniques. Généralement les fibres utilisées pour le renforcement du composite peuvent être d'origine synthétique (matière plastique), naturelle minérale (amiante) ou végétale (cellulosique). On peut les classer en fonction de leur résistance mécanique, leur morphologie (fibres courtes ou longues, particules, assemblage tridimensionnel, tressage, tissage multiaxial, etc.). Aujourd'hui, l'utilisation des fibres naturelles en tant que renfort dans les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables pour la substitution des fibres d'amiante (cancérigène) et les fibres de verre est en expansion dans les pays industriels notamment dans l'industrie de l'automobile pour la production des pièces de rechange, accessoires et garniture auto.

Le renforcement des matériaux de construction avec des fibres naturelles est une technique connue depuis bien longtemps. Dans La Civilisation de l'Égypte pharaonique, pendant des siècles, les mélanges de paille et d'argile, séchées au soleil, ont été utilisé comme matériaux composites de construction. Mais l'utilisation de ces fibres naturelle en tant que renfort dans matériaux cimentaires est très récent. Il est apparu dans ces dernières années, pour le remplacement de la fibre d'amiante dans l'industrie fibre ciment. Il intéressant de noté que le principal but d'utilisation des fibres naturelle en tant que renfort dans les composites à matrice cimentaire est d'améliorer leur résistance mécanique en flexion, la résistance à la fracture, leur le comportement post-fissuration conduisant à une bonne ductilité des matériaux produits. De plus, l'introduction des fibres végétales dans un matériau de construction améliore ces caractéristiques d'isolation thermiques et acoustiques. Les figures 2.1 à 2.5 montrent les différentes applications des fibres végétales.

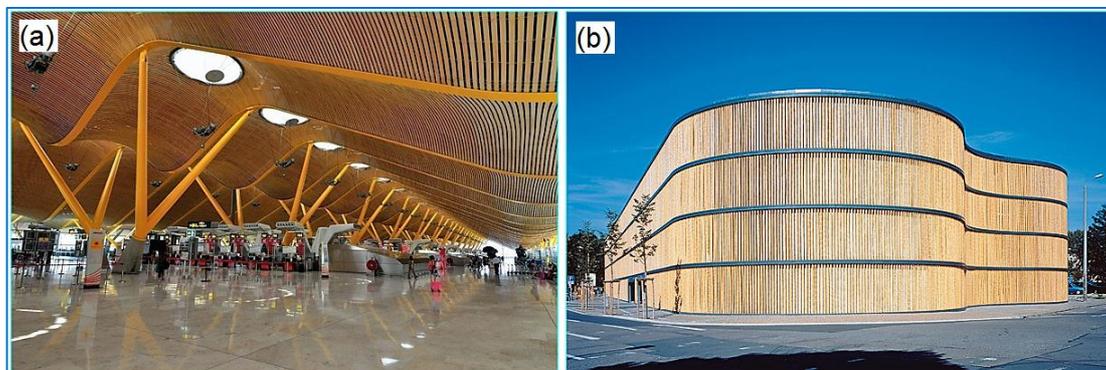


Figure 2.1 : Conception et applications innovantes des biocomposites en fibres de bambou dans : (a) l'aéroport Adolfo-Suárez de Madrid-Barajas et (b) Parking garage (Zoo de Leipzig, Allemagne) [SUH 13].

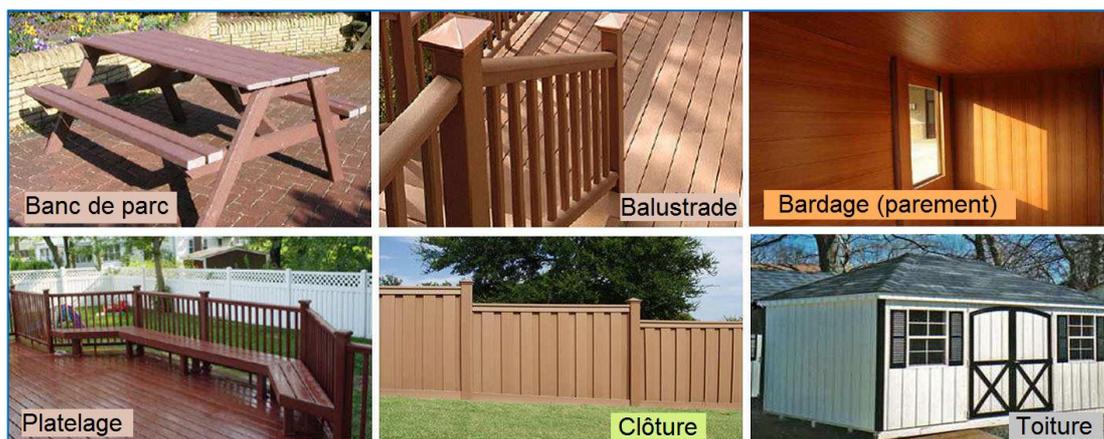


Figure 2.2 : Applications de plastiques renforcés de fibres naturelles dans les produits de construction [FAR 12].



Figure 2.3 : Composites thermoplastiques renforcés avec les fibres de bambou [SUH 13].



Figure 2.4 : Quelques applications de fibres naturelles dans le domaine de l'automobile [Tel 15].

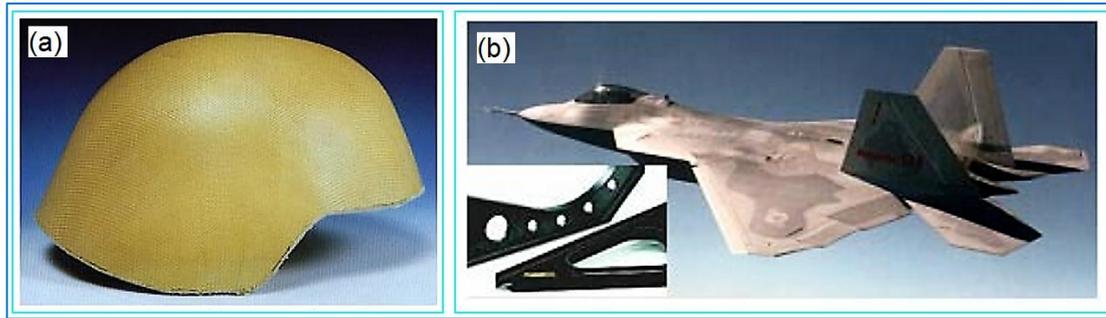


Figure 2.5 : Application des composites à fibres naturelles dans le secteur militaire :
 (a) Casque militaire léger à base de composite renforcé avec des fibres naturelles et
 (b) pièces structurelles de l'avion de chasse de Lockheed Martin 'F-22 Raptor' fabriqué avec
 des composites renforcés avec des fibres naturelles [VAN 01].

2.2. PROPRIETES DES COMPOSITES A MATRICE MINERALE RENFORCES PAR DES FIBRES VEGETALES

2.2.1. Influence de l'ajout des fibres sur les propriétés physiques et mécaniques des composites

L'étude de l'effet des fibres végétales sur les propriétés physiques et le comportement mécanique des composites à base d'une matrice cimentaire renforcée a été l'objectif de nombreux travaux de recherche récents. On cite parmi eux, les travaux de :

Raut et al. [RAU 16] ont étudié les effets de l'incorporation des fibres de palmier à huile comme renfort dans la matrice à base de ciment et de cendres volantes issues de la calcination du palmier à huile (comme matériau pouzzolanique) sur la propriété physique des mortiers produits. Ils ont été renforcés avec des fibres ayant trois teneurs en fibres traités : 0.5, 1.0, 1.5% en poids du liant et une longueur de la fibre de 25 mm. Les résultats obtenus montrent que l'ajout de 1,5% de fibre a entraîné une diminution de leur masse volumique d'environ 24 % et une augmentation de leur porosité de 63% comparativement à celle du mortier témoin (figure 2.6). Ce comportement est attribué par l'auteur à la structure poreuse de la fibre végétale et à l'augmentation de la porosité dans les mortiers produits due à l'ajout des fibres végétales.

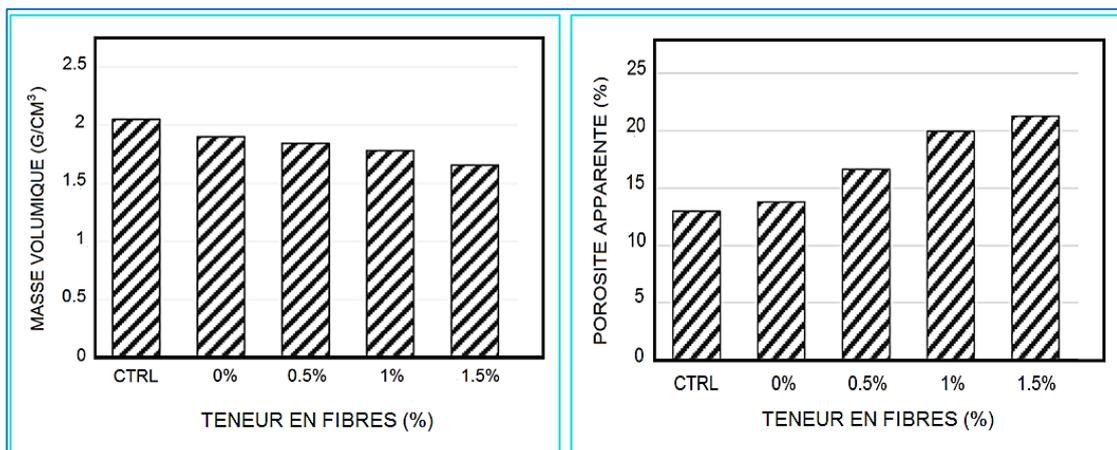


Figure 2.6 : L'effet de la teneur en fibres du palmier à huile sur les propriétés physiques des composites.

Ils observent en revanche (figure 2.7), une diminution de la résistance à la compression avec l'augmentation de la teneur en fibres. A titre d'exemple la diminution de la résistance pour les composites renforcés avec 1.5% de fibres, a atteint 37% par rapport au mortier témoin. Concernant la résistance à la flexion, les résultats indiquent une augmentation optimale évaluée à 11% de plus que le mortier témoin pour un pourcentage de fibres de 1%.

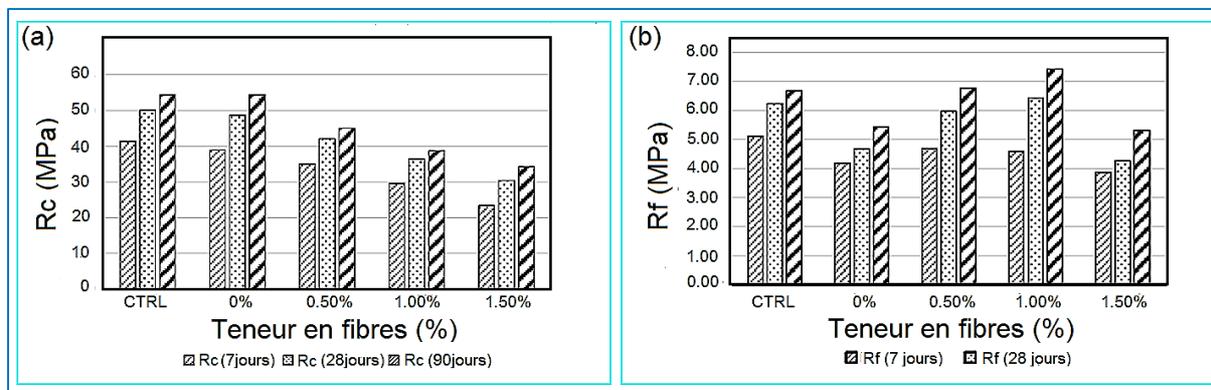


Figure 2.7 : L'effet de la teneur en fibres de palmier sur : (a) la résistance à la compression (Rc) et (b) la résistance à la flexion des mortiers renforcés.

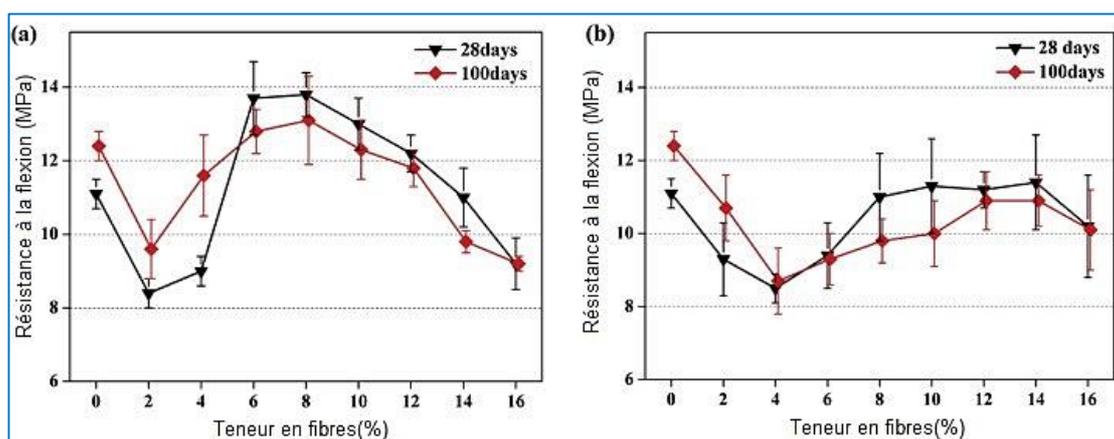
Dans une autre étude Xie et al. [XIE 15] ont examiné l'influence de l'incorporation des fibres cellulosiques issues de la paille de riz et de bambou, sur la propriété physique des pâtes cimentaires produites. Les fibres sont incorporées aux composites à des teneurs allant de 2 à 16% avec un pas de 2% en poids de ciment et une longueur moyenne de 0.9 mm pour les fibres de riz et 2.5 mm pour les fibres de bambou.

A partir des résultats consignés sur le tableau 2.1, on note que l'addition de 16% de fibre de paille de riz, diminue d'une part la masse volumique de 37% et augmente d'autre part, l'absorption d'eau et la porosité, respectivement, d'environ 139% et 53% comparativement à celle de la pâte de ciment témoin. Concernant les composites renforcées avec 16% de fibres de bambou, la diminution de la masse volumique est de 35% et l'augmentation de leur absorption d'eau et la porosité, respectivement, est d'environ 102% et 36% par rapport à celle de la pâte de ciment témoin.

Les essais mécaniques sur les mortiers témoin et fibrés indiquent une performance optimale pour une fraction massique de 8% pour les fibres de riz et 10% pour les fibres de bambou, avec une augmentation de la résistance à la flexion à 28 jours des composites renforcés respectivement avec les fibres de riz et de bambou d'environ 124% et 103% par rapport au mortier témoin (figure 2.8). Aussi, la ténacité augmente avec l'augmentation du dosage en fibres de riz et de bambou. Pour les composites préparées avec une teneur de 16% en fibres de riz ou de bambou respectivement, la ténacité à 28 jours était de 37 et 45 fois plus élevées que celles du mortier de contrôle.

Tableau 2.1 : Propriétés physiques des composites renforcés de fibres végétales à 28 jours.

Teneur en fibres (%)	Densité apparente (g /cm ³)		Absorption d'eau (%)		Porosité apparente (%)	
	Fibres de riz	Fibres de bambou	Fibres de riz	Fibres de bambou	Fibres de riz	Fibres de bambou
0	2,01 ± 0,04	2,01 ± 0,04	13,6 ± 1,2	13,6 ± 1,2	26,8 ± 1,7	26,8 ± 1,7
2	1,75 ± 0,01	1,76 ± 0,01	16,9 ± 0,3	17,8 ± 0,3	29,6 ± 0,4	31,5 ± 0,4
4	1,70 ± 0,01	1,71 ± 0,01	18,5 ± 0,4	18,4 ± 0,5	31,4 ± 0,4	31,4 ± 1,0
6	1,56 ± 0,02	1,59 ± 0,02	20,8 ± 0,9	20,3 ± 0,8	32,4 ± 1,7	31,8 ± 1,8
8	1,49 ± 0,03	1,50 ± 0,04	22,7 ± 0,6	21,1 ± 0,9	34,0 ± 0,3	32,2 ± 0,9
10	1,39 ± 0,03	1,40 ± 0,04	27,1 ± 1,5	24,5 ± 1,2	37,4 ± 2,0	34,8 ± 1,0
12	1,38 ± 0,04	1,36 ± 0,04	28,8 ± 1,8	26,3 ± 1,4	37,9 ± 2,1	35,7 ± 1,2
14	1,31 ± 0,01	1,31 ± 0,04	28,9 ± 1,8	26,7 ± 3,8	39,7 ± 1,5	35,9 ± 1,8
16	1,26 ± 0,01	1,30 ± 0,05	32,6 ± 1,9	27,5 ± 2,8	41,1 ± 2,0	36,6 ± 2,3

**Figure 2.8** : Résistances à la flexion en fonction de la teneur en fibres pour les composites renforcés avec : (a) fibres de riz et (b) fibres de bambou à 28 et 100 jours.

Dawood et al. [DAW10] ont examiné l'influence de l'ajout des fibres de palmier à huile sur le comportement mécanique des mortiers. La fibre de palmier d'une longueur de 3 cm et des fractions volumétriques 0.25, 0.5, 0.75 et 1.0% de la teneur en ciment ont été utilisés dans la préparation des mélanges de mortier fibrés. Les auteurs ont observé qu'il existe une teneur en fibre optimale. En effet, à 90 jours, les résistances à la compression et à la flexion des composites ont augmenté respectivement, de 12 et 21% par rapport au mortier témoin avec l'augmentation de la teneur en fibres jusqu'à la teneur de 0.5% (figure 2.9). Au-delà de cette teneur en fibres, les résistances à la compression et à la flexion amorcent une diminution douce. Ils expliquent cette diminution par l'augmentation de la porosité due à l'accroissement de la teneur en fibres dans la masse du mortier.

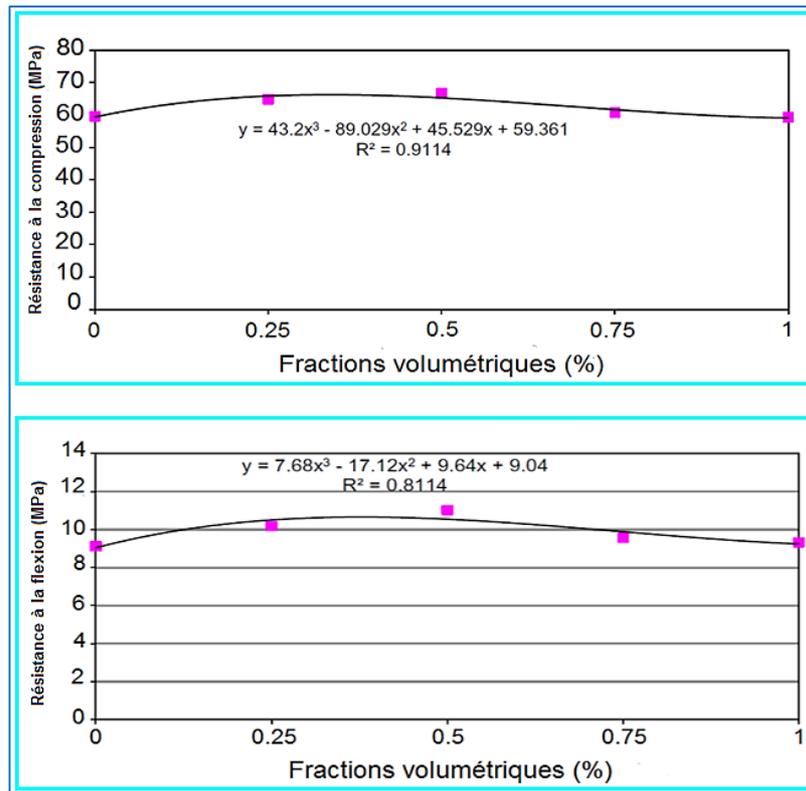


Figure 2.9 : Propriétés mécaniques des composites renforcés avec les fibres de palmier à huile à l'âge de 90 jours.

Khorami et al. [KHO11] ont étudié les propriétés mécaniques des composites à matrice cimentaire renforcés par trois types de fibres végétales : bagasse, blé et eucalyptus ayant deux teneurs en fibres de 2 et 4% en poids de ciment et d'une longueur moyenne de 1 mm. Les résultats ont montré que les composites renforcés avec les fibres de bagasse ont présenté les meilleures résistances à la flexion par rapport aux fibres de blé et d'eucalyptus.

Le renforcement des composites avec respectivement 2 et 4% de fibres de bagasse, a augmenté leur résistance à la flexion de 37 et 44% par rapport au mortier témoin. Cette différence repose sur le fait que les fibres de bagasse présentent une résistance à la traction et un facteur de forme plus élevé que les fibres de blé et d'eucalyptus ce qui augmente l'adhérence entre la fibre et matrice. Ils ont noté aussi qu'au-delà de 4% de teneur en fibres, le malaxage devient compliqué à cause de la faible densité de la fibre qui flotte lors du mélange par rapport aux autres constituants de sorte que les fibres remontent à la surface pour donner une répartition hétérogène du composite. A cet effet, une modification significative dans le comportement à la flexion du composite a été donc observée.

Les composites renforcés par 4% de fibres présentent un comportement ductile par rapport au comportement linéaire fragile pour les composites témoins comme le montre clairement la figure 2.10.

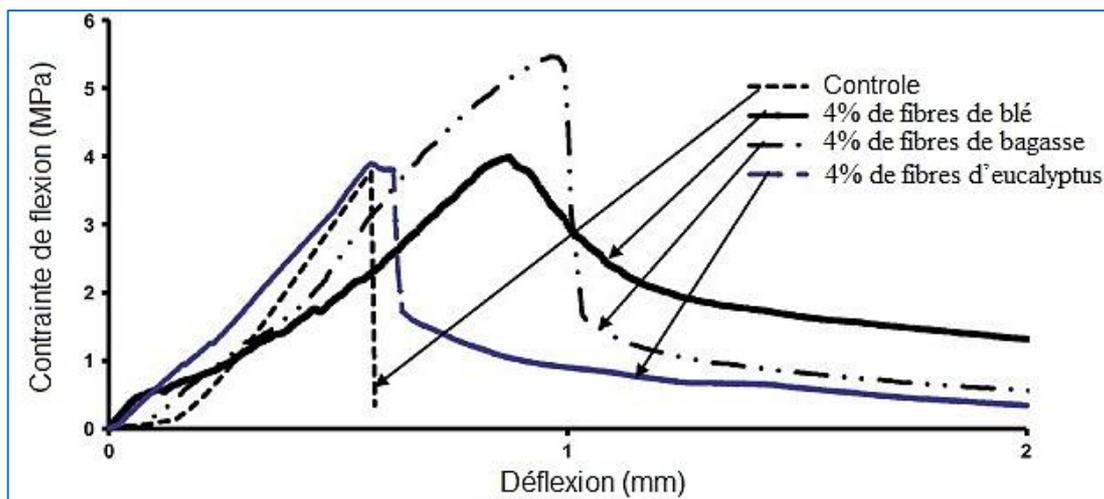


Figure 2.10 : Résistances à la flexion des composites renforcés avec 4% de fibres végétales comparativement aux échantillons de référence.

Ali et al. [ALI 12] ont étudié l'effet de l'ajout des fibres de noix de coco sur les propriétés mécaniques et dynamiques du béton. Dans cette étude, les propriétés mécaniques étudiées sont le module d'élasticité statique (E statique), la résistance à la compression, la résistance à la traction par fendage, le module de rupture, la ténacité à la flexion et la densité. Tandis que les propriétés dynamiques sont le coefficient d'amortissement (ξ), la fréquence fondamentale (f) et le module d'élasticité dynamique (E dynamique). Les paramètres étudiés sont la longueur des fibres (2.5, 5 et 7.5 cm) et les volumes des fibres (1, 2, 3 et 5%). Les résultats indiquent que les meilleures propriétés mécaniques ont été obtenues avec les composites renforcés avec les fibres longues de 5 cm ayant une teneur de 5% en fibre avec une augmentation respective de la résistance à la compression, le module de rupture et la ténacité à la flexion de 4, 2 et 910% et une diminution respective du module d'élasticité statique, la résistance à la traction par fendage et la densité de 6, 2 et 3% par rapport au béton non fibré. Concernant les propriétés dynamiques, les meilleurs résultats ont été obtenus pour les composites dont les fibres ont une longueur de 5 cm et un volume de 5%. Ils ont observé également que l'augmentation du pourcentage de fibres a provoqué une augmentation du coefficient d'amortissement et une diminution de la fréquence fondamentale. Le module d'élasticité dynamique quant à lui diminue avec l'augmentation de la teneur en fibres ou la longueur des fibres.

Kwan et al. [KWA 14] mènent une étude sur le renforcement des bétons par des fibres de noix de coco. Ils ont été renforcés par des fibres ayant quatre teneurs en fibres : 0.6, 1.2, 1.8 et 2.4% en volume du liant et une longueur variant entre 20 et 30 mm. Les essais mécaniques indiquent une performance optimale pour une fraction volumique de 1.8% de fibre, avec une augmentation de la résistance à la flexion à 28 jours des bétons fibrés de 18% par rapport à celle du béton non fibré. Ils observent également une amélioration de la résistance au choc des composites renforcés par rapport au témoin.

2.2.2. Influence de l'ajout des fibres sur les propriétés thermiques des composites

L'addition des fibres végétales aux composites à matrice cimentaire, entraîne une réduction de leur conductivité thermique, attribuée à l'augmentation de la porosité dans les composites.

Abani et al. [ABA 15] ont étudié l'effet des fibres végétales du palmier dattier sur les propriétés thermiques des mortiers cimentaires (figure 2.11). Les fibres de surface du tronc du palmier mâle de diamètre variant entre 0.1 à 0.8 mm et une longueur de 20 mm ont été intégrées aux mortiers aux teneurs massiques de 1, 2, 3, 4 et 5% par rapport à la masse du ciment. Les résultats des essais thermiques montrent que l'augmentation du pourcentage d'inclusion des fibres du palmier, réduit la conductivité thermique de 36% et la chaleur spécifique des composites de 10% comparativement au mortier témoin.

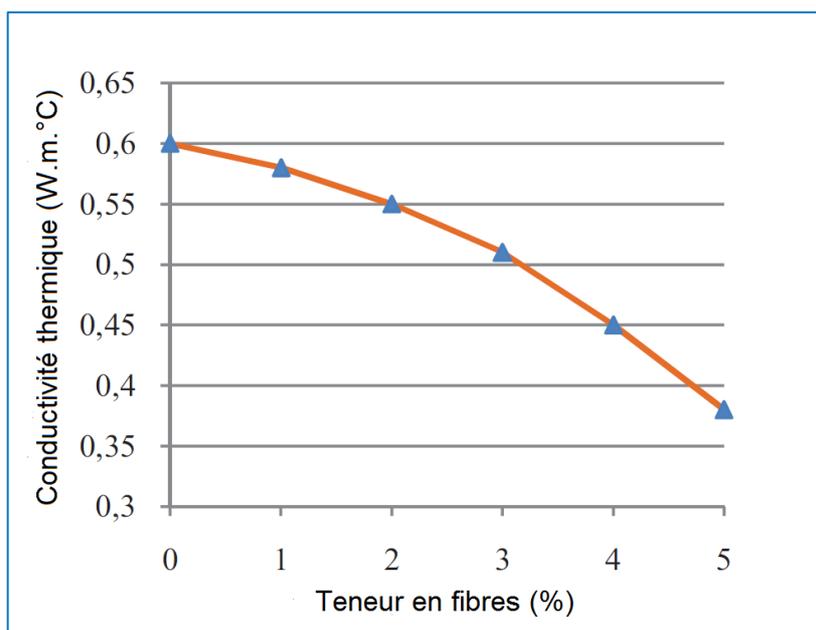


Figure 2.11 : La conductivité thermique des composites en fonction de la teneur en fibres du palmier dattier [ABA 15].

Lertwattananaruk et al. [LER 15], ont utilisé les fibres de noix de coco et du palmier à huile traitées à l'eau bouillante en tant que renfort dans la production des mortiers cimentaires dans les régions climatiques chaudes et humides. Les fibres d'une longueur de 5-10 mm ont été ajoutés aux mortiers aux pourcentages massiques de 5, 10 et 15%. Ils ont observé que la conductivité thermique diminue avec l'augmentation de la teneur en fibre avec une diminution respective de la conductivité thermique, par rapport à celle du mortier témoin, de 45 et 60 %, pour les mortiers à base de 15% de fibre de noix de coco et de palmier à huile (figure 2.12). Cette diminution est le résultat selon les auteurs de l'ajout des fibres à la matrice cimentaire qui augmente la porosité des composites produits et réduit leur densité ; ce qui par conséquent augmente leur capacité d'isolation thermique.

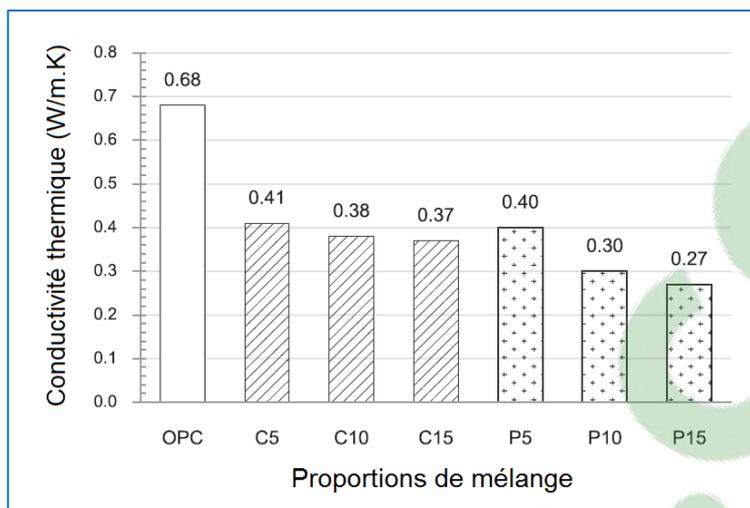


Figure 2.12 : Conductivité thermique des mortiers renforcés avec les fibres végétales de la noix de coco (C(X)) et du palmier à huile (P(X)) [LER 15].

Le comportement thermique des mortiers cimentaires à base de fibres de bois du palmier dattier a été étudié par Benmansour et al. [BEN 14] et comparé au mortier témoin. Les variables préconisées sont : le diamètre des fibres (3 et 6 mm et le mélange de deux diamètres à parts égales) et le taux en fibre (5, 10, 15, 20, 25 et 30% de la masse du ciment) (figure 2.13). A partir des résultats obtenus, ils ont conclu que l'incorporation des fibres de palmier diminue significativement la conductivité thermique des composite réalisés. En effet, pour la teneur en fibres de 30%, la diminution de la conductivité, comparativement au mortier de référence est respectivement, de 87, 92.5 et 87% pour les échantillons à base de fibre dont le diamètre est de 3 mm, 6 mm et le mélange de deux diamètres. Selon les auteurs, cette diminution semble être liée d'une part à la faible conductivité thermique des fibres de dattier par rapport à celle de la matrice cimentaire et d'autre part à l'augmentation de la porosité dans les composites engendrée par l'ajout des fibres.

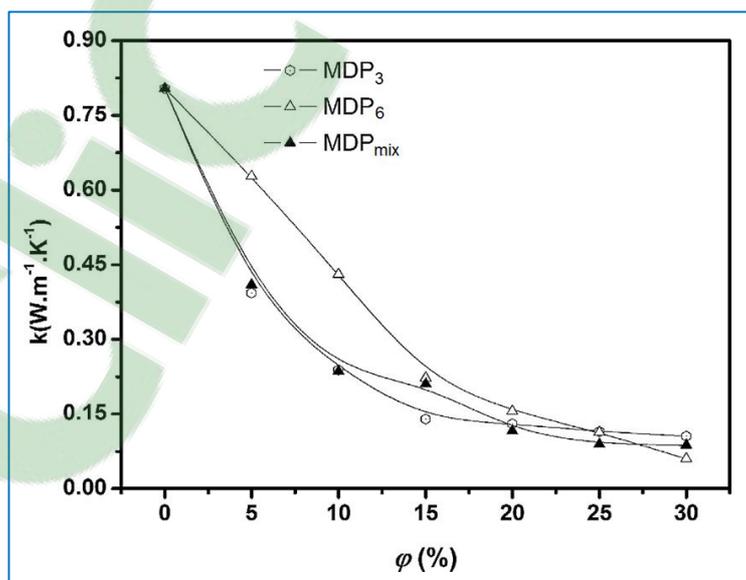


Figure 2.13 : Conductivité thermique des mortiers cimentaires renforcés par des fibres de palmier dattier de 3 mm (MDP3), 6 mm (MDP6) et le mélange de deux diamètres (MDPmix) [BEN 14].

2.3. COMPATIBILITE DES FIBRES AVEC LA MATRICE CIMENTAIRE

L'incorporation des fibres naturelles à une matrice cimentaire améliore ses propriétés mécaniques au jeune et moyen âge. Cependant, il est intéressant de noter que certaines composantes de la fibre telles que la pectine, l'hémicellulose et la lignine peuvent inhiber l'hydratation du ciment, ce qui provoque un effet négatif sur le développement des résistances des composites fibrés comme le montre les travaux exposés dans ce qui suit :

Sedan et al. [SED 08] ont étudié l'influence de l'interaction fibres/matrice sur les propriétés mécaniques du ciment renforcé par des fibres de chanvre. L'essai de l'aiguille de Vicat a été réalisé sur des pâtes de ciment portland renforcées de fibres de chanvre afin de déterminer l'influence de l'incorporation des fibres sur le temps de prise de la pâte. Le rapport eau/ciment choisi E/C =0,5 pour un pourcentage volumique de fibres de chanvre égal à 2%.

Les résultats de l'essai de Vicat sont consignés dans le Tableau 2.2. Ces résultats montrent que l'inclusion volumique de 2% de fibres de chanvre dans la pâte de ciment a retardé le début du temps de prise d'environ 45 minutes. Les auteurs expliquent que le retard est due à la pectine qui fixe les ions de calcium empêchant la formation des produits d'hydratation (C-S-H).

Tableau 2.2 : Résultats des temps de prise des pâtes de ciment renforcés aux fibres de chanvre [SED 08].

Temps de prise	Composant du mélange	
	Eau + ciment	Eau + ciment + 2% de fibres de chanvre
Début du temps de prise	265 min	340 min
Fin du temps de prise	308 min	380 min

Dans le but d'améliorer la contribution des fibres dans les composites à base cimentaire, Merzoud et al. [MER 08] ont traité les fibres par ébullition pour en extraire les substances solubles responsables des retards de prise et de la mauvaise liaison entre les fibres et la pâte de ciment comme le présente le Tableau 2.3. Les résultats montrent que l'utilisation de l'eau d'extraction par ébullition a entraîné un retard de prise considérable à la matrice cimentaire par rapport à l'eau du réseau.

Tableau 2.3 : Essais de prise avec différentes eaux de gâchage.

Echantillon	Début de prise (H)	Fin de prise (H)
Ciment + Eau du réseau	4,5	6
Ciment + Eau d'extraction de l'ébullition du Diss	8	16

Qi et al [QI 06] ont étudié la possibilité de recycler des déchets des fibres de moyenne densité (MDF) dans la production de composites fibres de bois-ciment. Ces fibres sont fabriquées à partir de fibres lignocellulosiques liées entre elles par une résine synthétique sous l'effet de la chaleur et la pression. Les fibres de bois utilisées dans cette étude sont le résultat d'un mélange entre les fibres MDF recyclées et des fibres de résineux (épicéa, pin, sapin). Ces

fibres ont un diamètre moyen d'environ 0,075mm et une longueur moyenne respective de 1,13 et 0,79 mm. Ainsi, différents mélanges de fibres ont été élaborés : 100% de fibres neuves, 30% de fibres MDF recyclées + 70% de fibres neuves, 70% de fibres MDF recyclées + 30% de fibres neuves.

Faisant suite au suivi de l'évolution de la température d'hydratation des matériaux composites, les auteurs ont remarqué que les fibres MDF neuves ou recyclées ont une mauvaise compatibilité avec le ciment, si aucun traitement n'est appliqué. Ceci est dû à la perturbation du processus d'hydratation par les composantes de la fibre qui sont solubles dans l'eau telles que l'hémicellulose et la lignine. Par exemple, pour la pâte de ciment contenant les fibres de bois, le temps pris pour atteindre la température d'hydratation maximale de 31-33°C qui est d'environ 4h est plus court que la pâte de référence qui est de 8,5 h pour atteindre la température maximale de 60°C (voir figure 2.14).

Le temps plus court pour atteindre la température maximale pour les composites à base de fibres est expliqué par le fait que les constituants anhydres du ciment dont la cinétique d'hydratation est la plus rapide (C_3S et C_3A) sont moins touchés par les matières extractibles du bois que les composantes dont les réactions d'hydratation sont plus lentes (C_2S et C_4AF).

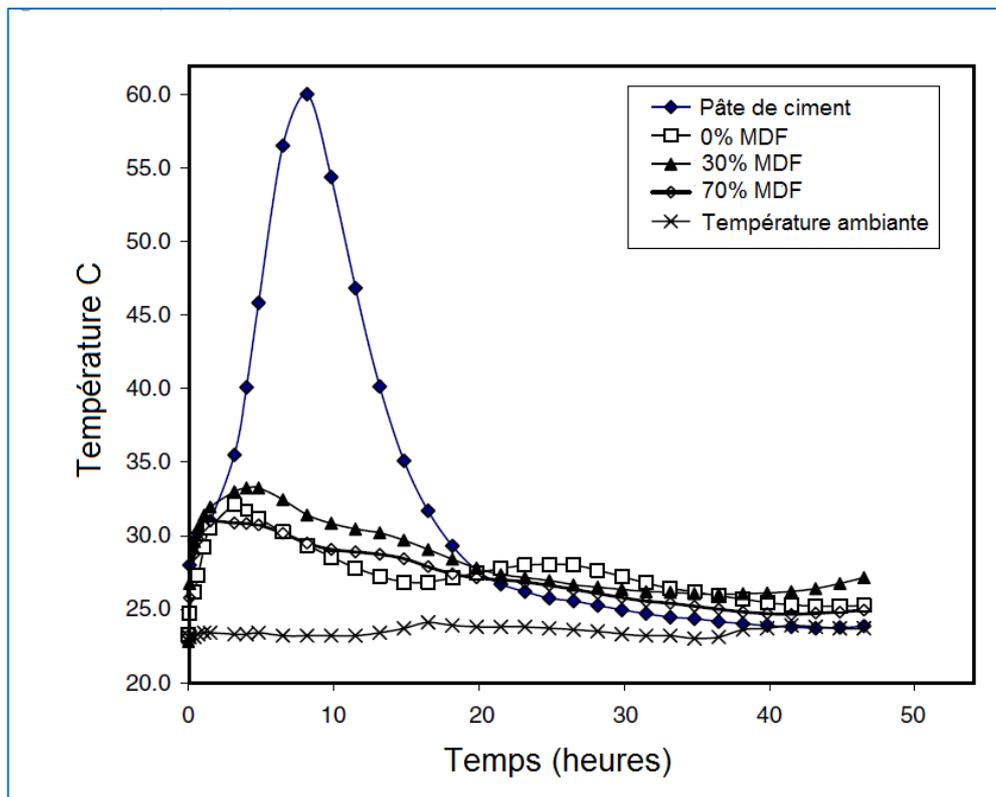


Figure 2.14 : Effet de l'addition de fibres MDF sur le développement de la chaleur d'hydratation des composite bois-ciment.

Dans une autre étude, Govin et al. [GOV 06] ont également étudié l'effet de l'inclusion des particules de bois naturels et chauffées sur l'hydratation du ciment. Les résultats ont montré que l'ajout de fibres de bois retarde fortement et inhibe l'hydratation des phases de silicate. Selon les auteurs, les polysaccharides provenant des fibres de bois sont hydrolysés par le milieu cimentaire et transformés en nombreux acides carboxyliques qui sont connus pour être des retardateurs puissants. Bien que le principal effet retardateur sur l'hydratation du ciment

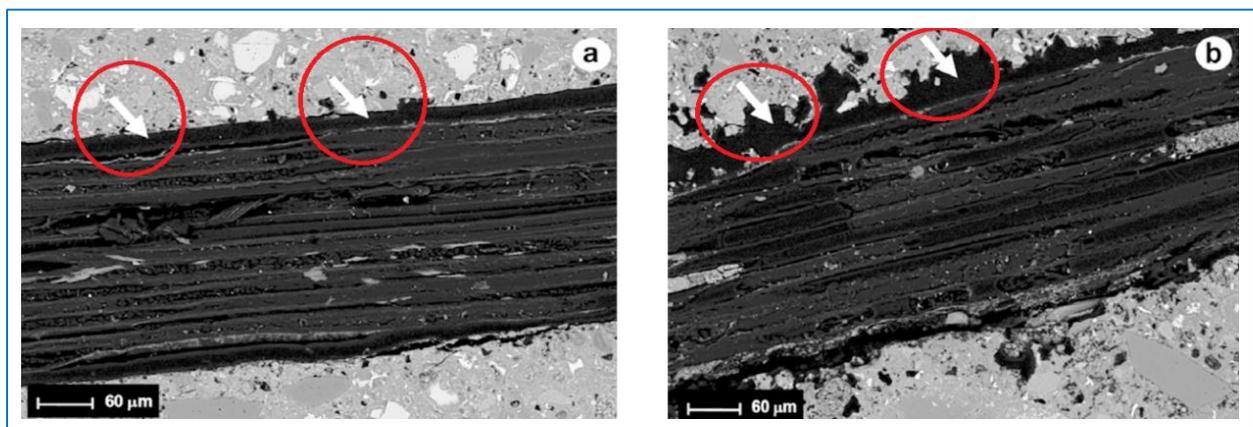
soit attribué aux produits de dégradation alcaline, l'inhibition de la formation de portlandite est prolongée par la carbonatation des pâtes. La dégradation alcaline du bois pourrait induire une libération de dioxyde de carbone. Ce dioxyde de carbone (CO_2) conduit à une carbonatation de la portlandite et par conséquent, la quantité de CaCO_3 augmente dans la pâte.

2.4. DURABILITE DES COMPOSITES A LONG TERME

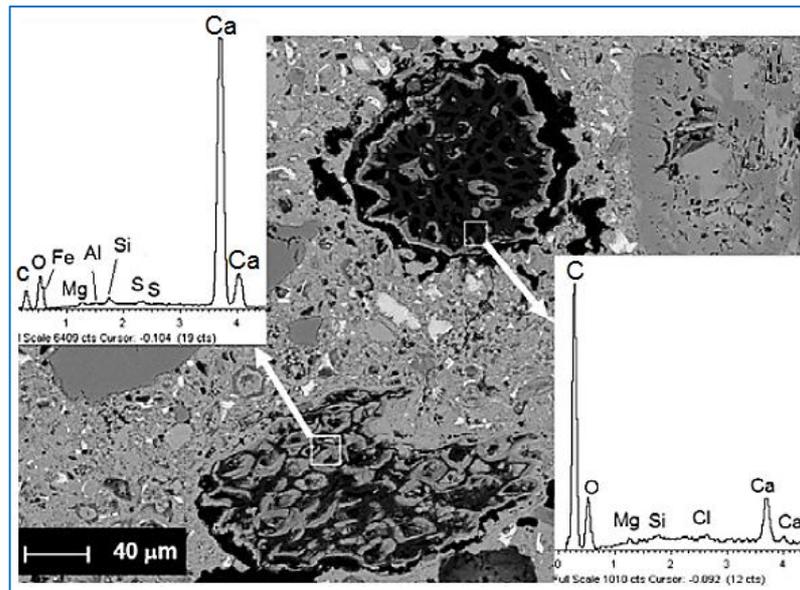
2.4.1. Durabilité des composites à base de fibres végétales

Les principaux inconvénients d'utilisation des fibres végétales en tant que renfort dans les composites à base de matrice cimentaire est d'une part leur faible durabilité principalement causée par l'environnement très alcalin de la matrice qui dissout les matières non cellulosiques (lignine et hémicellulose) de la fibre affaiblissant ainsi leur structure et d'autre part, leurs variations volumiques en raison de leur forte capacité d'absorption d'eau qui peut augmenter la porosité et induire des fissures dans le béton.

Tonoli et al. [TON 11] ont étudié les changements qui se produisent dans la microstructure et la composition chimique des tuiles cimentaires renforcées avec des fibres lignocellulosiques de ficue (*Furcraea* gender) lorsqu'elles sont exposées pendant 14 ans à la fois dans des conditions de vieillissement naturel et conservées au laboratoire ($T \sim 24^\circ\text{C}$ et une humidité relative $\sim 65\%$). La figure 2.15 montre que les tuiles exposées à l'altération naturelle présentent une grande détérioration de l'interface matrice/fibres par rapport aux tuiles conservées au laboratoire. D'après les auteurs, cette différence dans l'altération de l'interface est due aux contraintes provoquées par les changements volumiques de la fibre sous l'alternance continue du mouillage / séchage et la carbonatation des tuiles exposées aux intempéries. Aussi, l'observation des tuiles au MEB (figure 2.16) montre une précipitation du calcium à la fois sur la surface des fibres dans la zone de transition et dans les pores des fibres. L'effet de la dissolution de certains produits solubles d'hydratation du ciment sous l'effet de l'eau de pluie et la pénétration de ces produits dans les pores de la fibre conduisent à la minéralisation et la perte de la flexibilité de la fibre. Les auteurs ont détecté ainsi une réduction de la quantité de certaines composantes chimiques de la fibre telles que : la quantité de lignine et d'hémicellulose. Cette diminution, selon les auteurs, peut affecter la résistance de la fibre.



Figures 2.15 : Images des électrons rétrodiffusés (BSE) de l'interface entre la fibre et la matrice des tuiles âgées de 14 ans : (a) conservées aux conditions du laboratoire et (b) en vieillissement naturel [TON 11].



Figures 2.16 : Image d'une coupe transversale de la fibre de fige obtenue à partir de composites âgés de 14 ans sous l'exposition aux intempéries naturelles observées par microscope électronique à balayage (MEB) et par électrons rétrodiffusés (BSE).

Roma et al. [ROM 08] ont comparé l'évaluation de la performance mécanique, thermique et physique des tuiles exposées au climat tropical ($T_{\max}=35,4^{\circ}\text{C}$ et $T_{\min}=17^{\circ}\text{C}$ et une humidité relative moyenne de 87%). Dans cette étude des tuiles ont été produites à partir du composite à base d'une matrice minérale (59% de ciment + 36% de laitier de haut fourneau + 5% de fumée de silice) renforcée par des fibres d'eucalyptus et /ou de sisal avec des teneurs en fibres différentes. Les teneuses en fibres utilisées pour la préparation du composite sont : 5% de fibres d'eucalyptus (noté Traitement E), 2% de fibres d'eucalyptus et 1% de fibres de sisal (noté Traitement ES) et 3% de fibres de sisal (noté Traitement S).

Les résultats indiquent que l'exposition des tuiles au climat tropical provoque une forte réduction des propriétés mécaniques des composites. En effet, les tuiles renforcées par 3% de fibres de sisal montrent une réduction de la ténacité d'environ 46% après 155 jours d'exposition à l'extérieur malgré que ce sont les tuiles qui présentent les valeurs les plus élevées de la ténacité initiale, les plus faibles absorptions et porosités (figure 2.17a). Ce comportement est attribué selon les auteurs à la pétrification de la fibre végétale grâce à la migration des produits d'hydratation dans les pores des fibres, à la décomposition de la fibre par le milieu alcalin et à l'évolution de microfissures de la matrice minérale. En ce qui concerne la rigidité, une réduction a été enregistrée de l'ordre de 54% de la charge maximale après 148 jours d'exposition extérieure malgré les fortes charges pouzzolaniques ajoutées (figure 2.17b). Les auteurs attribuent ces effets à la dégradation très rapide des fibres végétales en raison du milieu alcalin dans lesquelles elles sont totalement immergées, combiné à l'altération due à un environnement chaud et humide.

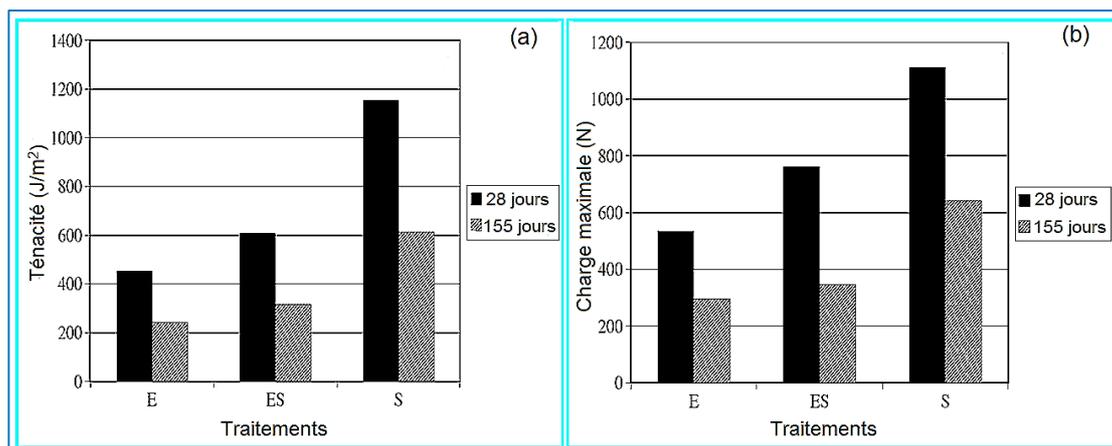


Figure 2.17 : (a) la ténacité, (b) la rigidité des carreaux de tuiles renforcés avec les fibres végétales pour différents âges et traitements [ROM 08].

En ce qui concerne les propriétés à long terme, Magniont et Escadeillas [MAG 11] ont remarqué à partir de l'observation au MEB des sections transversale et longitudinale de la chènevotte extraite d'un composite âgé de 2 ans et demi, conservé en ambiance intérieure sans contrôle particulier de l'humidité relative, a montré une minéralisation partielle ou totale des pores de la chènevotte. Cet effet est expliqué par la migration d'espèces minérales dans les pores des particules végétales (figure 2.18). Les résultats de l'analyse EDS effectuées sur ces espèces minérales a confirmé la nature calcique de ces espèces. Selon les auteurs, ce mécanisme de minéralisation des particules végétales avec le temps pourrait expliquer leur rigidification progressive et l'amélioration de la résistance en compression ainsi que l'augmentation du module d'élasticité des composites.

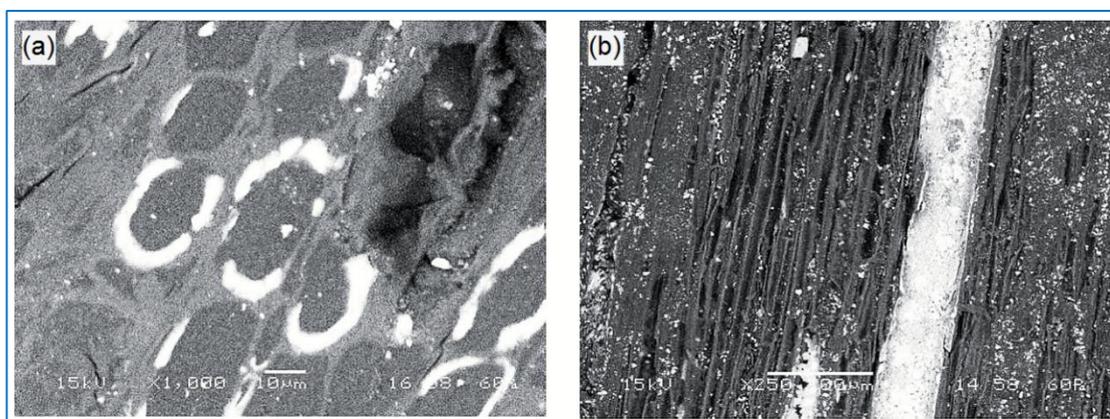


Figure 2.18 : Observations au MEB en vide partiel en mode électrons rétrodiffusés (a) d'une section transversale (x1000) et (b) longitudinale (x250) de chènevotte extraite d'un composite âgé de 2 ans et demi [MAG 11].

Nozahic et Amziane [NOZ 11], ont observé des composites à base de particules de la moelle du tournesol. Ils ont détecté après 30 jours une zone de vide autour des particules lignocellulosiques (figure 2.19). Ce sont des fissures autour des particules végétales qui ont été introduites sèches dans le liant. L'explication de ce phénomène semble être lié à la préparation des échantillons ou aux contraintes causées par le gonflement des granulats végétales qui s'oppose au retrait du liant provoquant ainsi la formation de microfissures et de

porosités élevées dans la zone de transition interfaciale (ZTI). Cette zone très poreuse et fortement fissurée est constituée de vide et d'une matrice affectée par la présence de particules végétales (figure 2.19).

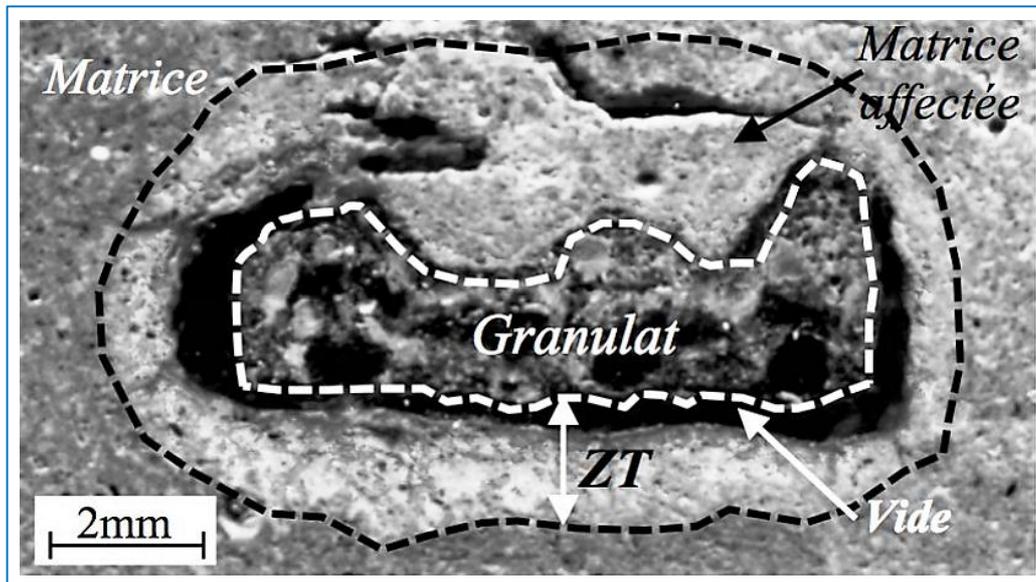


Figure 2.19 : Observation de la ZTI d'un échantillon imprégné de résine puis coloré.

2.4.2. Durabilité des fibres végétales dans des milieux alcalins

Différents travaux de recherche ont étudié la durabilité des fibres à long terme. C'est le cas de Ramakrishna et Sundararajan [RAM 05] dont les travaux portent sur l'étude de la variation de la composition chimique et la résistance à la traction de quatre types de fibres végétales : coir, sisal, jute et hibiscus cannabinus. Ces fibres sont soumises à 30 cycles d'humidification/séchage et d'immersion continue pendant 60 jours dans l'eau, la chaux $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et la soude NaOH .

Les résultats montrent que l'exposition de ces quatre types de fibres végétales dans des milieux alcalins ($\text{Ca}(\text{OH})_2$ et NaOH), provoque une réduction considérable de leur teneur en hémicellulose (32 à 68%), de lignine (30 à 70%) et de cellulose (20 à 85%). Ils ont observé aussi que l'effet de l'eau sur les fibres d'hibiscus cannabinus est très agressif par rapport aux trois autres fibres. De plus, la résistance à la traction des fibres végétales diminue après être sujettes aux cycles d'humidification/séchage. En effet, après 60 jours d'alternance mouillage et séchage dans le $\text{Ca}(\text{OH})_2$, les résistances à la traction respectivement des fibres de jute et de coco se sont vu réduire d'environ 80-90% et 60-80%, comparativement aux résistances initiales. Tandis que, les fibres de sisal et Hibiscus cannabinus ont été complètement détruites. Ces pathologies sont dues aux porosités des fibres. Les fibres de sisal et Hibiscus cannabinus présentent de plus grandes porosités par rapport aux autres fibres ; ce qui augmente leur absorption de la solution alcaline conduisant donc à la minéralisation et à la fragilisation des fibres. Quant à l'immersion dans l'hydroxyde de sodium NaOH , la perte de la résistance à la traction des fibres de coco est de 40-60% par rapport à sa résistance initiale, alors que pour les fibres de sisal, jute et d'hibiscus cannabinus, la résistance a diminué d'environ 80-90% par rapport à leur résistance initiale.

Sedan [SED 07] cité dans les travaux de Govin qui a étudié les aspects physico-chimiques de l'interaction des fibres du bois-ciment. L'auteur a conclu que le milieu alcalin de la matrice cimentaire est plus agressif pour les fibres qui possèdent de grande quantité de lignine que les fibres qui n'en contiennent qu'une faible quantité. Il explique que les hémicelluloses et les lignines sont plus réactives que la cellulose à l'agressivité alcaline, qui provoque leur dégradation chimique et leur détérioration.

Kriker et al. [KRI 08] ont étudié la durabilité des fibres de surface du palmier dattier mâle lorsqu'elles sont immergées dans des solutions alcalines : l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{pH} = 12,5$) et l'hydroxyde de sodium (NaOH , $\text{pH} = 12,5$). Les fibres ayant des diamètres de 0.4, 0.6 et 0.8 mm sont testées après une durée d'immersion de 1, 2, 3 et 6 mois. Les résultats montrent que :

1. Après 3 mois d'immersion dans la solution d'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$, les fibres conservent environ 76, 48 et 33% de leur résistance à la traction initiale, alors que les fibres immergées dans une solution de NaOH conservent d'environ 83, 55 et 40% de leur résistance initiale respectivement pour les 3 diamètres des fibres précités,
2. Après 6 mois d'immersion dans la solution d'hydroxyde de calcium, les fibres conservent environ 69, 40 et moins de 10 % de leur résistance à la traction initiale, alors que les fibres immergées dans une solution de NaOH conservent environ 76, 46 et 16% de leur résistance initiale pour les mêmes diamètres des fibres.

Ils ont observé que les fibres sont plus sensibles à l'immersion dans la solution d'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ que dans la solution d'hydroxyde de sodium NaOH . Ceci est attribué par l'auteur à la cristallisation de la chaux dans les pores des fibres. Selon les auteurs, la durabilité des fibres du palmier dattier dans le ciment portland peut être affectée, en raison de la libération de la portlandite au cours du processus d'hydratation.

Dans les travaux du Gram en 1988 [GRA 88] sur le mécanisme de dégradation des fibres naturelles dans un environnement alcalin cité par Magniont [MAG 10] et Pacheco [PAC 11], l'auteur a constaté que la cause principale de la dégradation des fibres de sisal est provoquée par la décomposition chimique de la lignine et de l'hémicellulose de lamelle moyenne ; c'est-à-dire que, dans un milieu alcalin, la liaison entre les fibres individuelles est brisée (figure 2.20). De plus, Gram a remarqué également que le lumen (vide central des fibres de sisal) est rempli d'hydroxyde de calcium conduisant à la perte de sa flexibilité. Cet auteur a rapporté donc un effet délétère des éléments de Ca^{2+} sur la dégradation des fibres.

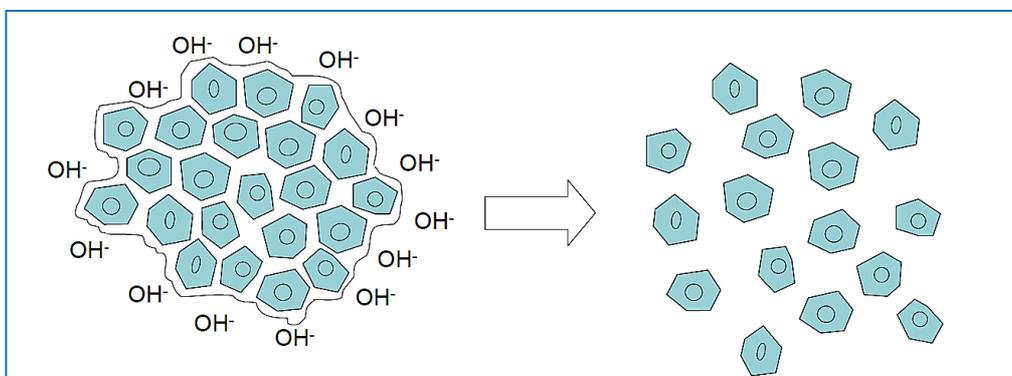


Figure 2.20 : Représentation de la décomposition chimique des fibres de sisal en milieu alcalin [GRA 88] [MAG 10].

Toledo et al. [TOL 00] ont également étudié la durabilité des fibres de sisal et noix de coco qui sont immergées dans des solutions alcalines et dans l'eau. Les fibres de sisal et de noix de coco immergées dans de la soude conservent respectivement 73 et 61% de leur résistance initiale après 420 jours. En ce qui concerne l'immersion des fibres dans une solution de chaux, il a été remarqué que les fibres ont perdu complètement leur résistance après 300 jours. L'explication de la forte attaque du $\text{Ca}(\text{OH})_2$ est liée à une cristallisation de la chaux dans les pores des fibres. Aussi, les fibres immergées dans l'eau conservent environ 77-83% de leur résistance initiale après 420 jours. Cette perte de résistance dans l'eau est attribuée à une action microbiologique.

2.4.3. Méthodes d'amélioration de la durabilité des composites à base des fibres Végétales

L'amélioration de la durabilité des matériaux cimentaires renforcés de fibres végétales est un défi réel pour l'obtention d'un matériau ayant une longue durée de vie. Dans le but d'améliorer la durabilité des matériaux composites à fibres naturelles, deux méthodes pourraient être utilisées :

2.4.3.1. Modification de la matrice

Les composites à matrice cimentaire ont une solution interstitielle basique de pH élevé, ce qui provoque la dissolution des composantes amorphes de la fibre végétale quand elle est utilisée en tant que renfort. De plus, la présence de la chaux dans la solution interstitielle provoque la minéralisation et la fragilisation de la fibre naturelle. Face à ces problèmes, la réduction de l'alcalinité de la matrice est la première solution pour réduire la fragilisation des fibres végétales en milieu alcalin. On met en revue dans ce qui suit les résultats de plusieurs travaux qui ont choisi cette approche.

DeGutiérrez et al. [DEG 05] ont étudié l'effet de l'incorporation des matériaux pouzzolaniques tels que la fumée de silice, les cendres volantes, le métakaolin et laitier de haut fourneau sur les propriétés des mortiers renforcés avec des fibres. Différentes fibres naturelles (Figue, Sisal et Coir) ont été utilisées. Les résultats obtenus montrent que l'ajout des fibres naturelles a diminué la résistance à la compression des composites. Ils observent ainsi que l'incorporation d'un matériau pouzzolanique ou de laitier de haut fourneau au mortier à base de fibre végétale tend à compenser cette perte de résistance, entraînant dans certains cas une augmentation globale de la résistance de 30%. Cependant, une grande réduction du coefficient d'absorption capillaire a été également enregistré après l'inclusion du métakaolin dans les composites renforcés de fibres naturelles. Selon les auteurs, il est nécessaire d'ajouter la fumée de silice et le métakaolin pour diminuer l'effet négatif de l'attaque alcaline sur le renfort ce qui améliore la durabilité des fibres et donc augmenter la durabilité des composites.

Karthikeyan et al. [KAR 16] ont examiné l'effet de l'utilisation du métakaolin comme un matériau pouzzolanique pour remplacer partiellement le ciment, sur les propriétés mécaniques des bétons renforcés avec les fibres de noix de coco. Le métakaolin a remplacé partiellement le ciment dans les taux suivants : 5, 10, 15, 20, 25 et 30%. Les fibres de coco avec une fraction massique de 0.5, 1, 1.5 et 2% ont été ajoutés pour préparer le mortier fibré. Les résultats montrent que le mortier obtenu avec 15% de substitution du ciment par le métakaolin et 0.5% de fibre de coco offre la meilleure résistance à la compression

(augmentation jusqu'à 19%), la plus grande résistance à la flexion (augmentation jusqu'à 18%) et la résistance à la traction par fendage maximale (augmentation jusqu'à 15%) par rapport au mortier de référence.

Mohr et al. [MOH 07] ont effectué une étude sur les effets de substitution partielle du ciment par la fumée de silice, laitier de haut fourneau, cendres volantes de classe C et F et le métakaolin sur la durabilité des matériaux cimentaires renforcés avec des fibres cellulosique (pâte kraft). Après la soumission des composites à 25 cycles d'humidification/séchage, les résultats montrent que les mélanges constitués de 90% de laitier, 30% de métakaolin ou plus et de 30% de fumée de silice ne présentaient aucun signe de dégradation des composites à base de fibres. Ils ont observé également que les mélanges contenant 70% de laitier et 10% de métakaolin ou 70% de laitier et 10% de fumée de silice étaient également efficaces pour empêcher la dégradation des composites. Ceci est rendu selon les auteurs à la réduction de la teneur en hydroxyde de calcium et à la stabilité de la teneur en alcali due à l'addition des ajouts minéraux. Ainsi, la réprécipitation de l'ettringite et de la portlandite est minimisée ou empêchée, conduisant à une meilleure durabilité du composite à base de fibre végétale.

De plus, la carbonatation peut réduire l'alcalinité des matériaux cimentaires augmentant ensuite la durabilité des composites à base de fibre végétales.

C'est le cas de Soroushian et al. [SOR 12] qui ont examiné l'effet du durcissement accéléré à l'aide de l'oxyde de carbone CO_2 sur les performances mécaniques, la structure et la durabilité des composites cimentaires à base de fibre de cellulose (pâte kraft) lorsqu'ils sont soumis à des cycles de vieillissement accéléré.

En effet, la carbonatation a un effet bénéfique sur la résistance à la flexion par rapport au durcissement classique. En outre, des analyses par diffraction aux rayons X, par thermogravimétrie et par prosimètre au mercure ont été également effectués pour mieux comprendre ce phénomène. Les résultats de ces analyses indiquent une légère augmentation de concentration du calcaire CaCO_3 et une réduction de la porosité après carbonatation.

Qi et al. [QI 06] ont également étudié l'influence du durcissement rapide avec l'injection du dioxyde de carbone CO_2 sur l'amélioration de la compatibilité entre les fibres de bois de moyenne densité (MDF) et la matrice cimentaire. Les résultats montrent que la réaction de carbonatation a été rapide ; après 5 min d'injection de CO_2 , les composites ont atteint 25% de la carbonations totale. Ils ont observé également que la résistance à la traction par fendage et la ténacité du composite augmentent de façon significative avec l'augmentation de la quantité de fibres de bois et le temps d'injection du CO_2 jusqu'à une teneur optimale en fibres de MDF recyclés. De plus, après la première minute d'injection du CO_2 , les composites ont atteint 17-20% de la carbonatation totale et développer entre 45-80% de leur résistance conventionnelle à 28 jours. En revanche, la tendance à l'augmentation des propriétés d'absorption d'eau due à l'incorporation croissantes des teneurs en fibres de bois s'est vue inversée avec la carbonatation. En effet, pour les composites contenant 14 ou 20% de fibres, l'injection de CO_2 a eu un effet bénéfique sur le développement de la résistance à la traction et ainsi contribué à la réduction de l'absorption d'eau du composite renforcé. L'explication est liée à la réaction de carbonatation rapide qui peut réduire sensiblement les effets néfastes des extractibles du bois tel que la lignine, l'hémicellulose qui inhibent l'hydratation complète du ciment. Le durcissement rapide a donc entraîné une augmentation rapide de la résistance à la traction, la ténacité et une diminution des propriétés d'absorption d'eau du composite après 1 à 3 min d'injection du CO_2 . Ce qui permettrait d'améliorer la compatibilité fibre-ciment.

2.4.3.2. Modification de la fibre

La première difficulté qui limite l'utilisation des fibres végétales en tant que renfort dans une matrice cimentaire est leur forte capacité d'absorption en eau qui conduit à l'instabilité dimensionnelle de la fibre, à la formation de microfissures et une ZTI poreuse à l'interface de la fibre et la matrice cimentaire ; ce qui diminue la durabilité des composites fibrés. Pour cette raison, l'imprégnation des fibres avec des agents hydrofuges est une méthode efficace pour réduire leur absorption élevée en eau.

La deuxième difficulté est la biodégradabilité de la fibre dans la matrice cimentaire qui se traduit par une dissolution partielle ou totale des matériaux amorphes constituant la fibre. Cette dissolution inhibe l'hydratation du ciment au jeune âge empêchant la prise et le durcissement des composites à long terme et entraîne l'incompatibilité entre la fibre et matrice. La dissolution des matériaux non cellulose engendre aussi la formation d'une grande porosité dans la structure du composite surtout aux alentours des fibres ce qui peut altérer l'adhérence entre la fibre et la matrice cimentaire diminuant ainsi la durabilité des composites à base de fibres végétales. Au regard de ce qui vient d'être avancé, le traitement de la fibre est donc nécessaire.

2.4.3.2.1. Traitement de la fibre avec des agents hydrofuges

Dans le but de réduire l'absorption d'eau et de protéger les fibres dans le milieu alcalin contre les alcalis libres, l'imprégnation des fibres d'agave (*Agave lecheguilla*) avec des composants organiques comme les huiles végétales a été étudiée par Juárez et al. [JUA 07]. Pour identifier l'agent de protection le plus efficace qui réduit l'absorption d'eau et protège ainsi la fibre dans le milieu alcalin, les fibres dans cette étude sont traitées avec des agents hydrophobes protecteurs, qui sont des substances organiques sans nocivité pour le composite, non toxiques, pas chères, faciles à utiliser telles que : l'huile de lin (LO), la cire de paraffine (P), huile de lin / colophane (C) et la paraffine / colophane (PR). La performance de ces produits a été testée en immergeant les matériaux composites dans une solution qui simule la solution interstitielle d'une matrice cimentaire, dont le pH est de 12,5. Les résultats de ce programme ont montré que :

1. les fibres traitées avec la paraffine et immergés pendant 12 mois dans un milieu alcalin ont gardé 53% de leur résistance à la traction et 47% de leur ductilité initiale. Tandis que pour les autres agents de traitement, les fibres ont maintenu seulement 31% de leur résistance à la traction et de 17 à 27% de leur ductilité initiale (figure 2.21). Le milieu fortement alcalin, entraînant la dissolution de la lignine, est à l'origine de la rupture de l'intégrité d'une partie des microcellules,
2. La fibre traitée est devenue fragile après 6 mois d'immersion. Ceci peut être s'expliquer par le fait que la protection de la fibre a disparue dans le milieu alcalin,
3. Après 24 heures d'immersion, une diminution de l'absorption en eau d'environ 37% est notée pour les fibres traitées avec la paraffine par rapport aux fibres de référence. L'effet du film de paraffine formé sur la surface de la fibre a obturé partiellement la porosité ouverte empêchant ainsi la saturation complète de la fibre. Ce traitement des fibres avec la paraffine a permis la conservation de 50% de leur résistance à la traction et de leur ductilité pendant une année.

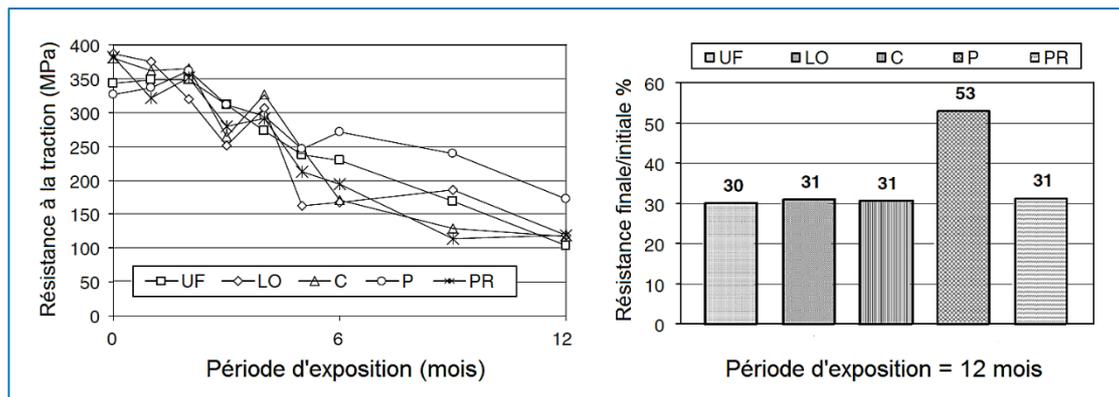


Figure 2.21 : Résistance à la traction en fonction du période d'exposition dans une solution alcaline.

Dans une autre étude, Sellami et al. [SEL 15] ont étudié l'effet de différents traitements appliqués aux fibres de Diss sur leur cinétique d'absorption en eau (Figure 2.22). Pour ce faire, quatre types de traitement ont été effectués : traitement thermique par ébullition des fibres avec lavage à l'eau, traitement par ébullition des fibres sans lavage, traitement par séchage des fibres à 50°C sans ébullition et le traitement par l'huile de lin.

Les résultats indiquent que le traitement des fibres par ébullition ou par le séchage n'a aucun effet sur la diminution de la capacité d'absorption de l'eau des fibres puisque ces dernières ont atteint 100% d'absorption après 60 min d'immersion dans l'eau. Par contre, le traitement des fibres avec l'huile de lin a réduit significativement le coefficient d'absorption des fibres ; ce qui confirme, selon l'auteur, la capacité d'étanchéification de la fibre traitée à l'huile.

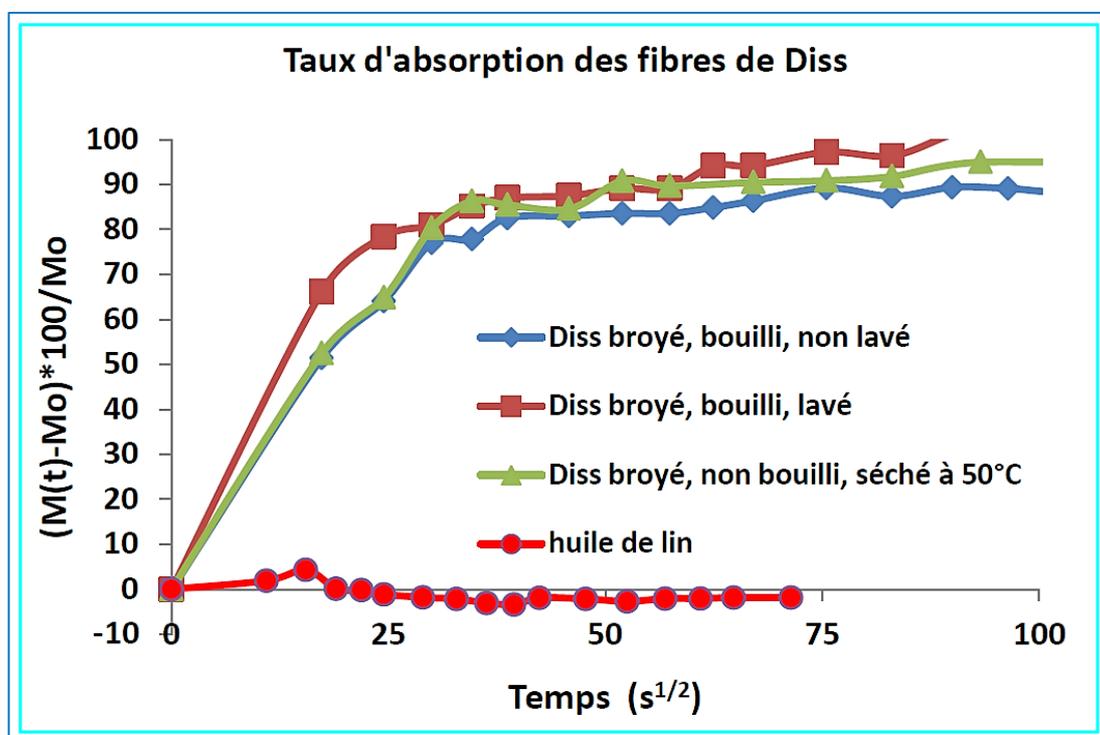


Figure 2.22 : Taux d'absorption en eau des fibres de Diss [SEL 15].

2.4.3.2.2. Traitement de la fibre avec des agents chimiques

Les performances mécaniques et la durabilité du composite renforcé avec les fibres végétales est conditionné par l'adhérence entre les fibres et la matrice, car une bonne adhérence interfaciale veut dire une meilleure performance mécanique, une faible porosité et une longue durée de vie des composites à base de fibres végétales.

2.4.3.2.2.1. Pourquoi utilise-t-on un traitement alcalin ?

L'alcalinisation ou traitement alcalin est un processus de modification chimique de la fibre [SYM 08], [KAB 12], [MOU 12] qui :

- Augmente la stabilité de la fibre face à l'humidité et diminue leur caractère hydrophile dû à l'élimination de l'hémicellulose,
- Élimine l'hémicellulose, ce qui donne au fibrillaire de cellulose la liberté de mouvement dans la direction de la déformation par traction, ce qui augmente la résistance à la traction et la rugosité de la surface de la fibre,
- Enlève partiellement la lignine,
- Entraîne une augmentation de l'indice de cristallisation de la fibre, ce qui augmente leur résistance,
- Supprime les impuretés, cires et huiles recouvrant la surface de la fibre, ce qui la rend plus propre et plus rugueuse.

L'alcalinisation des fibres végétales réduit les groupes hydroxyles hydrophiles qui sont sensibles aux alcalis comme le montre l'équation suivante [KAB 12] et [MOU 12] :



De plus, le traitement alcalin des fibres végétales avec des concentrations élevées en NaOH peut engendrer une grande délignification de la fibre, ce qui provoque son affaiblissement et son endommagement [KAB 12]. En effet, la figure 2.23 montre l'effet de l'alcalinisation sur la surface des fibres avant et après le traitement.

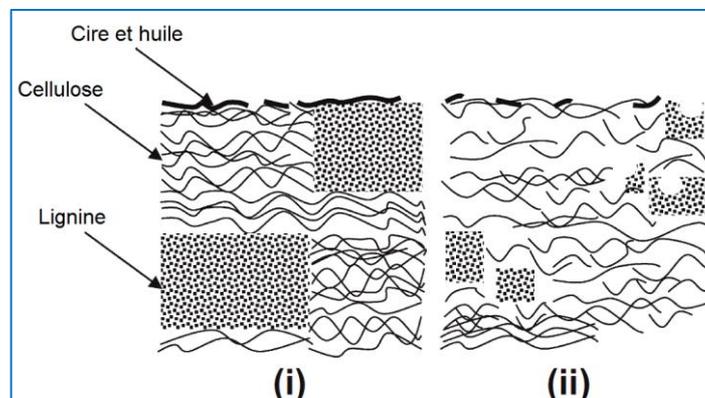


Figure 2.23 : Structure typique d'une fibre cellulosique (i) avant traitement alcalin et (ii) après traitement [KAB 12].

Le tableau 2.4 présente un état de l'art relatif à l'influence du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques et chimiques de la fibre végétale, la concentration optimale ainsi que l'effet du traitement des fibres sur le comportement mécanique des composites renforcés avec les fibres traitées.

Tableau 2.4. Bibliographie relative à l'effet du traitement alcalin sur les propriétés des fibres végétales.

Fibres	Traitements appliqués	Résultats
<i>Agave americana L.</i> [OUD 11]	Traitement alcalin avec des concentrations de 1, 2, 5, 10, 15, 20 et 30% de NaOH (p/v) (en poids) à 30°C pendant 1h.	- Les traitements alcalins des fibres avec de faibles concentrations de NaOH (jusqu'à 2%) induit une augmentation maximale de l'indice de cristallinité de la fibre. Au-delà de cette concentration, il y'a une chute de cet indice.
<i>Palmier dattier</i> [ALA 09]	<ul style="list-style-type: none"> ● Traitement alcalin avec des concentrations de : 0.5, 1, 1.5, 2.5 et 5% de NaOH à 100°C, pendant 1h. ● Traitement à l'acide avec des concentrations de 0.3, 0.9 et 1.6 N de HCL à 100°C, pendant 1h. 	<ul style="list-style-type: none"> - La concentration optimale de traitement alcalin est de 1% avec une amélioration de la résistance à la traction de 290% par rapport à la fibre non traitée. - Le traitement à l'acide chlorhydrique a un effet négatif sur la résistance à la traction de la fibre avec une diminution d'environ 50%.
<i>Palmier dattier</i> [SHA14]	Traitement alcalin avec des concentrations de 0, 3, 6 et 9% de NaOH pendant 24h à une température ambiante.	<ul style="list-style-type: none"> - La concentration optimale pour l'amélioration de la microstructure et les caractéristiques de surface des fibres est de 6%. A partir de cette concentration, il y'a une détérioration de la fibre. - Le traitement alcalin des fibres avec 6% de NaOH a apporté les propriétés maximales de la résistance à la traction des fibres.
<i>Lin</i> [RAJ 11]	Traitement alcalin avec des concentrations de 1, 3, 5 et 10% de NaOH, à 23°C pendant 20 min.	- Les propriétés mécaniques optimales des fibres traitées ont été obtenues avec 1% de NaOH, avec respectivement une résistance à la traction et un module d'Young de 702 MPa et 44.3 GPa.
<i>Jute</i> [SAH 10]	Traitement alcalin avec des concentrations de 0.5, 1, 2, 4, 8 et 18% de NaOH à une température ambiante de 30 ± 2°C et élevée 90 ± 2°C pendant 30 min, 1, 2, 4, 8, 16 et 24h.	<ul style="list-style-type: none"> - La résistance à la traction et l'allongement à la rupture a augmenté respectivement, par rapport aux fibres non traitées de 50 et 54 % ; pour les fibres traitées avec 4% de NaOH pendant 30 minutes à une température ambiante. - La résistance à la traction et

		l'allongement à la rupture a augmenté respectivement, de 40 et 23 %, pour les fibres traitées avec 1% de NaOH pendant 30 minutes à une température élevée ($90 \pm 2^\circ\text{C}$).
<i>Balles de riz</i> [JOH 12]	Traitement alcalin avec 4% de NaOH (en poids) à une température de reflux pendant 2h.	- Le traitement alcalin est efficace pour éliminer l'hémicellulose, qui est passé de 33% en poids pour les fibres non traitées à 12% en poids après le traitement alcalin. - Les traitements chimiques des fibres, induit une augmentation de l'indice de cristallinité de 47 à 50%.
<i>Noix de Palmier à huile</i> [IZA 13]	Traitement alcalin avec une solution à 2% de NaOH pendant 30 min à une température ambiante.	- Le traitement alcalin améliore les propriétés mécaniques des fibres. La résistance à la traction, le module d'Young et l'allongement à la rupture des fibres traitées sont plus élevés que ceux pour les fibres non traitées. La résistance à la traction des fibres traitées a augmenté de 52 à 64 MPa.

Cependant, Le Troëdec et al. [TRO 09] ont proposé d'autres types de traitement pour l'amélioration de l'interface fibre du chanvre / matrice. Pour ce faire, plusieurs agents de traitement chimique ont été utilisés tels que : l'hydroxyde de sodium (NaOH), l'éthylène-diamine-tétraacétique (EDTA), le polyéthylène imine (PEI) et le $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Chaque agent a une action complètement différente sur la surface de la fibre soit par la modification de leur nature chimique ou par la modification de l'état de la surface ou la forme du polymère ; par exemple :

- Le traitement alcalin des fibres naturelles avec l'hydroxyde de sodium est connu pour éliminer les matériaux amorphes tels que les hémicelluloses, la lignine et les pectines de la surface de la fibre de chanvre,
- L'éthylène-diamine-tétraacétique est utilisé pour affaiblir le complexe formé entre les pectines et les ions de calcium, ce qui empêche la fixation de la pectine sur la surface de la fibre,
- Le traitement avec le polyéthylène imine, consiste à modifier la charge de la surface des fibres de chanvre qui a été chargé négativement sur la cellulose,
- En plus, le traitement des fibres avec de l'eau de chaux ($\text{pH}=12,7$) permet d'étudier l'influence du pH sur la fixation des ions de calcium.

L'observation au MEB indique la présence d'impuretés sur la surface de la fibre non traitée, notamment la cire et les huiles (figure 2.24a). Le traitement alcalin (figure 2.24b) ou le traitement avec de polyéthylène (figure 2.24d) élimine les impuretés et conduit à une surface sans impuretés. En outre, le traitement avec l'éthylène-diamine-tétraacétique (figure 2.24c)

semble également aider à la séparation de la fibre. De plus, le traitement à la chaux produit une surface suturée avec des nodules de calcium (figure 2.24e).

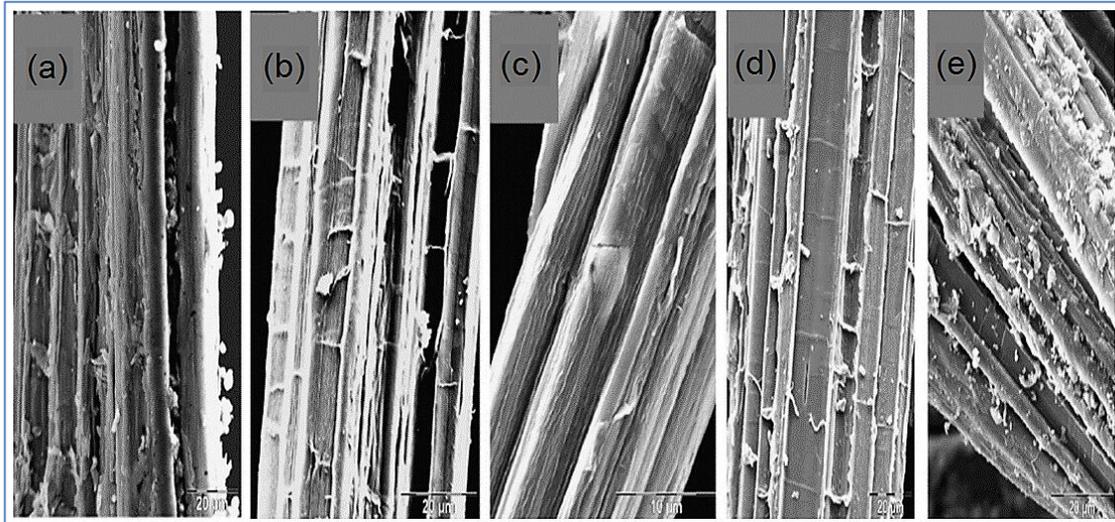


Figure 2.24 : Images MEB des fibres de chanvre : (a) non traités, et traitées chimiquement avec (b) NaOH, (c) avec l'EDTA, (d) avec PEI et (e) avec Ca(OH)₂.

De plus, les résultats des essais mécaniques montrent que le traitement à l'EDTA est plus efficace pour l'amélioration de l'interface fibres /matrice par rapport au traitement avec la soude. Les composites renforcés par des fibres traitées à l'EDTA présentent la plus faible valeur de perte de rigidité égale à 3,6% accompagnée de la résistance maximale égale à 2 MPa.

Selon les auteurs, ce traitement détruit le complexe Pectine / ions de calcium qui se présente sur la surface sous la forme de gel, ce qui implique une diminution de la quantité de calcium absorbé sur la surface. Ce calcium présente à la surface de la fibre un impact sur la résistance des composites. En effet, ce traitement empêche la fixation des ions calcium à la surface des fibres, améliorant ainsi l'interface fibres /matrice. Par ailleurs, le traitement à l'EDTA est plus efficace par rapport à l'amélioration de l'interface Fibres /matrice que le traitement à la soude.

2.5. Conclusion

L'utilisation des fibres végétales en tant que matériau de renforcement dans les composites à matrice cimentaire offre plusieurs avantages, tels que l'amélioration de la résistance à la flexion, la ductilité et les propriétés d'isolation thermique. Cependant, Un aspect très important est la durabilité du composite qui peut être limité en raison de la dégradation des fibres dans des milieux alcalins comme le milieu cimentaire et aussi au caractère hydrophile des fibres, pour cela le traitement des fibres est nécessaire en vue d'améliorer la durabilité des matériaux composites obtenus.

Dans ce chapitre, les études réalisées par les chercheurs ont montré que l'utilisation des fibres végétales comme agents de renforcement dans les matériaux composites est très efficace pour améliorer les propriétés mécaniques des composites comme les résistances à la traction par flexion, la ténacité, la résistance aux chocs. Tandis que la résistance à la compression des composites diminue avec l'augmentation du pourcentage de fibres. Aussi, l'ajout des fibres végétales permet d'obtenir un composite avec une grande capacité d'isolation thermique.

Toutefois, l'incorporation de ces fibres végétales à une matrice peut être limitée, en raison de leur faible durabilité à long terme et aussi à la mauvaise compatibilité entre les fibres et la matrice à pH fortement alcalin. En effet, l'addition des fibres végétales à une matrice cimentaire a un effet néfaste sur leur processus d'hydratation. Les composants amorphes (l'hémicellulose et la lignine) de la fibre sont dissoutes sous l'effet de l'alcalinité de la matrice cimentaire empêchant d'une part la formation de la structure de C-S-H qui est le produit d'hydratation du ciment principal, responsable de la résistance des matériaux cimentaires et conduit d'autre part à la minéralisation de la fibre, affaiblissant ainsi sa structure ce qui provoque la diminution de la durabilité des composites renforcés avec ces fibres. C'est pour cette raison, le traitement des fibres végétales avant d'utiliser en tant que renfort est une priorité majeure.

Il existe deux méthodes efficaces pour améliorer la durabilité des fibres soit par la modification de la matrice par addition minéraux afin de diminuer l'alcalinité de la matrice et la prévention de la dégradation des fibres, soit par le traitement des fibres par des agents hydrofuges protecteurs ou par des agents chimiques pour diminuer la forte capacité d'absorption d'eau et d'améliorer l'adhérence entre la fibre et la matrice.

Le traitement alcalin est un procédé efficace pour modifier la surface de la fibre conduisant à l'amélioration de la force d'adhérence interfaciale et la compatibilité entre la fibre et la matrice. Le traitement alcalin est une procédure du prétraitement chimique qui conduit à l'élimination de l'hémicellulose, une partie de la lignine, les cires, les huiles et les impuretés recouvrant la surface externe de la fibre ce qui permet d'augmenter la rugosité de la surface des fibres, assurant ainsi une bonne adhérence interfaciale.

Chapitre 03

MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

3.1. INTRODUCTION

Ce troisième chapitre présente d'une part les différentes matières premières utilisées dans cette étude et d'autre part, on met en revue les traitements appliqués sur les fibres, les moyens et les techniques expérimentales pour caractériser l'influence des traitements alcalins sur la composition chimique, morphologique et les propriétés d'absorption des fibres. Enfin, on examine l'effet de l'ajout des fibres végétales brutes et traitées sur les propriétés physiques, mécaniques et thermiques des composites à matrice cimentaire.

3.2. Matériaux étudiés

3.2.1. Le Diss

Le Diss (*Ampelodesmos mauritanicus*, famille des Poacées) plante sauvage, très fibreuse (figure 3.1), est une espèce de grande graminée, répandue en Afrique du Nord méditerranéenne et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne [MER 11]. Cette plante est utilisée depuis longtemps pour des applications artisanales et pour la fabrication des écoconstructions à base de terre. La fibre de Diss présente une résistance à la traction de l'ordre de 100 MPa, une masse volumique de 850 kg/m^3 et une structure épineuse, pouvant offrir une forte adhésion à la pâte cimentaire [MER 11] [YAH 11]. Le module d'élasticité des fibres de Diss est de 2,17 GPa. Les fibres contiennent 30% de cellulose et 11% d'hémicellulose [SEL 13].



Figure 3.1 : (a) Plante et (b et c) fibres de Diss.

3.2.2. Le Doum

Le palmier de Doum ou palmier nain (*Chamaerops humilis*, famille des Arecaceae), pousse naturellement dans les pays du bassin méditerranéen. Originaire des régions bordant la Méditerranée occidentale, ce palmier nain ne dépasse pas, à l'état sauvage, un mètre cinquante de hauteur [BNM 12]. Les feuilles toujours vertes, présentent une branche d'éventail complètement ouverte qui est divisée jusqu'au 2/3 et encore plus (figure 3.2) [HSN 13]. Elles sont portées par un long pétiole comportant des épines sur ses marges [KHE 13]. Ses feuilles servent en vannerie pour la confection de chapeaux, balais, corbeilles, nattes et même des cordes. La fibre de doum montre aussi des caractéristiques mécaniques importantes, avec une

résistance à la traction d'environ 140 MPa, une masse volumique de 447 kg/m³ [HAM 13] [ZBI 09] et un module d'élasticité de 6 GPa. Les fibres contiennent 42,3% de cellulose, 42,5% d'hémicellulose et de 18% de lignine [HAM 13].

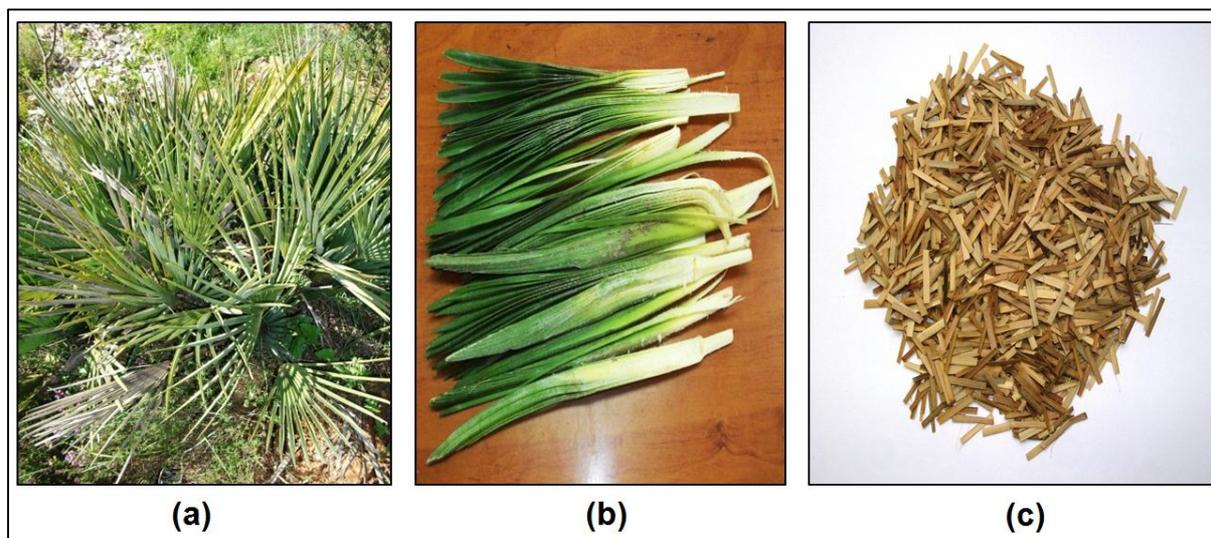


Figure 3.2 : (a) Plante, (b) feuilles de Doum et (c) fibres brutes découpées de Doum.

3.2.3. Ciment :

Il s'agit d'un ciment portland composé (CEM II/A 42.5) à base de pouzzolane. Ses propriétés chimiques, minéralogiques et physiques sont citées dans le Tableau 3.1 [KAM 14].

Tableau 3.1 : Composition chimique et minéralogique du ciment utilisé [KAM 14].

Composition chimique (%)		Composition minéralogique (%) (Par méthode de Bogue)	
SiO ₂	24.82	C ₃ S	55.65
Al ₂ O ₃	5.62	C ₂ S	20.18
Fe ₂ O ₃	3.07	C ₃ A	9.77
CaO	61.00	C ₄ AF	9.50
MgO	0.74	Gypse	4.00
SO ₃	2.45		
Na ₂ O	0.30		
K ₂ O	0.43		
CaO libre	0.94		
Perte au feu	1.71		

3.2.4. Sable

Le sable concassé utilisé provient de la carrière de l'ENG Sidi-Abdelli (Wilaya de Tlemcen), de nature calcaire, d'une classe granulaire 0/4 et de masse volumique apparente de 1.42 g/cm^3 .

3.2.5. Eau utilisée

Il s'agit de l'eau du robinet du pôle universitaire de Chetouane à Tlemcen. Sa composition chimique est consignée dans le Tableau 3.2. Elle répond aux prescriptions de la norme [NF EN 1008].

Tableau 3.2 : Composition chimique de l'eau utilisée (mg/l) [HAS 13].

Ca^{2+}	Mg^{2+}	Na^+	K^+	Cl^-	SO_4^{2-}	CO_3^{2-}	NO_3^-	pH	T (°C)
74.4	49.0	40.0	5.0	95.0	170.0	300.0	42.3	7.5	17.1

3.3. Méthodes expérimentales

Le traitement des fibres est basé sur les résultats d'études récentes [IZA 13] [OUD 11] [RAJ 11] [ALA 09] [SYM 08].

3.3.1 Prétraitement des fibres :

Les fibres de Diss et de Doum sont découpées manuellement à 10 mm de longueur et sont bien lavées à l'eau pour éliminer la poussière. Elles sont ensuite séchées dans l'étuve à 60°C pendant 24h afin de garantir une teneur en humidité constante. A ce stade, les fibres séchées sont désignées sous le nom de fibres brutes. Les traitements de surface à l'aide de la soude sont ensuite appliqués sur les fibres sèches.

3.3.1.1. Traitement alcalin avec de faibles concentrations de NaOH à température ambiante

Chacune de ces deux fibres (Diss et Doum) sont trempées dans une solution contenant 1, 2 et 3% de NaOH pendant 30 minutes à température ambiante. Puis, les fibres sont lavées à l'eau courante et distillée pour enlever les dernières traces de soude qui restent collées à la surface des fibres. Enfin, elles sont séchées à l'étuve à 60°C pendant 24h (figures 3.3 et 3.4).

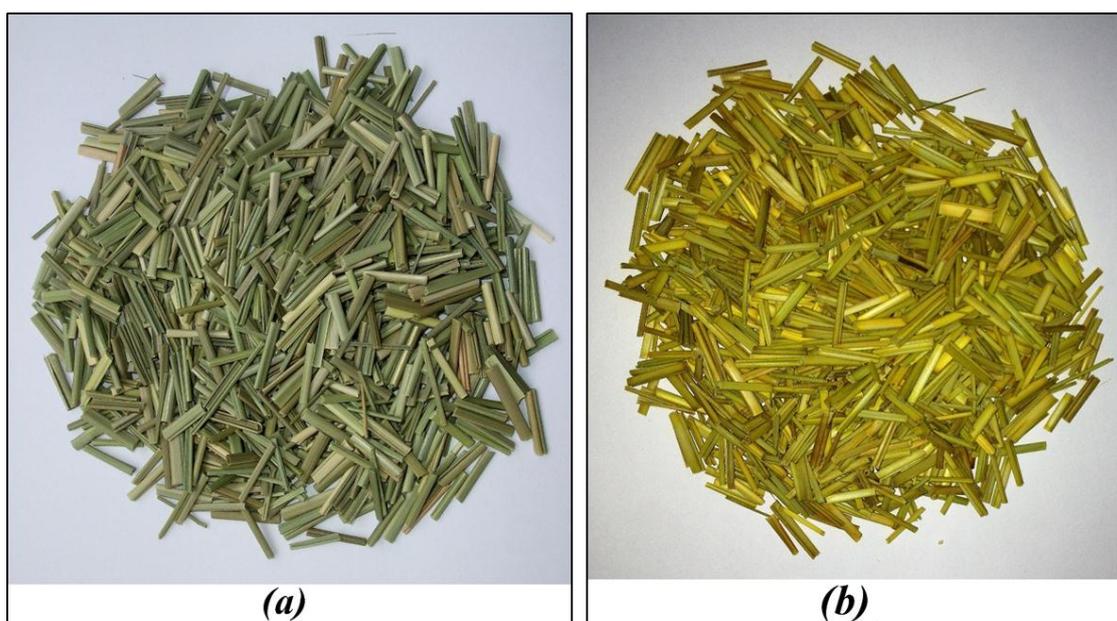


Figure 3.3 : Fibres de Diss (a) brutes et (b) traitées avec de faibles concentrations de NaOH.

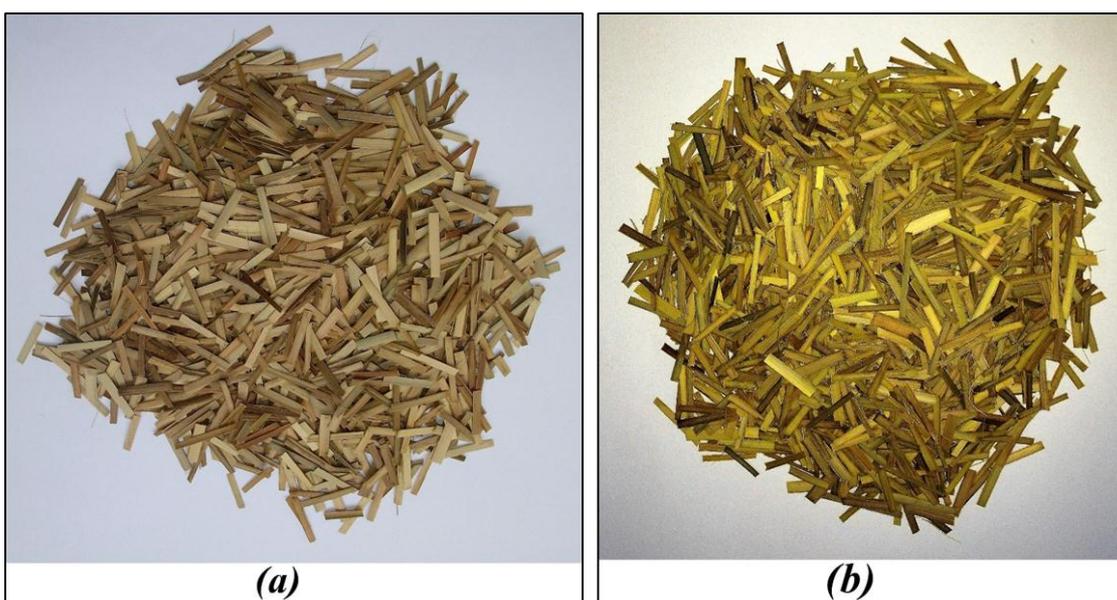


Figure 3.4 : Fibres de Doum (a) brutes et (b) traitées avec de faibles concentrations de NaOH.

3.3.1.2. Traitement alcalin avec une forte concentration de NaOH à température élevée

Les deux fibres sont trempées dans une solution contenant 20% de NaOH, où le volume total de la solution est de quatre fois le poids des fibres. Le récipient est placé dans une étuve où la température est portée à 160°C pendant 45 minutes. Les conditions de ce traitement sont les mêmes que ceux utilisés dans l'industrie du papier où le procédé consiste à immerger les échantillons dans une solution à concentration moyenne de 20% de NaOH et une température variant entre 160° et 175°C pendant une durée allant de 2 à 5 heures. Le choix de la durée de cuisson est liée à la nature des fibres végétales et au taux de délignification [KHI 10] [PAS 12] [MAR 11] [MON 98] [MÂN 04]. Dans notre cas, nous avons utilisé 45 minutes car

nous avons remarqué qu'au-delà, la fibre perd sa forme initiale et commence à se transformer en pâte (figures 3.5 et 3.6).

Les fibres, une fois sorties de l'étuve, sont mises au contact de l'eau (choc thermique, $T = 20 \pm 3^\circ\text{C}$). Elles sont lavées à l'eau courante et distillée afin d'enlever les dernières traces de soude qui restent collées à la surface des fibres. Ensuite, elles sont séchées à l'étuve à 60°C pendant 24h.

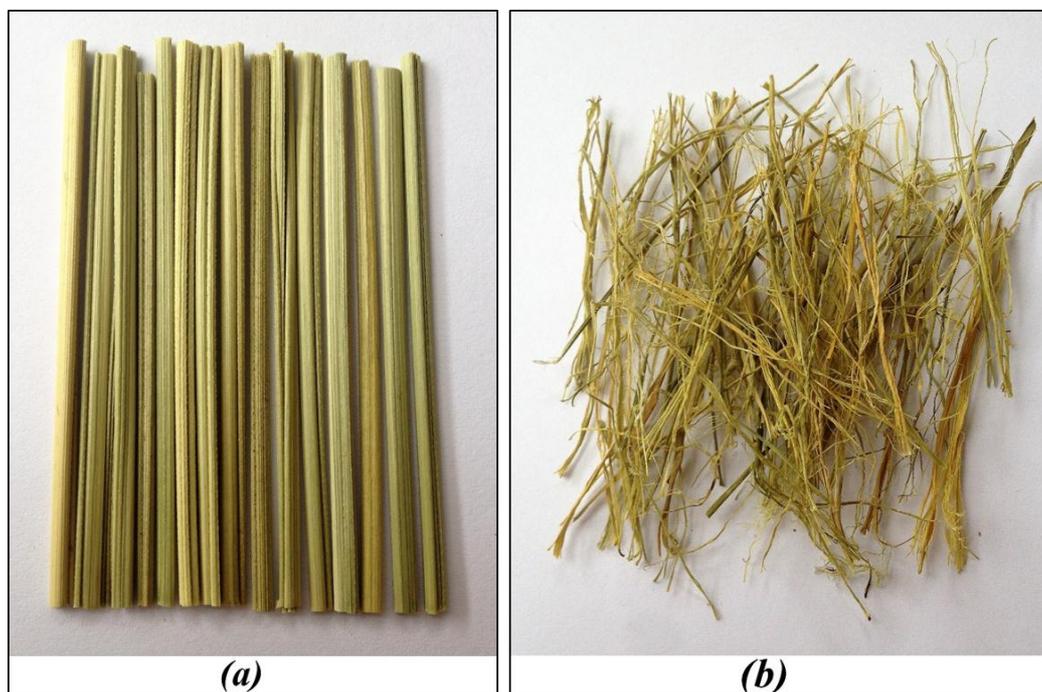


Figure 3.5 : Fibres de Diss (a) brutes et (b) traitées à forte concentration de NaOH.

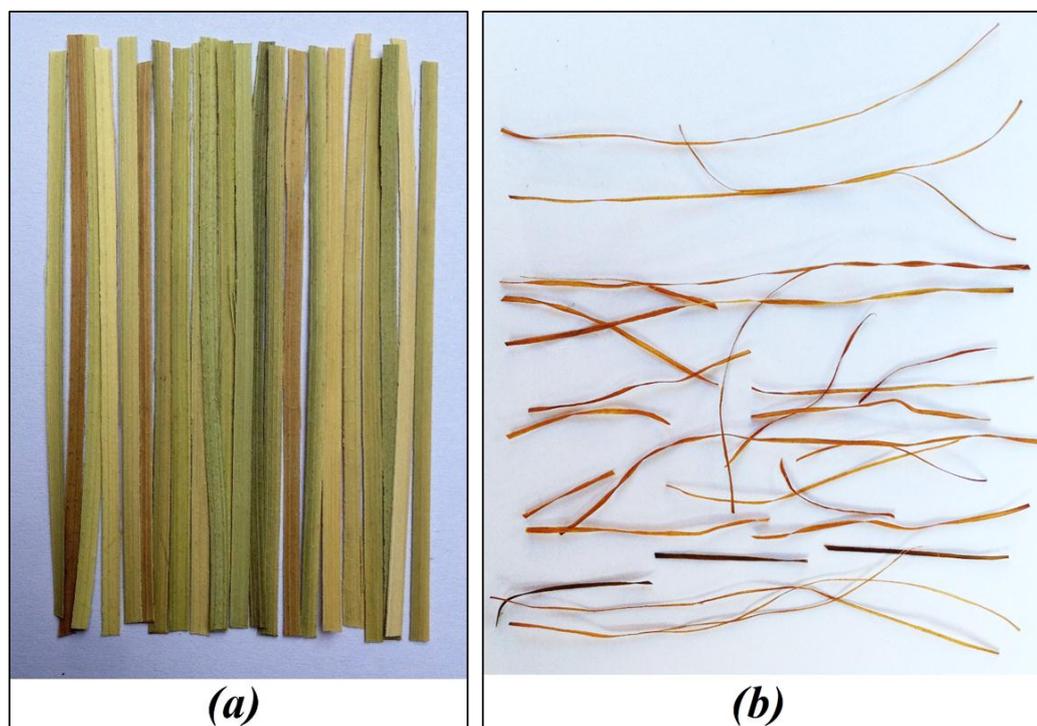


Figure 3.6 : Fibres de Doum (a) brutes et (b) traitées à forte concentration de NaOH.

Le Tableau 3.3, présente les notations relatives aux différents traitements chimiques appliqués aux fibres de Diss et de Doum.

Tableau 3.3 : Traitement chimique appliqué aux deux fibres.

Notation	Traitement chimique
DIB	Aucun traitement appliqué (fibres de Diss brutes)
DI1	Fibres de Diss traitées à 1% de NaOH pendant 30 minutes à température ambiante
DI2	Fibres de Diss traitées à 2% de NaOH pendant 30 minutes à température ambiante
DI3	Fibres de Diss traitées à 3% de NaOH pendant 30 minutes à température ambiante
DI20	Fibres de Diss traitées à 20% de NaOH pendant 45 minutes à 160°C
DOB	Aucun traitement appliqué (fibres de Doum brutes)
DO1	Fibres de Doum traitées à 1% de NaOH pendant 30 minutes à température ambiante
DO2	Fibres de Doum traitées à 2% de NaOH pendant 30 minutes à température ambiante
DO3	Fibres de Doum traitées à 3% de NaOH pendant 30 minutes à température ambiante
DO20	Fibres de Doum traitées à 20% de NaOH pendant 45 minutes à 160°C

3.3.2. Confection des éprouvettes

Les éprouvettes seront confectionnées à base d'un mortier de référence (témoin) élaboré conformément à la norme EN 196-1. Pour le mortier témoin, la composition : ciment, sable et eau est de 1:3:0.5 avec 450 ± 2 g de ciment, 1350 ± 5 g de sable et 225 ± 1 g d'eau.

Concernant les mortiers de fibres, différents pourcentages massiques (rapportés au liant) de fibres brute ou traitée de Doum et de Diss sont ajoutés au mélange : 0.5, 1, 1.5, 2,3 et 4%. L'arrêt à ce dernier pourcentage est lié, au problème de malaxage, car au-delà de 4% les fibres s'agglomèrent sous forme de mottes, conduisant à une mauvaise dispersion dans la matrice. De plus, la longueur des fibres choisie est de 1cm afin d'assurer une répartition homogène des deux types de fibres dans le mortier composite produit.

Pour le mortier fibré, nous nous sommes inspirés des travaux de Kriker et al. [KRI 08], en vue de favoriser et faciliter la dispersion des fibres végétales dans le mélange. En effet, la première étape de préparation consiste à imbiber les fibres dans 10% du volume total de l'eau de gâchage (en considérant aussi l'eau absorbée par les fibres) pendant cinq minutes, ensuite, malaxer le sable avec 30% d'eau pendant 30 secondes, puis, les fibres végétales humides sont ajoutées progressivement avec 30% de l'eau en conservant le malaxage pendant trois minutes

afin d'éviter l'absorption brusque d'une grande quantité de l'eau de gâchage et aussi pour obtenir une parfaite homogénéité. La deuxième étape consiste à ajouter le ciment et le reste de l'eau progressivement en conservant le malaxage pendant deux minutes et demi. Nous avons noté qu'après avoir suivi la démarche de Kriker, le problème de mottage dans le malaxage ne se pose pas du tout pour nos échantillons dont la répartition des fibres est homogène. Les échantillons ont été placés dans des moules prismatiques en acier de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ pendant 24h. Après le démoulage, les éprouvettes de mortier sont laissées dans l'eau pour durcir jusqu'à l'échéance de l'essai auquel elle est soumise. Les désignations des différents mélanges de mortier sont notées dans le Tableau 3.4.

Tableau 3.4 : Nomenclature des spécimens de mortier étudiés dans le présent travail.

Teneur en fibres (%)	Rapport des composants (C:S) ^a	Mortiers à base des différents pourcentages de fibres			
		Fibres de Diss brutes	Fibres de Diss traitées à 3% de NaOH	Fibres de Doum brutes	Fibres de Doum traitées à 1% de NaOH
0.0	1: 3	MT	-	-	-
0.5	1: 3	MDIB05	MDIT05	MDOB05	MDOT05
1.0	1: 3	MDIB10	MDIT10	MDOB10	MDOT10
1.5	1: 3	MDIB15	MDIT15	MDOB15	MDOT15
2.0	1: 3	MDIB20	MDIT20	MDOB20	MDOT20
3.0	1: 3	MDIB30	MDIT30	MDOB30	MDOT30
4.0	1: 3	MDIB40	MDIT40	MDOB40	MDOT40

^a C: ciment, S: sable.

3.3.3. Méthodes d'essai

3.3.3.1. La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed InfraRed spectroscopy) est une des méthodes les plus efficaces pour l'analyse d'éléments organiques et de certains éléments inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles, parce qu'elle donne de l'information sur les structures moléculaires et la nature chimique du matériau analysé. Cette méthode est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet, par la détection de vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des molécules présentes dans le matériau [SED 07] [BOU 08].

L'objectif d'utilisation de FTIR dans cette étude, est de mesurer le changement de la composition chimique de surface des fibres après les différents traitements alcalins qu'elles subissent. Les mesures ont été effectuées en utilisant un spectromètre ALPHA Bruker, équipée d'une ATR Diamant assisté par un micro-ordinateur (figure 3.7). La réflexion totale atténuée (ATR) est une technique d'échantillonnage qui permet d'examiner des échantillons directement à l'état solide ou liquide, sans autre préparation. Les échantillons sous forme de

poudres finement broyées préalablement, sont simplement placées sur le cristal de diamant d'ATR et analysées en quelques secondes. L'analyse spectrale FTIR a été réalisée dans une gamme spectrale comprise entre 375 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 2 cm^{-1} .



Figure 3.7 : Spectromètre infrarouge ALPHA Bruker (Laboratoire de Chimie Des Polymères-LCP- Université d'Oran, Algérie).

3.3.3.2. Diffraction aux rayons X (DRX)

La diffraction aux rayons X est une technique d'analyse non destructive la plus avancée pour identifier la structure cristalline et le taux de cristallinité de la matière analysée. C'est une méthode d'analyse physico-chimique basée sur la capacité des matériaux de diffracter le rayon X. Elle ne fonctionne que sur la matière cristallisée (minéraux, métaux, céramiques, polymères semi-cristallins, produit organique cristallisé) et non sur la matière amorphe dont l'arrangement des atomes est irrégulier (liquide, polymère amorphes, verres) [HAM 16].

La base physique de diffraction des rayons X est la loi de Bragg, découverte, en 1912 par Sir William Henry Bragg (1862 - 1942) (père) et son fils William Lawrence Bragg (1890 - 1971), qui ont été alors âgés de 50 et 22 ans, respectivement. Ils ont reçu, en 1915, le prix Nobel de physique pour leurs services dans l'analyse de la structure cristalline au moyen des rayons X. Cette loi permet de calculer la position des atomes dans un cristal en utilisant la façon dont ce réseau cristallin diffracte les rayons X. Bragg a expliqué ces résultats par la modélisation du cristal comme un ensemble de plans parallèles discrets, séparés par une distance constante d . Lorsque l'on bombarde un cristal à l'aide de rayons X d'une longueur d'onde λ , les rayons incidents sont réfléchis comme par un miroir par chacun des atomes des différents plans parallèles, produisant un phénomène de diffraction. Ces rayons diffractés, interfèrent entre eux. Le pic de Bragg ne se produit que si lorsqu'un faisceau monochromatique de rayon X incident est diffracté par les plans atomiques, interfère de façon constructive conformément à la loi de Bragg [BRA 12] [ROB 13] [DUC 12]. Une interférence constructive se produit, si la différence du chemin optique entre les rayons X qui sont diffractés à partir des plans successifs (plan d'atomes parallèles) est $2d\sin\theta$, est égal à un multiple entier de la longueur d'onde (λ) des rayons X (figure 3.8) ; d'où la loi de Bragg [BRA 12] :

$$2d\sin\theta = n\lambda$$

Où :

d = distance inter-réticulaire, c'est-à-dire distance entre deux plans cristallins,

θ = l'angle entre la direction incidente des rayons X et le plan diffracté,

n = ordre de réflexion (nombre entier),

λ = longueur d'onde des rayons X incidents.

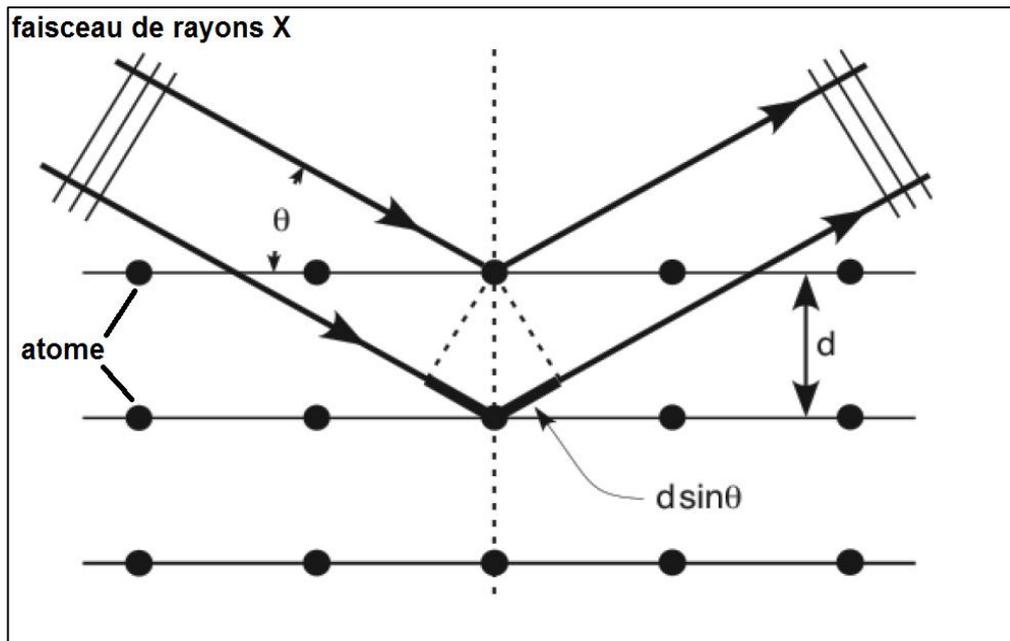


Figure 3.8 : Démonstration de la loi de Bragg.

Dans cette étude, afin d'évaluer l'influence des traitements sur la cristallinité des fibres, des analyses par diffraction aux rayons X ont été appliquées. Les échantillons ont été examinés sous forme de poudre, préparés comme suit : les échantillons de fibres ont tout d'abord été broyés mécaniquement à l'aide d'un moulin électrique type Moulinex, puis ont été broyés manuellement à sec au mortier en céramique, et tamisés jusqu'à l'obtention d'une poudre passant au tamis de $80 \mu\text{m}$. Chaque échantillon sous forme de poudre broyée a été placé sur le porte échantillon et nivelé pour obtenir une exposition totale et uniforme aux rayons X. Ensuite, le porte échantillon est installé dans un support standard au cœur du cercle goniométrique du diffractomètre. Les échantillons ont été analysés à l'aide d'un diffractomètre à rayons X de type Bruker AXS D8 Advance à température ambiante en utilisant un rayonnement $K_{\alpha 1}$ du cuivre ayant une longueur d'onde λ ($K_{\alpha 1}\text{Cu}$) égale à 1.5418 \AA (Figure 3.9). L'intensité diffractée du rayonnement $K_{\alpha} \text{Cu}$ a été enregistrée entre 2θ compris entre 5° et 60° , avec des incréments de $0,02^\circ$, en utilisant une tension de 40 kV et un courant de 40 mA .

Le pilotage du diffractomètre est fait par un micro-ordinateur et l'acquisition des données est effectuée à l'aide du logiciel XRD Commander, donnant la possibilité de choisir les exigences opératoires. Les diagrammes résultant des intensités diffractées en fonction de l'angle 2θ ont

été enregistrés sous forme de fichier type (.raw). De plus, l'utilisation de la diffraction aux rayons X est un moyen pratique pour la détermination de l'indice de cristallinité des fibres naturelles.

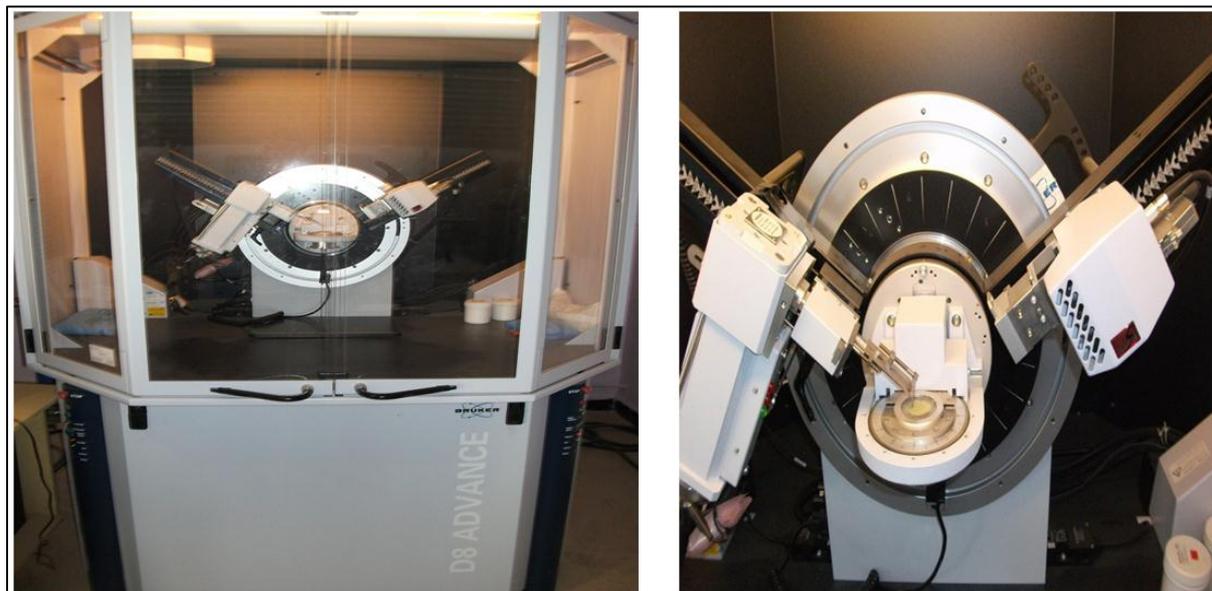


Figure 3.9 : Diffractomètre à rayons X type Bruker AXS D8 Advance (Laboratoire de Chimie Des Polymères-LCP-Université d'Oran, Algérie).

3.3.3.2.1. Indice de Cristallinité :

La cristallinité des fibres naturelles a été évaluée à partir de l'indice de cristallinité, qui est calculé selon la méthode empirique de Segal [SEG 59] à partir de l'équation (1) qui utilise les intensités maximales des raies 002 (I_{002}) à un angle 2θ compris entre 21° et 23° et l'intensité minimale I_{am} , pour l'angle 2θ compris entre 18° et 20° (figure 3.10). Segal a développé leur méthode empirique afin d'estimer le degré de cristallinité de la cellulose native (Cellulose I) [PAR 07].

$$I_{Cr}(\%) = \frac{(I_{002} - I_{am})}{I_{002}} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

Où :

I_{002} est l'intensité maximale de diffraction du pic treillis (002) à un angle 2θ compris entre 21° et 23° , ce qui représente à la fois les matériaux cristallins et amorphes. I_{am} est l'intensité de la diffraction du matériau amorphe, qui est prise à un angle de 2θ entre 18° et 20° où l'intensité est au minimum [SEG 59] [DAI 13].

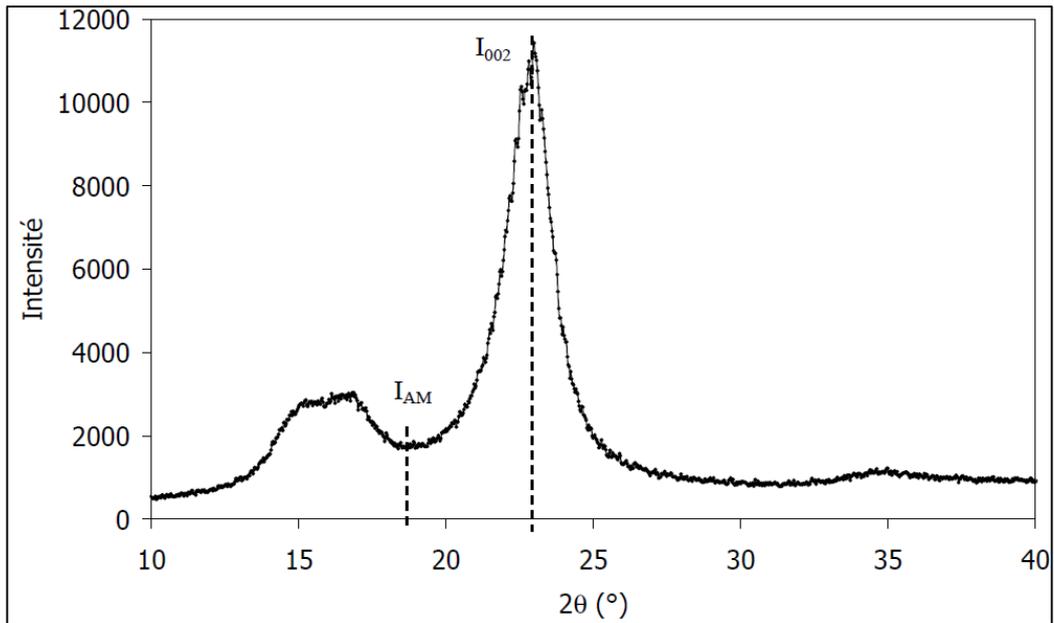


Figure 3.10 : Diffractogramme type d'une fibre de chanvre entre 10° et 40° [SED 07].

3.3.3.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM en anglais : Scanning Electron Microscopy) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions entre les électrons et la matière. Cette technique d'analyse est capable de produire des images à haute résolution de la surface d'un échantillon.

Le but de l'utilisation de la microscopie électronique à balayage dans cette étude est d'étudier l'influence de chaque traitement chimique sur la modification de la morphologie de la surface de la fibre végétale. Les examens microscopiques ont été effectués à l'aide d'une microscopie électronique à balayage type HIRACHI-TM1000 qui permet des grossissements allant jusqu'à 10.000 fois (figure 3.11). La tension d'accélération est de 15 kV. Les échantillons de fibres végétales ont été déposés et fixés sur le porte échantillon, puis l'ensemble est introduit dans la chambre du MEB afin d'analyser les échantillons microscopiquement. Le pilotage de l'instrument s'effectue à l'aide d'un micro-ordinateur.



Figure 3.11 : Microscopie électronique à balayage type HIRACHI-TM1000 (Laboratoire LRM, Faculté des Sciences, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, Algérie).

3.3.3.4. Absorption des fibres végétales

3.3.3.4.1. Mesure du coefficient d'absorption d'eau des fibres végétales :

La détermination du coefficient d'absorption d'eau des fibres végétales de Diss et Doum est réalisée selon la méthode décrite par Juarez et al. [JUA 09] dans ses travaux sur l'utilisation des fibres végétales d'agave en tant que renfort dans les matériaux composites à base de ciment.

Ces mesures ont été effectuées sur une petite quantité d'environ 1g de chaque type de fibres brute et traitée. Les pertes de masse ont été déterminées à l'aide d'une balance numérique type ANALYTICAL BALANCE de Modèle PAJ 1003C, OHAUS corporation avec une précision de pesée de 0,001g (figure 3.12).

Les fibres sont d'abord séchées à l'étuve à 70°C [ROS 11] pendant 24 heures (stabilité de masse), puis pesées afin de connaître la masse sèche (M_0). Le choix de la température de 70°C au lieu de 105°C (choisie par Juarez [JUA 09] et Magniont [MAG 10]) est lié à la détérioration de la fibre par la température de 105°C. Selon les résultats des travaux d'Antoine le Duigou [DUI 12] et Christophe Baley [BAL 12], l'exposition des fibres à une température élevée de 105°C pendant 14 heures, provoque une détérioration et une dégradation de la fibre conduisant à une diminution importante de ses propriétés mécaniques avec une perte de résistance à la traction de la fibre de 45%, du module d'Young de 20% et de la contrainte à la rupture (σ) sous l'effet de traction de 33%. Cette température réduit aussi, la force interfaciale entre la fibre et la matrice.

Ensuite, les échantillons de fibres sont immergés dans un bain d'eau distillé à une température ambiante pendant 5, 15, 30, 60 minutes et 24 heures. Après chacune de ces périodes d'immersion, les fibres sont sorties de l'eau, essuyées et séchées superficiellement en utilisant un papier absorbant pour enlever tout excès d'eau présent sur la surface de la fibre, puis les fibres sont pesées (M_t). Le coefficient d'absorption d'eau des fibres est donc calculé selon l'équation 2.

$$Absorption (\%) = \frac{(M_t - M_0)}{M_0} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

Où :

M_0 : Masse sèche des fibres (g),

M_t : Masse des fibres saturées, superficiellement sèche après immersion à l'instant t (g),



Figure 3.12 : Balance analytique type OHAUS avec une précision de pesée de 0,001g (Laboratoire EOLE, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, Algérie).

3.3.3.5. Propriétés physiques des composites

3.3.3.5.1. Détermination de la masse volumique apparente et la porosité accessible à l'eau :

La mesure de la masse volumique apparente (M_{vapp}) et la porosité accessible à l'eau (n) des échantillons de mortier durci (témoin et fibré) ont été réalisées selon le protocole AFPC-AFREM [ARL 07] [MAG 10]. Les éprouvettes 4x4x16 cm³, âgées de 28 et 90 jours sont sciées en deux. Les demi-éprouvettes obtenues sont utilisées pour les essais (figure 3.13). Les valeurs obtenues correspondent à la moyenne de trois essais.

La masse volumique apparente (M_{vapp}) et la porosité accessible à l'eau (n) sont calculées suivant les équations 3 et 4 :

$$M_{vapp} = \frac{M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \times \rho_{eau} \dots\dots\dots(3)$$

$$n = \frac{(M_{air} - M_{sec})}{(M_{air} - M_{eau})} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

Où :

- M_{vapp} : Masse volumique apparente du mortier (kg/cm³),
- n : Porosité accessible à l'eau du mortier (%),
- M_{eau} : Masse de l'échantillon saturé, immergé dans l'eau (kg),
- M_{air} : Masse de l'échantillon saturé, imbibé pesé à l'air (kg),
- M_{sec} : Masse de l'échantillon sec, pesé à l'air (kg),
- ρ_{eau} : Masse volumique de l'eau (kg/m³),



Figure 3.13 : Essais de porosité accessible à l'eau (Laboratoire EOLE, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, Algérie)

3.3.3.5.2. Détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité

Les mesures de capillarité sont réalisées selon les prescriptions de la norme AFPC-AFREM [ARL 07] [MAG 10] sur des demi-éprouvettes de dimensions 4x4x8 cm³. Ces spécimens ont été revêtus d'un matériau imperméable à l'eau sur leurs surfaces latérales pour assurer l'absorption d'eau uni-axiale. Les échantillons sont d'abord séchés à l'étuve à la température de 60°C jusqu'à la stabilisation de la masse, puis laissés à l'air libre et pesés à l'aide d'une balance de précision 0.01 g, afin de déterminer leur poids à l'état sec M_0 . Les échantillons sont ensuite placés sur un lit de gravier dans des récipients en plastique peu profonds, contenant de l'eau. La profondeur d'immersion des surfaces d'échantillon pendant le test d'absorption est de 2 à 3 mm. Après chaque échéance de submersion, les échantillons sont prélevés de l'eau, essuyés et séchés superficiellement à l'aide d'un papier absorbant pour enlever l'excès d'eau présente sur la surface puis pesés (M_t). Les valeurs obtenues correspondent à la moyenne de trois essais. L'absorption est mesurée par pesées successives, à partir de l'expression 5 :

$$C = \frac{M_t - M_0}{A} \dots\dots\dots(5)$$

Où :

- C : Coefficient d'absorption capillaire (kg/m²),
- M_t : Masse de l'éprouvette à l'instant t (kg),
- M_0 : Masse initiale de l'éprouvette (kg),
- A : Section immergée de l'éprouvette (m²),

3.3.3.6. Performances mécaniques

3.3.3.6.1. Déterminations des résistances mécaniques

3.3.3.6.1.1. Essai de traction par flexion

L'essai de flexion trois points est réalisé conformément à la norme européenne EN 196-1. Les éprouvettes prismatique 4x4x16 cm³ (figure 3.14) sont préparées et testées après des cures de 7, 28 et 90 jours afin d'étudier l'évolution de la résistance à la traction par flexion en fonction du temps. Pour chaque formulation de mélange, les valeurs obtenues correspondent à la moyenne de trois essais.



Figure 3.14 : Eprouvette et essais de traction par flexion 3 points (Laboratoire EOLE, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, Algérie).

3.3.3.6.1.2. Essai de compression

Les demi-échantillons de mortiers témoin et fibré, issues de l'essai de flexion 3 points, sont écrasées aux mêmes âges : 7, 28 et 90 jours pour apprécier leurs résistances à la compression (EN 196-1). Les valeurs obtenues correspondent à la moyenne de 6 essais.

3.3.3.7. Propriétés thermiques

3.3.3.7.1. Conductivité thermique

La conductivité thermique des échantillons de mortier a été déterminée en fonction de la procédure similaire à celle décrite dans ASTM D5930-97. La conductivité thermique à diverses humidités du mortier, après 28 jours de durcissement, a également été déterminée. La conductivité thermique est mesurée après la saturation totale et après différents temps de séchage dans l'étuve à 60°C, afin d'examiner l'effet de la teneur en eau sur la conductivité thermique des échantillons.

La saturation des échantillons a été réalisée selon les recommandations de la norme AFPC-AFREM [ARL 07]. La conductivité thermique a été déterminée à l'aide d'un conductivimètre à fil chaud NeoTIM FP2C (Figure 3.15).



Figure 3.15 : FP2C Conductivimètre Fil Chaud – Neotim (Laboratoire PRISME, Polytech'Orléans, Université d'Orléans, France)

3.3.3.7.2. Analyse thermogravimétrique - Calorimétrie différentielle à balayage

L'analyse thermogravimétrique (TGA) couplée aux mesures de la Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a été utilisée pour étudier la dégradation thermique et le comportement de combustion des échantillons étudiés. Les échantillons sont chauffés dans une gamme de température entre 22 et 1000°C avec un pas de chauffage de 5°C/min. Les expériences thermogravimétriques ont été effectuées sur un analyseur thermogravimétrique (TGA / DSC, LINSEIS STA PT1000) (figure 3.16).

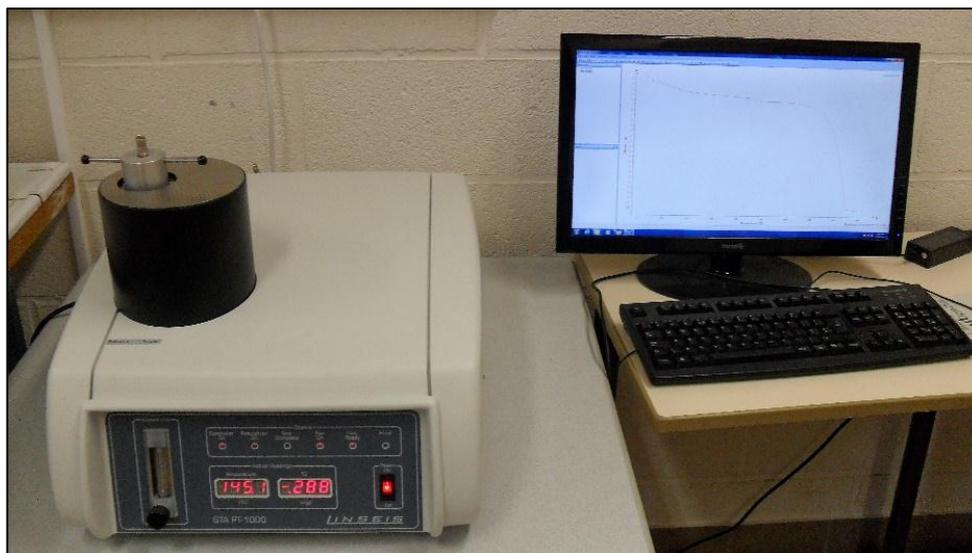


Figure 3.16 : Analyseur thermogravimétrique (TGA / DSC, LINSEIS STA PT1000)
(Laboratoire PRISME, Polytech'Orléans, Université d'Orléans, France).

3.4. Conclusion

Dans ce troisième chapitre, nous avons présenté les matériaux et les méthodes expérimentales utilisées dans cette étude. Par ailleurs, nous avons détaillé les différentes méthodes de traitement chimiques appliquées aux fibres végétales et les moyens et techniques de caractérisation (FTIR, DRX et MEB) que nous avons utilisé pour l'étude de l'effet des traitements alcalins sur les propriétés chimiques, morphologiques et d'absorption des deux fibres utilisées. Nous avons également montré les protocoles d'essais utilisés dans cette recherche pour la détermination des propriétés physiques (masse volumique, porosité, absorption d'eau), mécaniques (résistance à la compression et de traction par flexion) et thermiques (conductivité et dégradation thermique) des composites cimentaires renforcés avec les fibres végétales.

Chapitre 04

PROPRIETES DES FIBRES VEGETALES SEULES ET DES MORTIERS RENFORCES

4.1. INTRODUCTION

Dans ce quatrième chapitre, nous étudions l'effet des différents traitements alcalins appliqués sur les deux fibres végétales : sur leur structure chimique, leur cristallinité, leur morphologie et leur absorption en eau. L'analyse et l'interprétation des résultats obtenus comme l'analyse par infrarouge, la diffraction par l'analyse au microscope électronique à balayage, l'absorption des fibres sont présentés dans ce chapitre.

On mettra ensuite l'accent sur l'effet de l'augmentation des taux d'inclusion des deux fibres végétales (Diss et Doum) brutes et traitées sur les propriétés physiques (la masse volumique, la porosité accessible à l'eau et l'absorption d'eau) et mécaniques (la résistance à la compression et la flexion) des composites fibrés.

Enfin, on présente les résultats du comportement thermique des composites à base de fibres végétales brutes et traitées de Diss et Doum, notamment la conductivité thermique et la dégradation thermique de ces composites.

4.2. TRAITEMENTS ALCALINS

4.2.1. L'analyse par spectroscopie infrarouge des fibres

Des analyses par spectroscopie infrarouge ont été réalisées dans le but d'identifier les modifications opérées par les traitements alcalins sur les composantes chimiques, particulièrement amorphes des fibres végétales. Les figures 4.1 et 4.2 comparent respectivement les spectres infrarouges des fibres de Diss et Doum brutes et traitées.

La comparaison des spectres enregistrés indique que les différents traitements alcalins ont entraîné des changements dans la composition chimique des fibres, notamment la réduction de l'intensité du signal à 1732 cm^{-1} et à 1240 cm^{-1} pour les fibres de Diss et à 1734 cm^{-1} et à 1245 cm^{-1} pour la fibre de Doum par rapport à celui des fibres brutes. De plus, pour les fibres de Diss et de Doum traitées avec 1, 2 et 3% de NaOH, l'augmentation du dosage de soude jusqu'à 3% induit une réduction importante de l'intensité du pic correspondant aux groupes carbonyles C=O ($1732\text{--}1734\text{ cm}^{-1}$) caractéristique des hémicelluloses. La réduction de l'intensité du pic est due à une hydrolyse partielle des hémicelluloses en milieu alcalin, caractérisée par la rupture des liaisons C-O-C entre deux monomères [SED 07] [DOT 11] [SGR 08]. En outre, il est remarquable aussi que le pic à ($1240\text{--}1245\text{ cm}^{-1}$) correspondant à la vibration d'élongation des liaisons C-O du groupe acétyle de la lignine est diminué avec l'augmentation du dosage de NaOH jusqu'à 3% [SAR 14] [SEK 13] [MOH 12] [KIM 10] [GU 09] [SGR 08]. Cette diminution de l'intensité du signal est due à l'élimination partielle de la lignine à partir des fibres, notamment de leur surface par la solution alcaline pendant le processus de traitement chimique surfacique des fibres.

Cependant, pour le traitement des fibres de Diss et de Doum avec 20% de NaOH à 160°C , le grand pic correspondant aux groupes carbonyles C=O ($1732\text{--}1734\text{ cm}^{-1}$) caractéristique des hémicelluloses, a disparu. Ceci est dû à l'extraction importante de l'hémicellulose contenue dans les fibres au cours du traitement. Le pic à ($1240\text{--}1245\text{ cm}^{-1}$) correspondant à la vibration d'élongation des liaisons C-O du groupe acétyle de la lignine a également disparu après ce traitement avec une forte concentration de soude à haute température. Cela indique que ce traitement a éliminé aussi la lignine présente dans la fibre. Selon Do Thi [DOT 11], il est

difficile d'affirmer que les pics de lignine disparaissent totalement car elle fait partie d'un groupe de pic assez touffu ; il peut être seulement diminué et se trouve maintenu noyé dans le pied des pics adjacents.

Ces résultats sont en accord avec les recherches antérieures [SAR 14] [SEK 13] [MOH 12] [KIM 10] [SGR 08] [SED 07] [DOT 11].

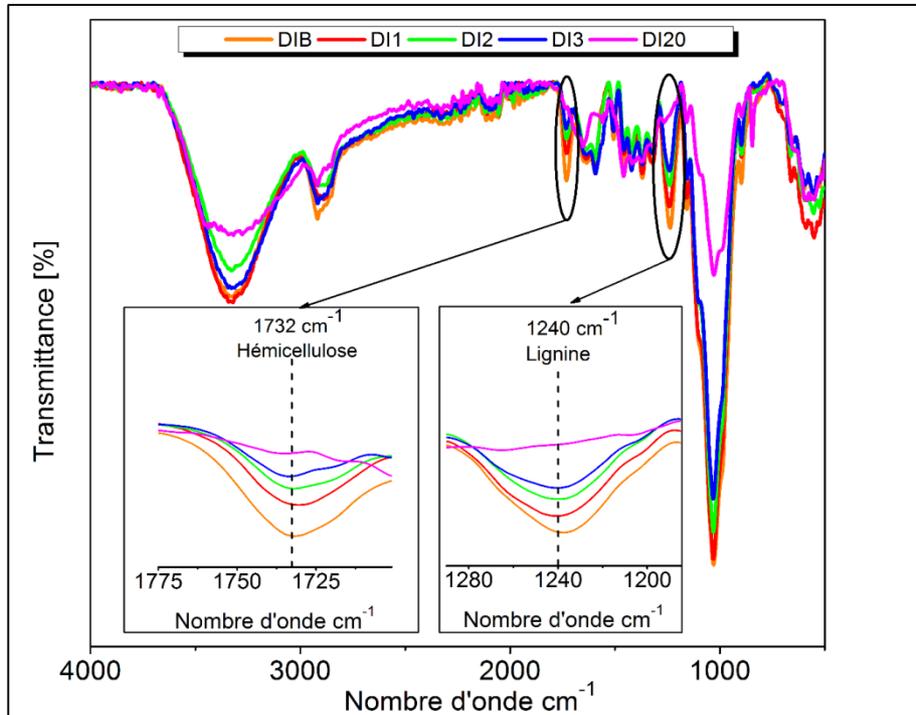


Figure 4.1 : Spectre infrarouge des fibres de Diss brutes et traitées.

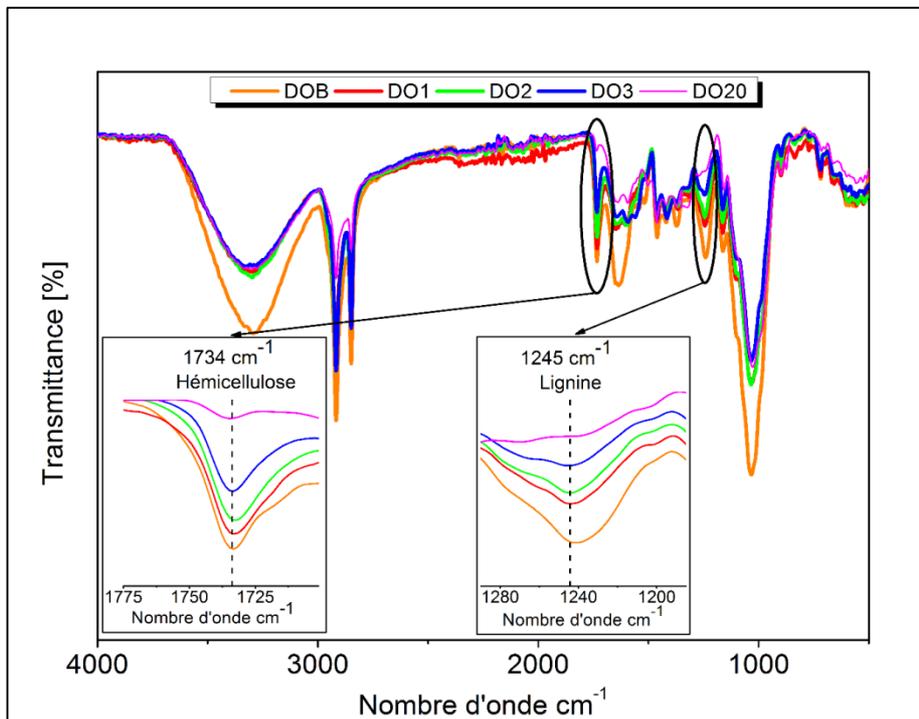


Figure 4.2 : Spectre infrarouge des fibres de Doum brutes et traitées.

4.2.2. Diffraction des rayons X des fibres végétales

4.2.2.1. L'analyse spectrale

Les figures 4.3 et 4.4 présentent les diagrammes de DRX des fibres de Diss et de Doum brutes et traitées. On peut observer à partir de la figure 4.3 que, les échantillons de Diss bruts et traités avec 1, 2 et 3% de NaOH montrent tous un pic majeur, situé à 2θ compris entre 21.8° et 22.5° . Alors que pour les fibres de Doum brutes et traitées avec 1, 2 et 3% de NaOH, montrent un pic principal qui se situe à 2θ compris entre 21.4° et 22.7° (figure 4.4). Ce pic correspond au plan cristallographique (002) de la cellulose I. D'autres pics bien définis, se situent à environ $2\theta = 15^\circ$ et 35° pour les fibres de Diss et à environ $2\theta = 16^\circ$ et 35° pour les fibres de Doum, qui correspondent, respectivement, aux plans cristallographiques (10-1) et (040) de la cellulose native (cellulose I) [GUP 13] [BEN 12] [OUD 11] [TSE 05] [OUA 05]. Il est intéressant de noter que si la fibre contient une grande quantité de cellulose I (forte cristallinité) un autre pic peut apparaître; ce pic est lié au plan cristallographique (101) et il correspond au plan cristallographique (10-1), alors que si la fibre contient des teneurs élevées en matériaux amorphes tels que les hémicelluloses, la lignine, et la cellulose amorphe, ces deux pics (101) et (10-1) se superposent, apparaissant ainsi comme un seul pic [TSE 05], comme c'est dans le cas des fibres de Diss et de Doum.

Pour les fibres de Diss et de Doum traitées à 20% de NaOH pendant 45 minutes à 160°C , les pics du diagramme de DRX sont similaires aux pics caractéristiques de la cellulose II. Pour les fibres de Diss, ces pics sont situés à environ $2\theta = 12.1^\circ$, 20.06° , 21.99° et 37.1° , qui correspondent respectivement au plan cristallographique (101), (10-1), (002) et (040) de la cellulose II [GUP 13] [OUD 11] et [MA 11]. Tandis que pour les fibres de Doum, ces pics sont situés à environ $2\theta = 12.03^\circ$, 20.04° , 22.05° et 37.03° .

Selon Borysiak [BOR 12] et Ouajai et al. [OUA 05], pour une concentration de 20% de NaOH, la cellulose I est capable de se convertir de façon irréversible en cellulose II. Le temps d'immersion et la température jouent un rôle très important. Par ailleurs, il est intéressant de noter que la conversion de la cellulose I en cellulose II, est associée à une diminution significative du pourcentage de cristallinité et par conséquent des propriétés mécaniques de la fibre [OUD 11].

Les résultats obtenus, sont en accord avec les observations rapportées par la littérature, [OUA 05], [TSE 05], [SED 07], [MA 11], [OUD 11], [BOR 12], [BEN 12], [GUP 13].

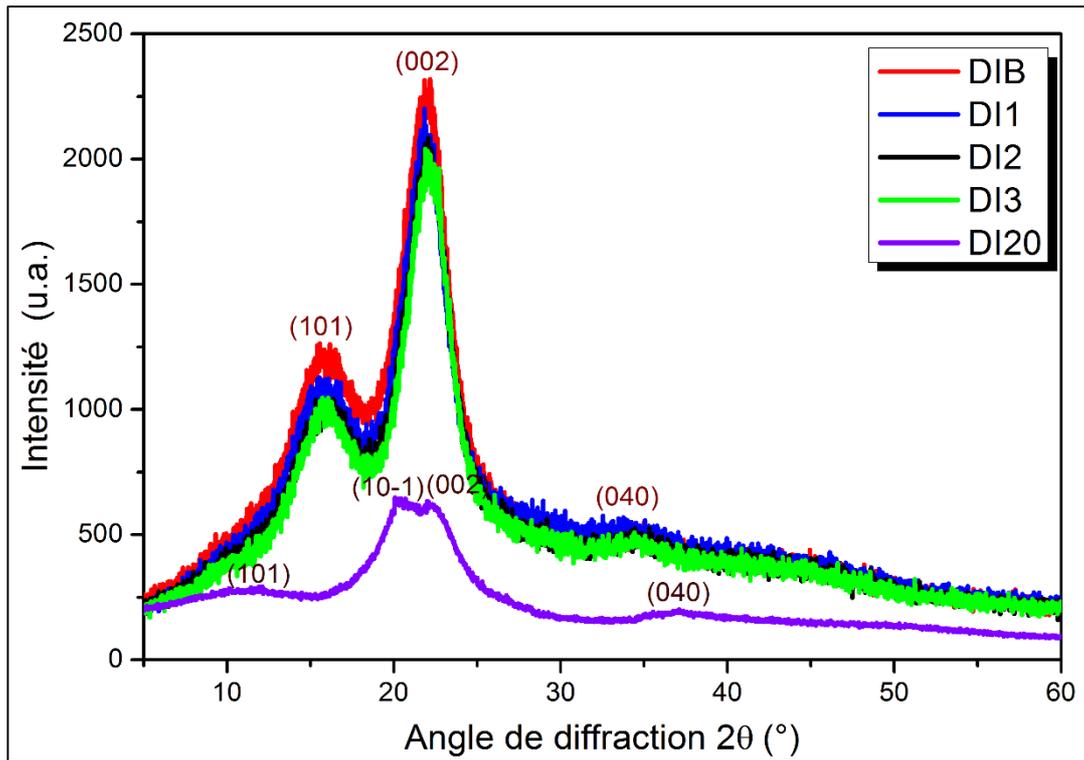


Figure 4.3 : Diffractogrammes des fibres de Diss brutes et traitées.

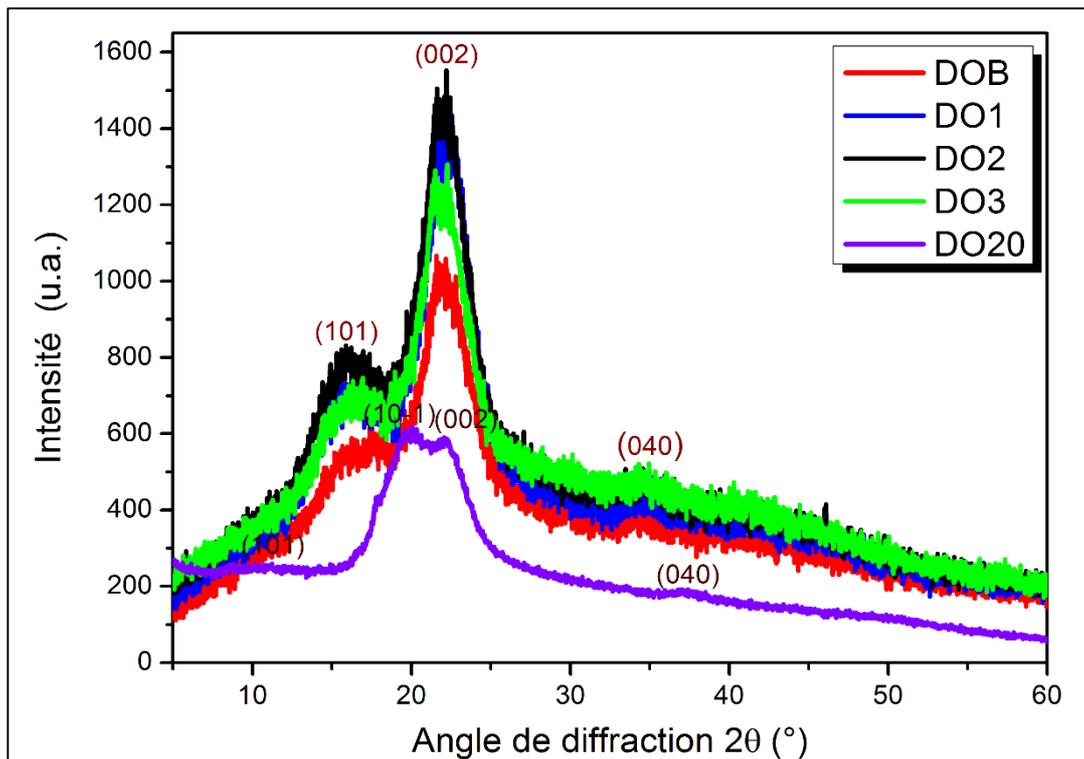


Figure 4.4 : Diffractogrammes des fibres de Doum brutes et traitées.

4.2.2.2. Pourcentage de cristallinité

L'indice de cristallinité des échantillons de Diss et Doum bruts et traitées a été calculé en utilisant l'équation (1), décrite dans la partie 3.3.3.2.1. Il peut être observé à partir du Tableau 4.1, qui représente la variation de l'indice de cristallinité des fibres de Diss en fonction de chaque traitement. Le traitement des fibres avec 1, 2 et 3% de NaOH pendant 30 minutes induit une augmentation de l'indice de cristallinité des fibres de Diss respectivement d'environ 7, 8 et 13% par rapport aux fibres brutes. Ceci est dû premièrement à l'effet du traitement alcalin par la soude qui a provoqué une hydrolyse des constituants amorphes à partir de la fibre et augmente ainsi la quantité de cellulose cristalline et dû deuxièmement à un meilleur conditionnement et réarrangement des chaînes de cellulose avec l'élimination de matériaux amorphes de la fibre causée par le milieu alcalin qui dépolymérise la cellulose conduisant à l'augmentation de l'indice de cristallinité [BEN 12] [OUD 11] [SED 07]. Concernant les fibres de Doum, les résultats consignés dans le tableau 4.1 montrent, que l'augmentation de l'indice de cristallinité est beaucoup plus important pour des traitements alcalins des fibres qui n'excèdent pas 1% de NaOH avec une augmentation maximale de l'indice de cristallinité d'environ 13% par rapport aux fibres brutes. Au-delà de 1% de NaOH (2 et 3%) l'indice de cristallinité diminue. Cette diminution est due au début de transformation polymorphe de cellulose I en cellulose II.

A partir de ces résultats, on peut noter que la concentration de NaOH optimale correspondant à l'indice supérieur de cristallinité, dépend fortement du type de fibres. Ce résultat est en accord avec les observations rapportées par Oudiani et al. [OUD 11]. Cependant, le traitement alcalin des fibres de Diss et Doum avec des concentrations de NaOH élevées (20%) à 160°C pendant 45 minutes a entraîné une diminution considérable de l'indice de cristallinité (I_{Cr}), respectivement pour les fibres de Diss et Doum d'environ 23 et 43% par rapport aux fibres brutes. Cette diminution peut être expliquée par la transformation polymorphe de la cellulose (transformation de la cellulose I en cellulose II). De plus, ce traitement provoque la dégradation de la fibre et la perte de ses propriétés mécaniques. D'après la littérature, Oudiani et al. [OUD 11] et Gupta et al. [GUP 13], le traitement alcalin ou le procédé de mercerisage⁽¹⁾ avec des concentrations élevées en NaOH entraîne une conversion de la cellulose I en cellulose II amorphe, ce qui diminue la cristallinité de la fibre. On peut noter aussi que la température et le temps d'exposition joue un rôle important dans la transformation polymorphe de la cellulose I en cellulose II.

Tableau 4.1 : Indice de cristallinité des fibres brutes et traitées.

FIBRES VEGETALES	I_{Cr} (%)
DIB	59
DI1	63
DI2	64
DI3	67
DI20	45

⁽¹⁾ Mercerisage : traitement alcalin de la cellulose qui provoque la transformation irréversible de la structure cristalline de la cellulose native (cellulose I) en un autre polymorphe, de la cellulose II par l'intermédiaire de plusieurs complexes cristallins appelés alcali-cellulose (Na-Cell) [OUD 11] [KOB 11].

DOB	53
DO1	60
DO2	58
DO3	56
DO20	30

4.2.3. Caractérisation morphologique de la surface des fibres

4.2.3.1. Observation au microscope électronique à balayage (MEB)

La morphologie de la surface extérieure des fibres de Doum et de Diss a été étudiée afin d'examiner l'influence des traitements chimiques sur la surface des fibres à l'aide du MEB. On peut voir à partir de la figure 4.5(a), que la surface de la fibre de Doum brute est recouverte d'une couche de substances, composée de matériaux amorphes principalement d'hémicellulose, de pectine, de lignine, de cires et d'autres impuretés [HEM 12] [GU 09]. La surface n'est pas lisse, elle est couverte de nodules et de courbes. Le traitement des fibres de Doum avec 1% de NaOH provoque l'élimination des matériaux amorphes à partir de la surface de la fibre conduisant à une surface plus propre (figure 4.5(b)), rugueuse et à la formation de rayures irrégulières sur la surface de la fibre ce qui augmente l'adhérence fibre-matrice.

Concernant les fibres de Diss brutes, la figure 4.6(a), montre clairement que la fibre a une surface épineuse recouverte par des matières cireuses, matériaux non cellulosique (lignine), polysaccharides. Pour les fibres de Diss traitées avec 3% de NaOH, les matériaux amorphes sont éliminés offrant une surface plus rugueuse et propre (figure 4.6(b)). On peut aussi remarquer que ce traitement ne détruit pas les épines présentes sur la surface de la fibre, les épines restent intactes, ce qui améliore l'adhésion fibre-matrice.

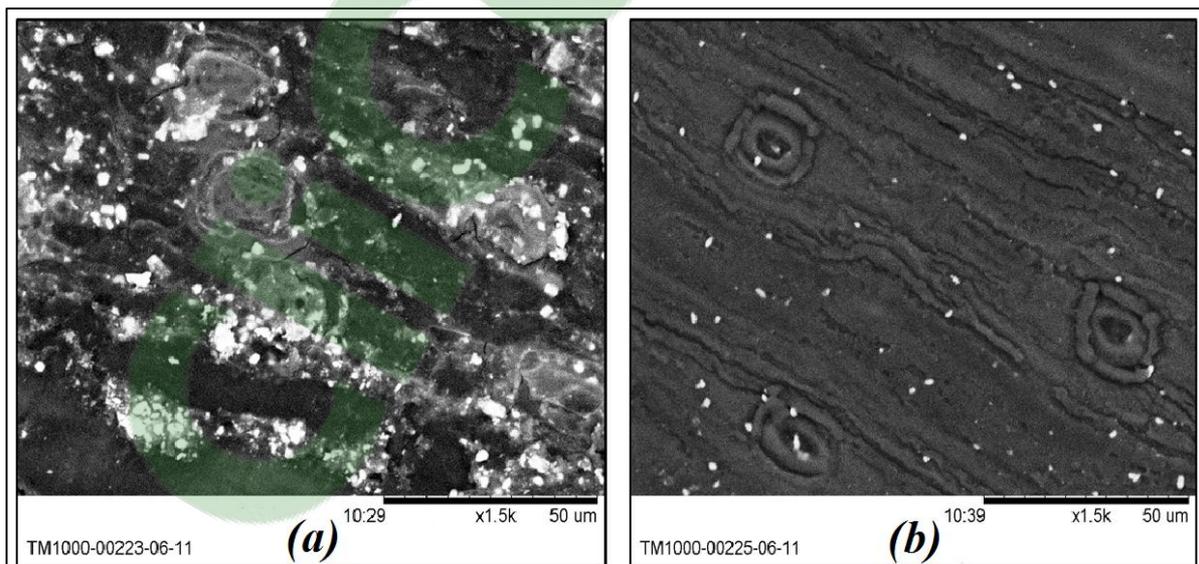


Figure 4.5 : Micrographie de la fibre de Doum : (a) brute et (b) traitée avec 1% de NaOH.

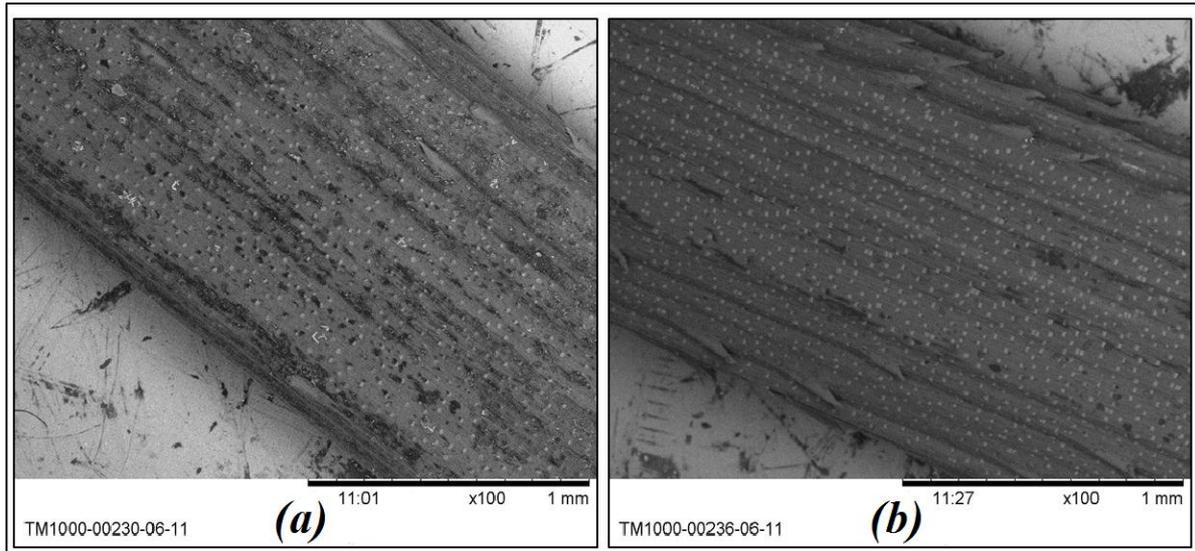


Figure 4.6 : Micrographie de la fibre de Diss : (a) brute et (b) traitée avec 3% de NaOH.

4.2.4. Propriété d'absorption d'eau des fibres végétales

La figure 4.7 indique, l'évolution du taux d'absorption des fibres végétales de Diss et de Doum en fonction de la racine carrée du temps après 5, 15, 30 minutes, 1 heure et 24 heures d'immersion. La forme générale des courbes d'absorption des fibres végétales de Diss et de Doum est similaire à celle des autres fibres végétales telles que le chanvre, la noix de bétel, l'okra, le lin et le yucca [SAI 10] [MAG 10]. Les résultats ont montré que les échantillons ont présenté une absorption en deux temps. Dans un premier temps, les fibres sont au contact de l'eau et par conséquent la cinétique d'absorption est élevée. En effet, après 30 minutes d'exposition à l'eau des fibres brutes de Diss et de Doum, le coefficient d'absorption est respectivement de 63 et de 100%. Cette forte capacité d'absorption est due principalement à l'action capillaire engendrée par la forte porosité de la structure de ces fibres, ainsi qu'à la présence de groupes hydroxyle (-OH) et des zones amorphes dans la structure cellulosique des fibres végétales [THU 08] [JUA 09] [SAI 10] [NOZ 11]. Cette absorption élevée peut devenir une contrainte lors de la mise en œuvre, due à la compétition entre la fibre et la matrice cimentaire par rapport à l'eau de gâchage à l'état frais. Aussi, elle entraîne des variations dimensionnelles importantes de la fibre à l'intérieur de la matrice à long terme. Pour le second temps, la cinétique d'absorption ralentit jusqu'à atteindre le niveau de saturation complète.

Cependant, le traitement des fibres de Doum et de Diss avec respectivement 1 et 3% de NaOH diminue leur coefficient d'absorption. Ceci est dû à la réduction de la quantité de matériaux amorphes présents dans les fibres par le traitement alcalin avec la soude.

De plus, les deux fibres brutes de Diss et de Doum présentent un coefficient d'absorption élevé qui atteint respectivement 112% et 171% après 24h d'immersion dans l'eau. Tandis que le coefficient d'absorption des fibres traitées de Diss et Doum est respectivement d'environ 96% et 160% après 24h d'immersion dans l'eau.

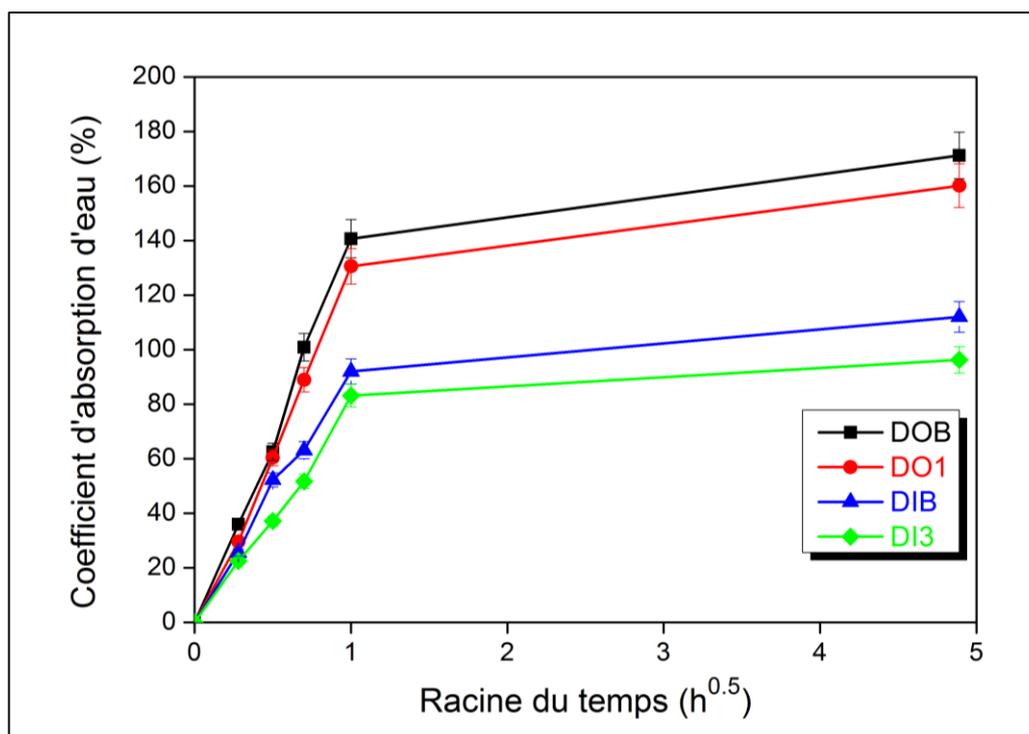


Figure 4.7 : Cinétique d'absorption de l'eau des fibres végétales de Doum (brutes et traitées à 1% de NaOH) et de Diss (brutes et traitées à 3% de NaOH).

4.3. Propriétés des composites renforcés

4.3.1. Propriétés physiques

4.3.1.1. Masse volumique apparente des mortiers durcis

Les figures 4.8 et 4.9 présentent les variations de la masse volumique après 28 et 90 jours de cure dans l'eau pour les mortiers renforcés de fibres brutes et traitées (Diss et Doum). Les résultats montrent que l'ajout des fibres végétales permet d'alléger les mortiers produits.

L'incorporation des fibres brutes de Diss dans les mortiers, diminue leur masse volumique à 90 jours de 6 à 26% par rapport à celle du mortier témoin. Par contre, les mortiers à base de fibres de Diss traité, la perte de la masse volumique est de l'ordre de 4 à 23%, comparativement à ceux des mortiers témoins.

En revanche, les mortiers à base de fibres brutes de Doum, la diminution de la masse volumique est d'environ 4.5 à 23.5% après une cure de 90 jours. Dans la même période de cure, les mortiers renforcés de fibres de doum traités présentent une diminution de la masse volumique de 2.6 à 19% par rapport au mortier témoin.

En effet, la diminution de la masse volumique des mortiers renforcés dépend de l'accroissement du volume des fibres incorporées. Ce résultat est dû à la mauvaise compacité des mortiers liée à l'incorporation des fibres ce qui augmente la porosité des mortiers à l'état durci conduisant à une diminution de leur masse volumique. Il faut noter pour les deux types

de fibres que la diminution de la masse volumique est linéaire jusqu'à 3% de fibres ; au-delà la diminution est plus prononcée.

Cependant, la masse volumique des mortiers témoin et renforcés augmente avec le temps (voir figures 4.8 et 4.9). Ceci est dû à l'hydratation continue et la carbonatation de la matrice cimentaire. De plus, pour les mortiers fibrés, la porosité élevée semble faciliter la carbonatation de la chaux libre disponible en tant que produit d'hydratation [XIE 15] [ROM 08].

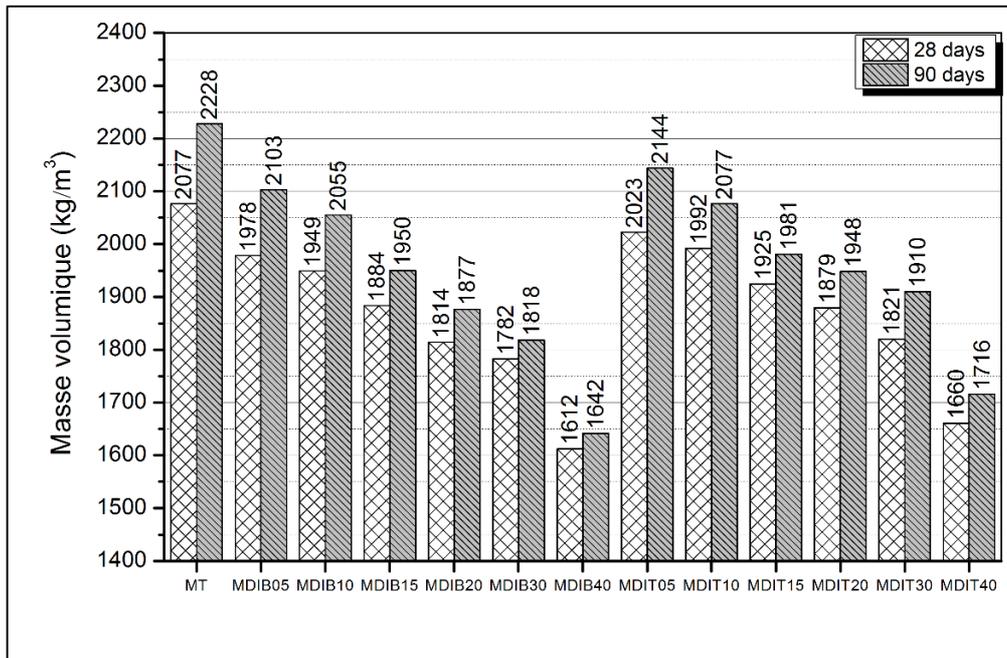


Figure 4.8 : Variation de la masse volumique des mortiers renforcés de fibres brutes de Diss et traitées.

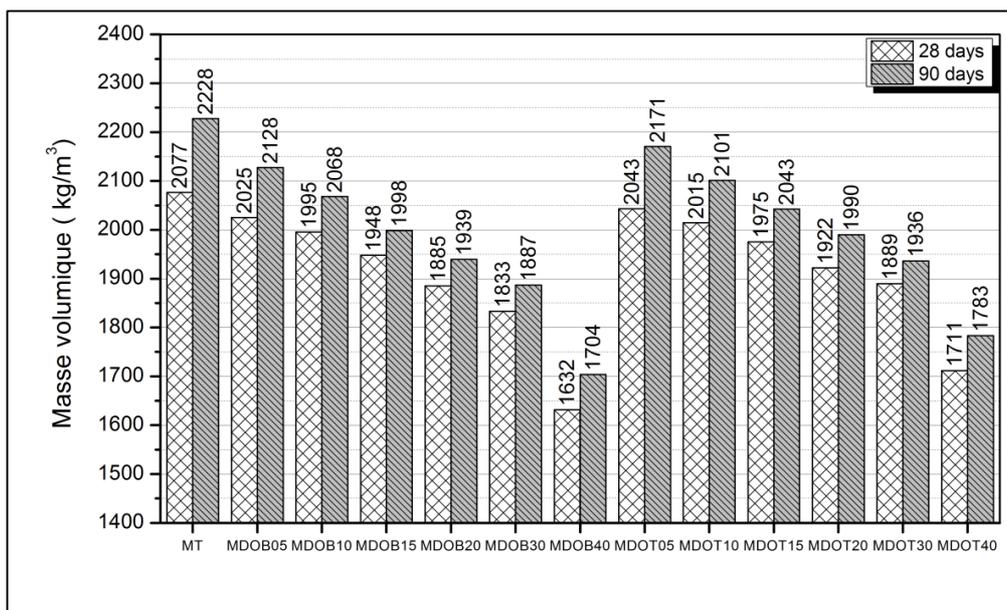


Figure 4.9 : Variation de la masse volumique des mortiers renforcés de fibres brutes de Doum et traitées.

4.3.1.2. Porosité accessible à l'eau des composites

Les résultats des essais de porosité accessible à l'eau, effectués sur les échantillons renforcés de fibres (Diss et Doum) brutes et traitées après 28 et 90 jours de cure dans l'eau sont présentés dans les figures 4.10 et 4.11. On constate que l'incorporation des fibres végétales au mortier a entraîné une augmentation de la porosité avec l'augmentation du dosage en fibres.

Après 90 jours, les mortiers renforcés de fibres brutes de Diss présentent une augmentation de la porosité de 21 à 215% comparativement à celle du mortier témoin. Cependant, les mortiers renforcés de fibres traitées de Diss, l'augmentation de la porosité varie de 13 à 181% par rapport à celle du mortier témoin.

Concernant les mortiers renforcés de fibres de Doum, la porosité des mortiers à base de fibres brutes de Doum, augmente de 17.5 à 191% par rapport à celle du mortier témoin. Quant aux mortiers renforcés de fibres traitées de Doum, l'augmentation de la porosité est de 6.5 à 160%, par rapport à celle du mortier témoin. L'augmentation de la porosité dont la tendance est linéaire, est liée à :

- La porosité initiale des fibres végétales,
- La porosité de la matrice cimentaire,
- La zone de transition interfaciale existant autour des fibres (ZTI). Cette ZTI se formerait lors du gâchage et serait due au fort coefficient d'absorption d'eau des fibres végétales qui produirait un mouvement d'eau de la pâte à l'état frais vers les fibres, ce qui induirait ensuite une porosité plus élevée dans cette zone à l'état sec [MAG 10] [SAV 99]. Les valeurs élevées de la porosité mesurée sont donc la somme de toutes ces porosités.

Il faut noter aussi que la porosité accuse une légère diminution dans le temps pour tous les composites, résultant de la carbonatation des composites. Ces résultats concordent avec les travaux de Xie et al. [XIE 15] et Magniont [MAG 10].

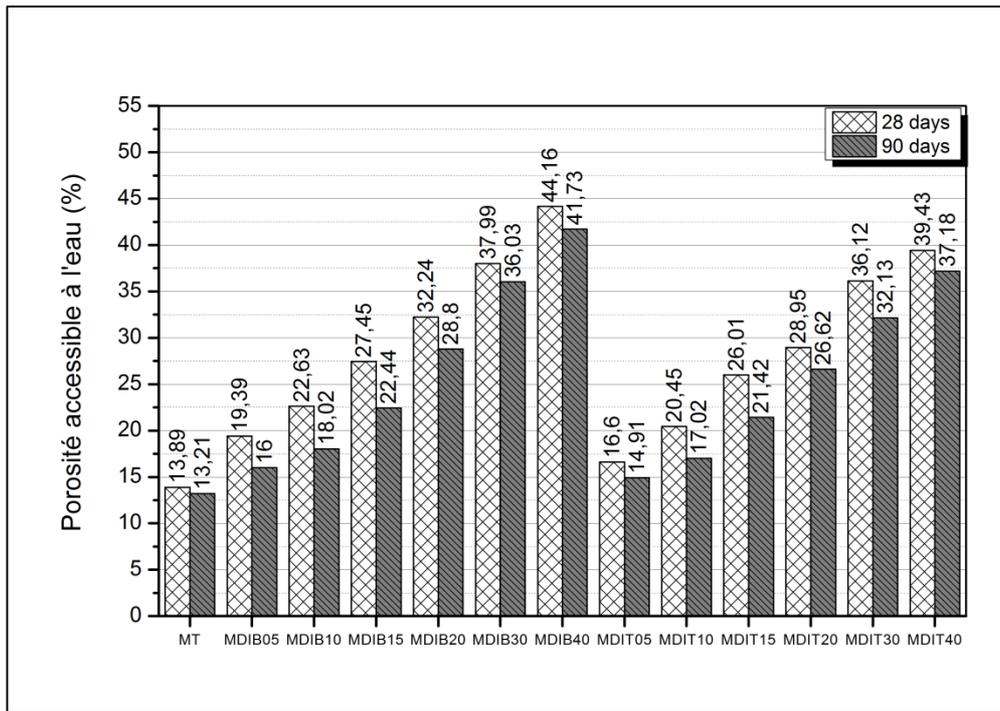


Figure 4.10 : Variation de la porosité des mortiers renforcés de fibres brutes de Diss et traitées.

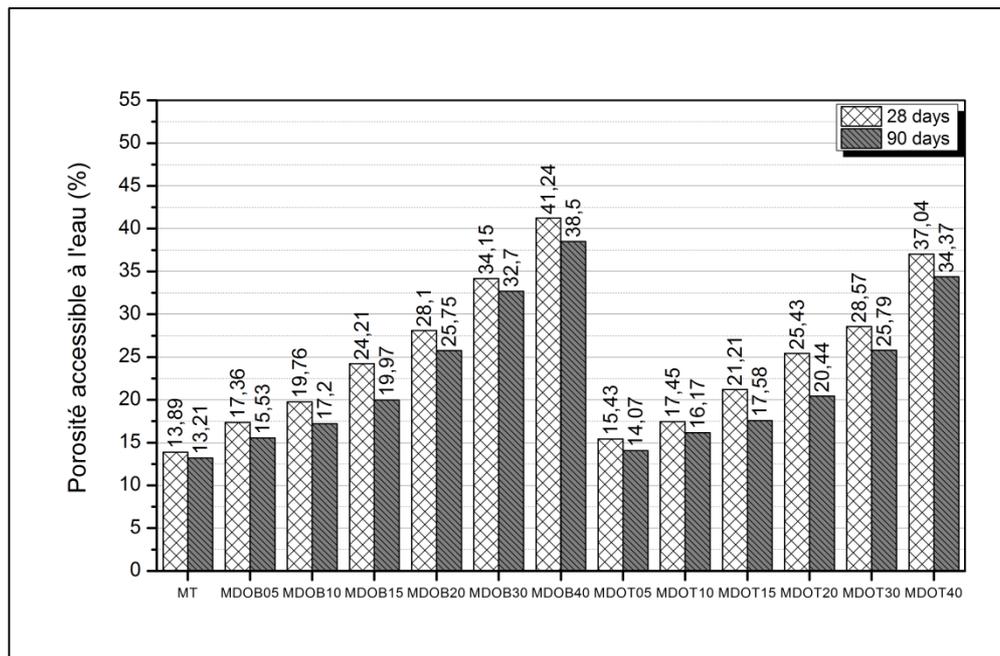


Figure 4.11 : Variation de la porosité des mortiers renforcés de fibres brutes de Doum et traitées.

4.3.1.3. Absorption capillaire des composites

Les résultats de l'absorption par capillarité à 24h dans l'eau, réalisés sur des échantillons à base de fibres de Diss et Doum brutes et traitées après 90 jours de cure sont présentés sur la figure 4.12. Ces résultats mettent en évidence une augmentation de l'absorption des

éprouvettes avec l'augmentation de la teneur en fibres. L'addition des fibres brutes de Diss dans le mortier a augmenté leur absorption à 90 jours, de 34 à 193% par rapport au celle du mortier témoin. Alors que l'utilisation des fibres traitées de Diss a entraîné une augmentation de l'absorption de 32 à 165% par rapport à celle du mortier témoin.

En ce qui concerne les mortiers renforcés aux fibres de Doum, l'absorption à 90 jours des mortiers à base de fibres brutes de Doum a augmenté respectivement, de 20 à 137%, par rapport au mortier témoin. De même, les mortiers à base de fibres traitées de Doum, présentent une absorption de 9 à 105% plus élevées que celle du mortier témoin.

Notons que l'absorption des mortiers renforcés de fibres brutes est plus élevée que celle avec des fibres traitées. Aussi, l'augmentation de l'absorption en fonction de l'augmentation du dosage en fibres est due essentiellement à :

- La forte hydrophilie des fibres végétales dues à sa structure micro poreuse,
- L'ajout de quantités d'eau en excès dans l'eau de gâchage ce qui génère la formation d'une porosité supplémentaire,
- L'augmentation de la porosité dans la matrice cimentaire notamment dans la zone de transition interfaciale (ZTI) entre la fibre et la matrice [NOZ 11] [MAG 10] [SHO 16].

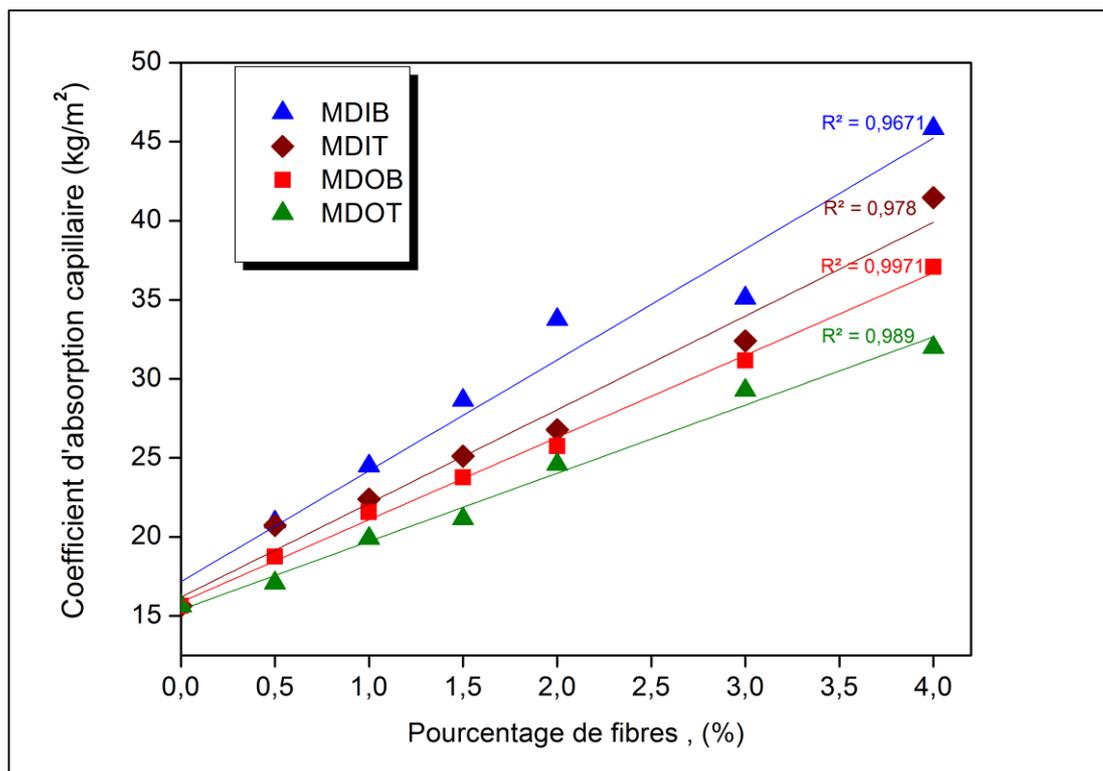


Figure 4.12 : Coefficients d'absorption capillaire à 24 heures des composites renforcés de fibres brutes et traitées, âgés de 90 jours.

4.3.2. Performances mécaniques

4.3.2.1. Influence de l'ajout des fibres sur la résistance à la compression

Les figures 4.13 et 4.14 illustrent graphiquement l'évolution de la résistance à la compression des mortiers testés à 7, 28 et 90 jours en fonction du pourcentage de fibres incorporé de Diss et de Doum. On peut voir à partir de ces figures que plus grand est le taux d'inclusion de ces fibres végétales dans les mortiers étudiés et plus la résistance à la compression des composites produits diminue. Ces résultats sont en accord avec la littérature [KRI 05]. Ceci est dû à l'augmentation du nombre de défauts dans la matrice, causé par la mauvaise distribution des fibres. Avec l'augmentation du dosage des fibres, la cohésion des mortiers diminue et la porosité augmente, conduisant ultérieurement à une chute importante de leur résistance à la compression. En effet, la perte de la résistance à la compression à 90 jours des mortiers renforcés avec 2% et 4% de fibres brutes de Diss est respectivement de 51 et 66% par rapport à celle du mortier témoin. Les mortiers renforcés avec 2% et 4% des fibres traitées de Diss montrent respectivement une diminution de la résistance à la compression de 41 et 53%, par rapport à celle du mortier référence.

Il est utile de mentionner que les mortiers renforcés de fibres traitées sont plus résistants que les mortiers à base de fibres brutes. Ceci est dû à la réduction de la quantité de matériaux amorphes présents dans les fibres par le traitement alcalin qui agit sur leur absorption en eau intrinsèque et qui produit une surface rugueuse améliorant donc l'adhérence entre la fibre et la matrice. En revanche, les résistances à la compression à 90 jours des mortiers renforcés avec 1,5 et 4% de Doum brut ont diminué respectivement de 42 et 56% comparativement à celle du mortier de contrôle. Pour les mortiers renforcés avec 1.5 et 4% de fibres traitées de Doum, la perte de masse, est respectivement, de 35 et 47% par rapport au mortier témoin.

On rappelle que la résistance à la compression continue à augmenter avec le temps de cure.

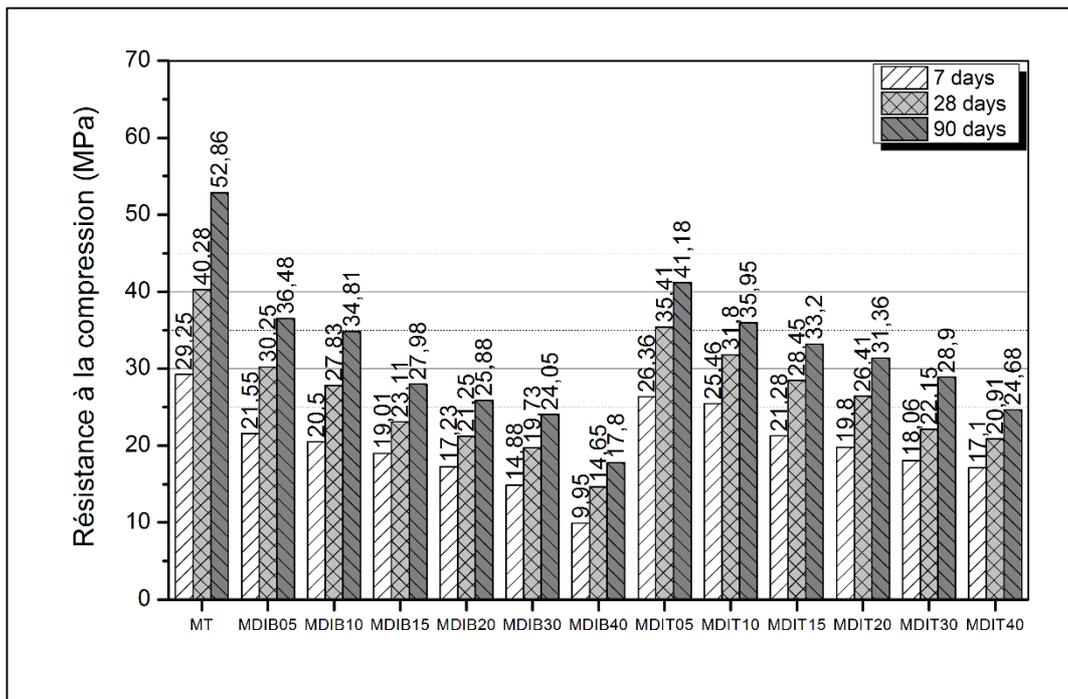


Figure 4.13 : Résistance à la compression des mortiers renforcés de fibres de Diss.

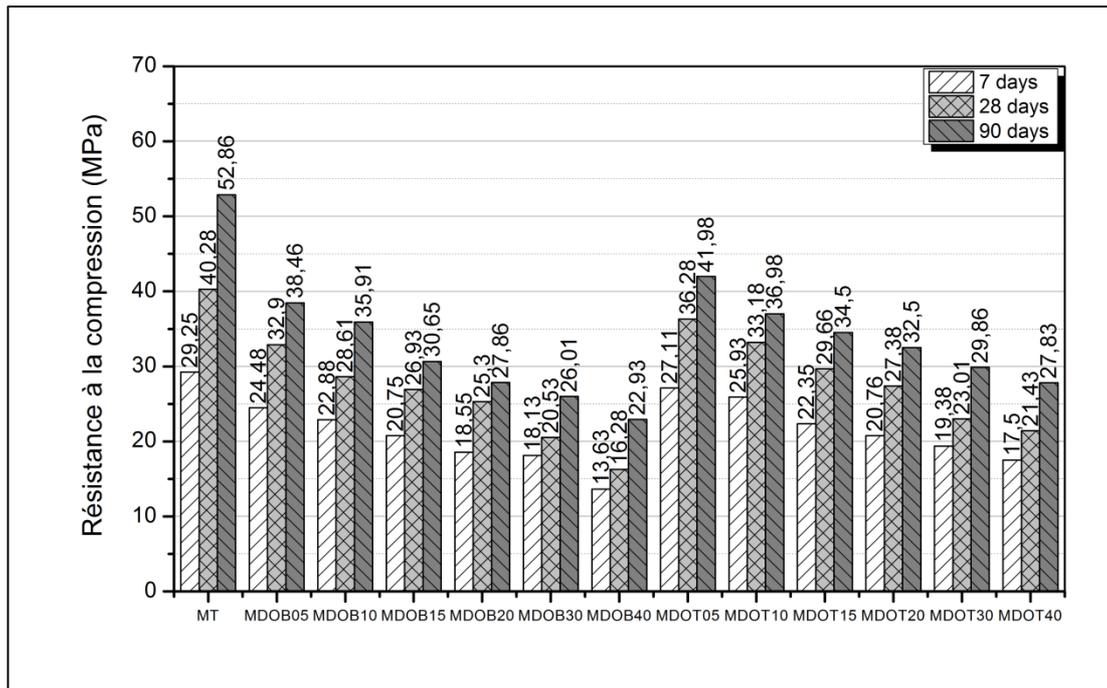


Figure 4.14 : Résistance à la compression des mortiers renforcés de fibres de Doum.

4.3.2.2. Influence de l'ajout des fibres sur la résistance à la traction par flexion

Les figure 4.15 et 4.16 présentent l'évolution des résistances en flexion des mortiers à base de ciment en fonction de la teneur en fibres brutes et traitées de Diss et de Doum. Les résultats montrent que la résistance à la traction par flexion augmente avec l'augmentation de la teneur en fibres jusqu'à une teneur optimale offrant la résistance maximale.

C'est ainsi que la résistance à la traction par flexion à 90 jours des mortiers renforcés par les fibres brutes de Diss a augmenté d'environ 4% par rapport au mortier témoin pour une teneur optimale en fibres de 2%. Alors que pour les mortiers renforcés avec 2% de fibres traitées de Diss, la résistance à la traction par flexion augmente de 13% par rapport à celle du mortier témoin. Au-delà de cette teneur en fibres, la résistance à la traction par flexion chute.

Les mortiers renforcés à 1.5% de fibres brutes de Doum indiquent une augmentation maximale de la résistance à la traction par flexion d'environ 7% comparativement à celle du mortier témoin. De plus, les mortiers renforcés avec 1.5% de fibres traitées de Doum, présentent une augmentation maximale de la résistance de 21% comparativement à celle du mortier de référence. L'explication de ce comportement semble être lié au rôle joué par la fibre dans le composite qui limite la propagation et la progression des fissures par un effet de couture ; ce qui augmente la résistance à la traction des mortiers testés. En outre, le renfort avec les fibres végétales (Diss ou Doum) traitées a donné aux mortiers, des résistances à la traction par flexion plus grandes que ceux renforcés par les fibres brutes. Ce comportement est lié à l'effet du traitement chimique de la fibre qui élimine les matériaux amorphes à la surface extérieure de la fibre produisant une surface propre et rugueuse ce qui améliore l'interverrouillage et l'adhérence interfaciale entre la fibre et la matrice cimentaire, induisant une augmentation de la résistance à la traction des mortiers cimentaires à base de fibres traitées [CAO 06] [SED 08].

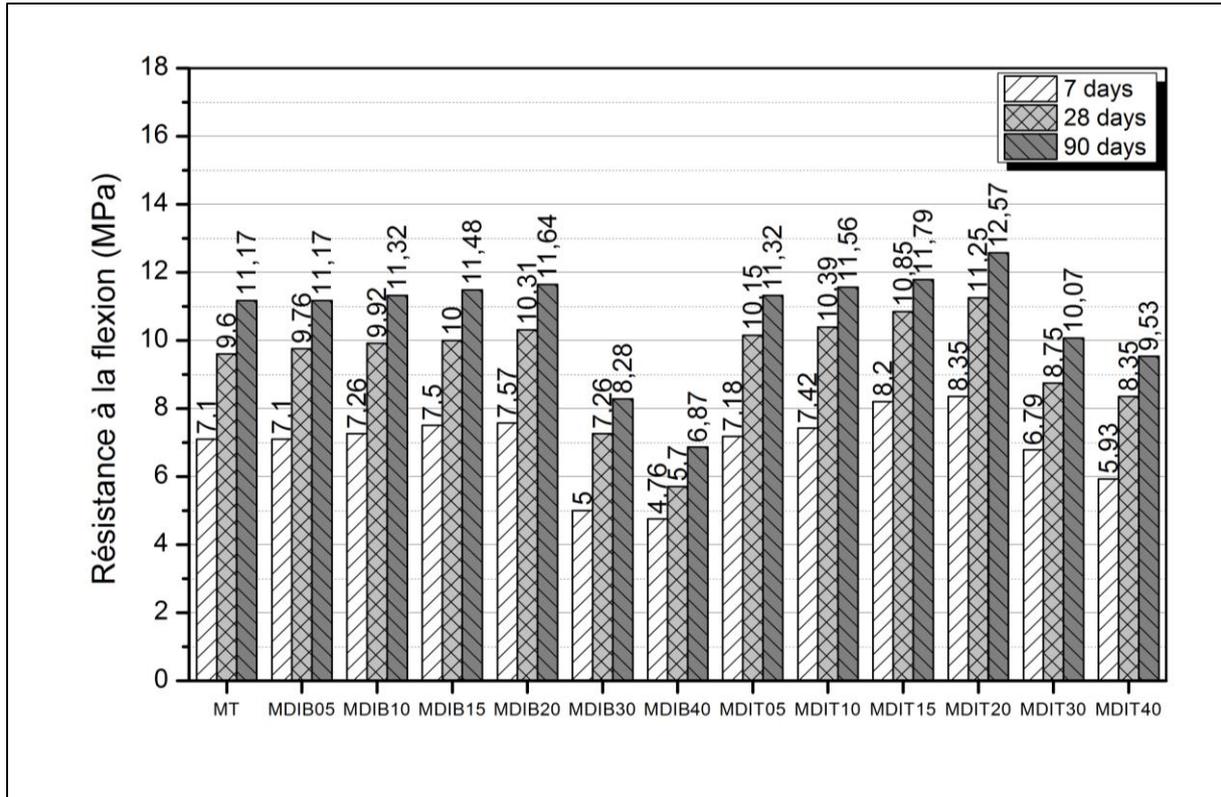


Figure 4.15 : Résistance à la traction par flexion des mortiers renforcés de fibres de Diss.

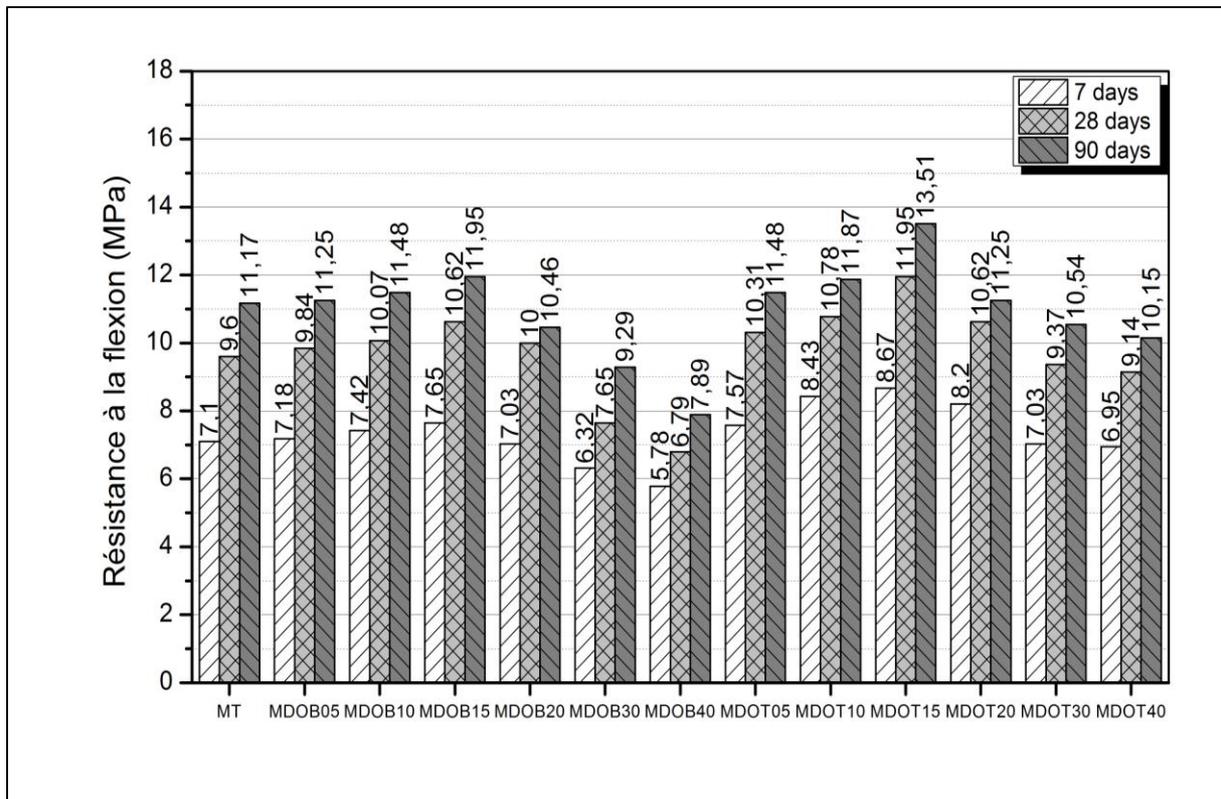


Figure 4.16 : Résistance à la traction par flexion des mortiers renforcés de fibres de Doum.

4.3.3. Analyse de la performance thermique des mortiers renforcés de fibres végétales

4.3.3.1. Conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres

L'évolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres après 192h de séchage est présentée graphiquement à la figure 4.17. Les résultats montrent que la conductivité thermique diminue avec l'augmentation de la teneur en fibres. Cependant, la conductivité thermique des mortiers renforcés avec 4% de fibres traitées de Diss et Doum diminue respectivement de 40 et de 33% par rapport à celles du mortier témoin. Ce résultat est dû à l'accroissement de la porosité des mortiers durcis, causée par la grande capacité d'absorption d'eau des fibres végétales, qui ont un caractère gonflant lorsqu'elles entrent en contact avec l'eau conduisant par conséquent à une diminution de la conductivité thermique du composite obtenu. Les résultats sont en accord avec les observations rapportées dans la littérature [BEL 15] [ABA 15].

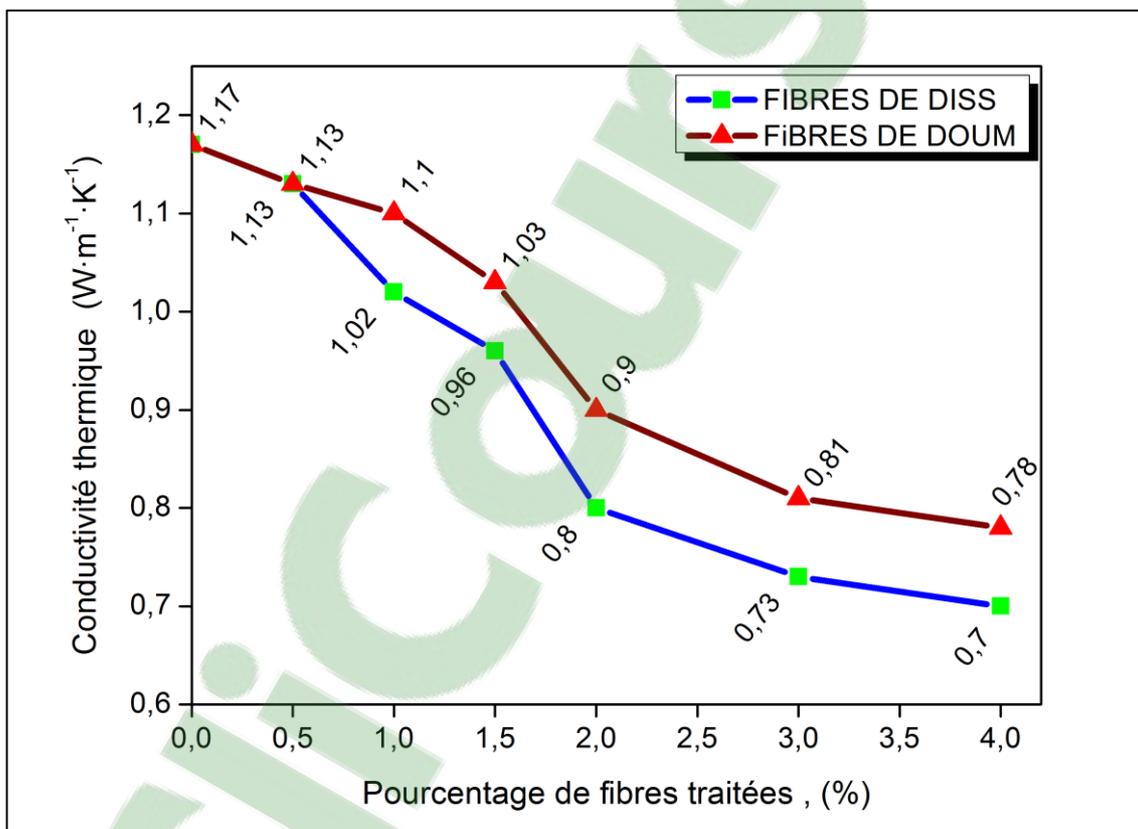


Figure 4.17 : Evolution de la conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres après 192h de séchage.

4.3.3.2. Conductivité thermique en fonction de la teneur en eau

Les figures 4.18 et 4.19 montrent la variation des valeurs de la conductivité thermique en fonction de la teneur en eau. On peut voir que la conductivité thermique diminue de manière significative avec l'augmentation du temps de séchage des mortiers. Après le dernier séchage (192h) du composite, la conductivité thermique des mortiers renforcés avec 4% de fibres traitées de Diss et Doum a diminuée respectivement, de 33 et 31%, par rapport à la première

valeur (saturation). Cela montre que la teneur en eau joue un rôle important sur la conductivité thermique. Les résultats sont en accord avec les observations rapportées dans la littérature [BEL 15].

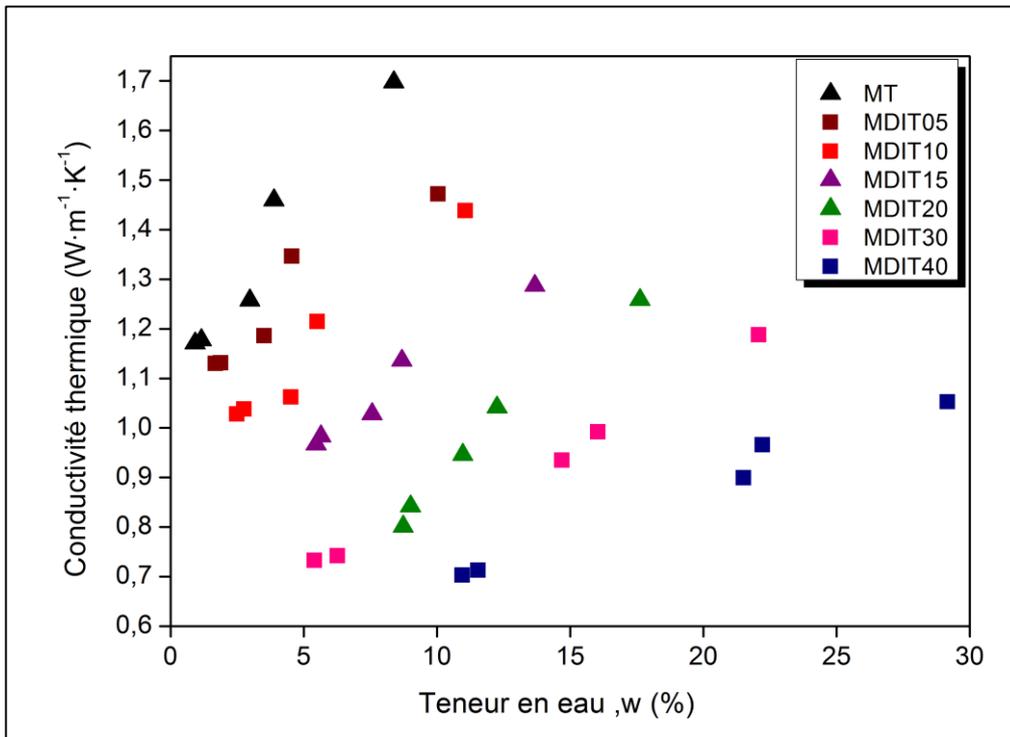


Figure 4.18 : Variation de la conductivité thermique des mortiers renforcés de fibres de Diss traitées en fonction de la teneur en eau.

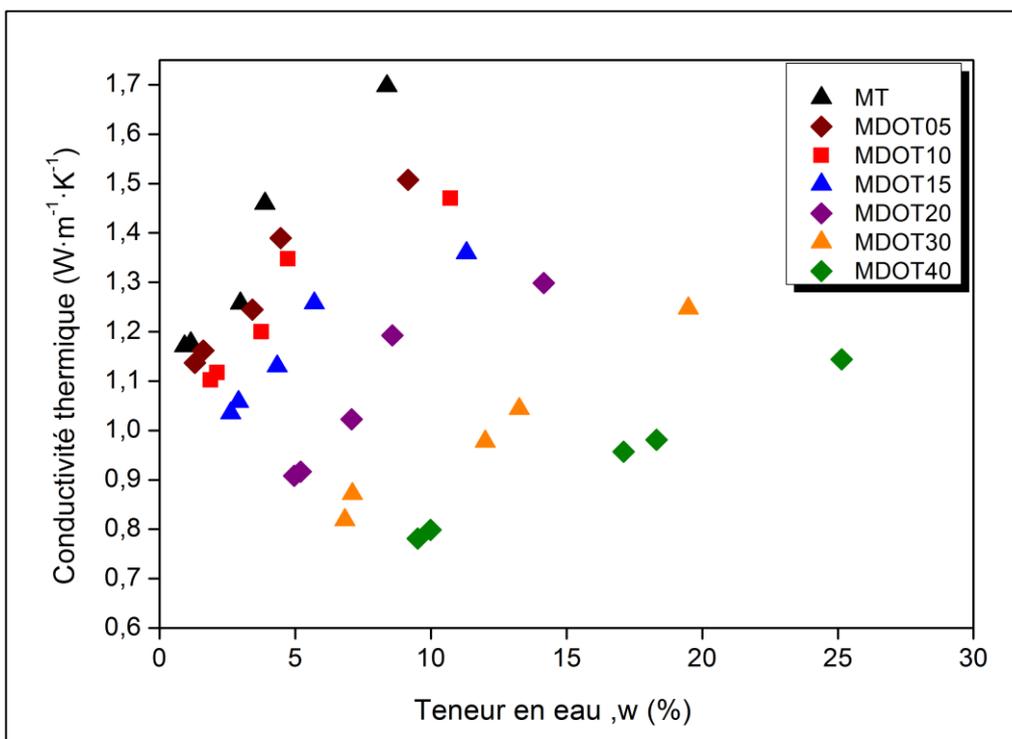


Figure 4.19 : Variation de la conductivité thermique des mortiers renforcés de fibres de Doum traitées en fonction de la teneur en eau.

4.3.3.3. Analyse thermogravimétrique

Des analyses thermogravimétriques ont été réalisées dans le but d'étudier les modifications (perte de masse) introduites par les hautes températures sur les constituants chimiques des matériaux étudiés. Les résultats de l'ATG ont été dérivés pour identifier les constituants décomposés.

On peut observer qu'il existe un certain nombre de pics dans les courbes ATG, comme le montre les figures 4.20 et 4.21. Tous les échantillons composites présentent un pic initial entre 105 et 131°C, résultat de l'évaporation des molécules d'eau la déshydratation partielle des C-S-H et de l'ettringite [SED 07] [KHE 09]. Un deuxième pic a été observé pour les mortiers à base de fibres végétales entre 260 et 290°C, ce pic n'apparaît pas dans la courbe des mortiers témoins car il est lié à la décomposition thermique de la pectine et des hémicelluloses composant les fibres végétales [SED 07] [BOU 14]. Un troisième pic entre 445 et 475°C associé à la décomposition thermique de la portlandite [KHE 09]. Un quatrième pic major situé à environ 831°C, causé principalement par la décomposition de la calcite présente dans les agrégats de nature calcaire et dans la portlandite carbonatée [MAG 10] [KHE 09]. Les résultats sont en accord avec les observations rapportées dans la littérature [SED 07] [MAG 10] [BOU 14] [KHE 09].

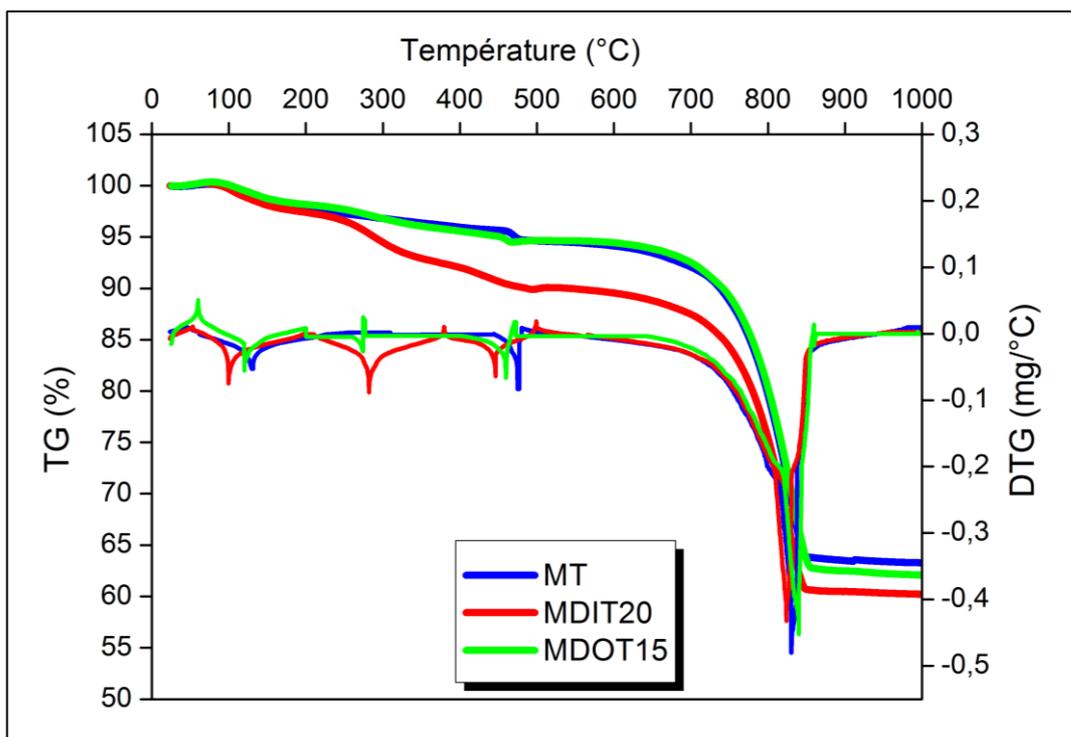


Figure 4.20 : Évolutions de TG et DTG en fonction de la température pour les composites à base de 2% de fibres de Diss et 1.5% de fibres de Doum.

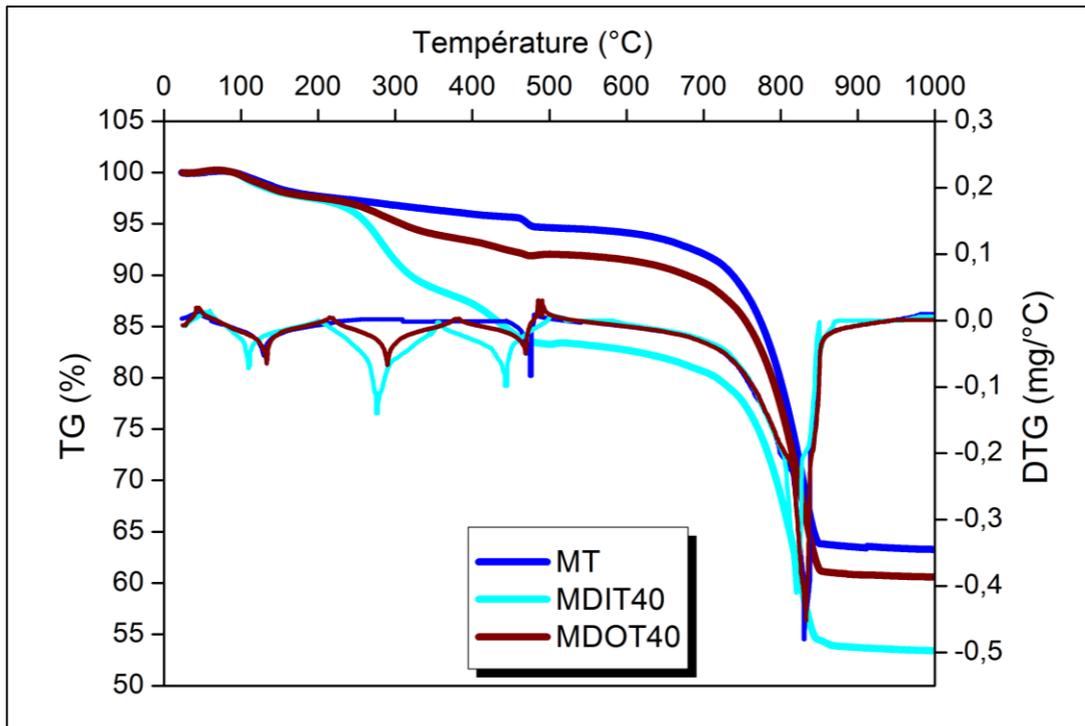


Figure 4.21 : Évolutions de TG et DTG en fonction de la température pour les composites à base de 4% de fibres de Diss et de Doum.

4.3.3.4. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

L'analyse DSC est une technique extrêmement utile pour étudier le flux de la chaleur absorbé ou qui peut être libérée en fonction de la température croissante, ce qui fournit des informations sur les caractéristiques de combustion des matériaux étudiés. Les résultats présentés dans le Tableau 4.2, représente les pics maximums de la température et les valeurs d'enthalpie de réaction dans les courbes d'analyse calorimétrique différentielle à balayage.

On peut voir que le mortier témoin présente deux pics exothermiques (1 et 2) avec une valeur d'enthalpie négative (-52.34 et -33.38 J/g), ce qui signifie que cette réaction chimique est une réaction exothermique qui libère la chaleur. Cependant, les mortiers renforcés avec des fibres MDIT20, MDIT40, MDOT15 et MDOT40 ont montré des pics avec des valeurs de l'enthalpie positive ce qui signifie que la réaction chimique est une réaction endothermique qui absorbe de la chaleur.

L'inclusion du renforcement fibreux dans les mortiers de ciment favorise l'absorption de la chaleur par les composites, ce qui a une influence bénéfique sur la réduction du processus de combustion lors d'un incendie.

Tableau 4.2 : Comparaison des pics de température maximums et de l'enthalpie dans les courbes d'analyse calorimétrique différentielle à balayage.

Numéro de Pic		MT	MDIT20	MDIT40	MDOT15	MDOT40
1 ^{ère} Pic	T (°C)	148.6	294.3	294.9	304.9	294.7
	Enthalpie (J/g)	-52.34	142.24	220.37	104.04	218.87
2 ^{ème} Pic	T (°C)	470.4	447.1	448.6	443.2	438.0
	Enthalpie (J/g)	-33.83	215.97	337.45	94.81	142.68
3 ^{ème} Pic	T (°C)	822.5	815.5	817.6	823.2	818.3
	Enthalpie (J/g)	38.49	36.42	64.60	64.21	59.34

4.4. Conclusion

A partir des résultats expérimentaux relatifs au programme réalisé dans trois laboratoires, nous pouvons tirer les enseignements suivants :

1. Les spectres infrarouges ont montré que le traitement alcalin a entraîné une diminution des matériaux amorphes au niveau des fibres.
2. Les résultats de DRX montrent que les fibres de Diss et Doum brutes et traitées avec de faibles concentrations de NaOH (1, 2 et 3%) ont présenté des pics qui sont similaires aux pics caractéristiques de la cellulose native (cellulose I). Par contre, pour les fibres de Diss et Doum traitées à 20% de NaOH pendant 45 minutes à la température de 160°C, les pics sont similaires aux pics caractéristiques de la cellulose II.
3. L'indice de cristallinité dépend fortement de la concentration de l'alcali. Il atteint la valeur la plus élevée avec respectivement 1 et 3% de NaOH pour le traitement des fibres de Doum et de Diss. En revanche, pour une concentration de 20% de NaOH, l'indice de cristallinité subit une chute substantielle qui est liée à la conversion de la cellulose I cristalline en cellulose II amorphe. Aussi, le traitement alcalin des fibres à 20% de NaOH pendant 45 minutes, provoque la dégradation de la fibre et la perte de ses propriétés mécaniques. Par conséquent, la température et le temps d'exposition jouent un rôle très important dans la transformation polymorphe de la cellulose I en cellulose II.
4. L'observation des fibres au MEB a indiqué que le traitement des fibres de Doum et de Diss avec respectivement 1 et 3% de NaOH, supprime partiellement les matières cireuses, l'hémicellulose, la lignine et la pectine à partir de la surface de la fibre la rendant ainsi plus propre et rugueuse. Ce traitement diminue aussi l'absorption des fibres. La durabilité des fibres végétales étudiées est, après traitement, censée être plus grande vu que les matières responsables de sa biodégradabilité ont été notablement réduites.
5. La diminution de la masse volumique des mortiers obtenus avec une réduction de 23

et 19% pour les composites renforcés avec respectivement 4% de Diss et 4% de Doum traités.

6. L'augmentation de la porosité accessible à l'eau des composites renforcés avec 4% des fibres traitées de Diss et Doum est respectivement de 181 et 160%, par rapport au mortier témoin. Alors que pour les fibres brutes de Diss et Doum, l'augmentation est d'ordre de 215 et 191% par rapport au mortier de référence.
7. Augmentation de l'absorption d'eau du composite renforcé avec 4% de fibres traitées de Diss et Doum est respectivement de 165 et 105% par rapport au mortier témoin.
8. Une diminution de la résistance à la compression, respectivement, de 53 et 47% pour les mortiers renforcés avec 4% de Diss et 4% de Doum traités.
9. L'amélioration des résistances à la traction par flexion du composite obtenu avec une augmentation optimale de 13% et 21% pour ceux renforcés respectivement avec 2% de Diss et 1.5% de Doum. De plus, les mortiers à base des fibres de Doum montrent des résistances de traction par flexion plus élevées que celles renforcées avec des fibres de Diss.
L'utilisation des fibres traitées en tant que renfort dans les matériaux composites produits améliore ses performances mécaniques par rapport à l'utilisation des fibres brutes. De plus, les résistances mécaniques des mortiers obtenus diminuent avec la diminution de leur masse volumique.
10. L'incorporation des fibres végétales est très bénéfique pour diminuer la conductivité thermique des composites, avec une diminution qui atteint 40% pour les composites à base de fibres de Diss par rapport au mortier témoin, ce qui permet d'obtenir un matériau avec des propriétés isolantes proches de celle d'un isolant.
Aussi, la teneur en eau est un paramètre important qui affecte la conductivité thermique des composites produits.
11. L'analyse thermogravimétrique ATG est un moyen efficace pour déterminer le comportement des composites face à des grandes températures. La première perte de masse des composites est produite à des températures entre 105 et 131°C alors que la grande perte de masse des matériaux est produite lorsque la température atteint les 831°C.
12. L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) a montré que l'ajout des fibres a une influence favorable sur l'absorption de la chaleur ce qui réduit le processus de combustion lors d'un incendie.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale et perspectives

L'objectif relatif au traitement des fibres d'origine biodégradable a été atteint lors du traitement alcalin réalisé dans le cadre de cette étude. En effet, les résultats des analyses par spectroscopie infrarouge, diffraction des rayons X (DRX) et l'observation au microscope électronique à balayage révèlent que le traitement respectif avec 1 et 3% de NaOH de la fibre de Doum et la fibre Diss est efficace pour éliminer les matériaux amorphes (hémicellulose et lignine), augmenter la cristallinité de la fibre et diminuer l'absorption d'eau des fibres, conduisant in fine à l'amélioration de l'adhérence entre les fibres et la matrice cimentaire.

Le programme expérimental élaboré sur les composites montrent que l'incorporation des fibres végétales allégerait les échantillons de mortier. En effet, l'ajout des fibres traitées de Diss et Doum dans le mortier diminue sa masse volumique de 23 et 19% et sa résistance à la compression de 53 et 47%, et augmente sa porosité de 181 et 160% et son absorption en eau de 165 et 105%. Cependant, une amélioration de la résistance à la flexion du composite de 13 et 21% a été obtenue par l'incorporation respectivement de 2% de Diss et 1.5% de Doum.

L'ajout de fibres Diss et Doum dans des mortiers cimentaires réduit la conductivité thermique des échantillons de 40 et 33%, ce qui augmente la capacité d'isolation thermique des composites étudiés. De plus, la conductivité thermique des composites diminue avec la diminution de la teneur en eau de l'échantillon.

L'analyse thermogravimétrique montre une diminution significative de la masse des composites à une température d'environ 831°C en raison de la décomposition thermique de la calcite. L'analyse DSC indique également que l'ajout de fibres naturelles dans les mortiers diminue leur absorption de chaleur, ce qui réduit le processus de combustion lors d'un incendie accidentel.

Enfin, les résultats de cette étude indiquent que les fibres naturelles traitées (Diss et Doum), peuvent constituer des renforts efficaces dans les matériaux composites à matrice cimentaire et peuvent être utilisées dans diverses applications : bordures en béton, panneaux de ciment, pavés autobloquants, tuyaux de ciment, regards d'eau pluviale, enduits pour mur en maçonnerie et dans les applications non-structurelles des travaux de finition. Les performances thermiques des composites montrent que les fibres naturelles peuvent également être utilisées dans les tuiles de toiture comme des substituts des feuilles de ciment

d'amiante (cancérogène) dans l'industrie fibre-ciment, dans les panneaux sandwich, ou en tant que granulats légers pour la production de composites qui présentent de bonnes caractéristiques d'isolation thermique pour la fabrication des éco-constructions durables.

Cependant, en ce qui concerne les problèmes de mise en œuvre des composites étudiés, en raison à la fois de la mauvaise dispersion des fibres dans la matrice cimentaire et aussi du caractère hydrophile des fibres naturelles ; il est nécessaire d'utiliser des fibres courtes pour améliorer la dispersion des fibres et ajouter des adjuvants aux mélanges pour leur assurer une bonne maniabilité.

Les perspectives de cette étude sont nombreuses le programme expérimental pourrait être complété par les études suivantes :

- Interactions physico-chimiques aux interfaces entre les deux fibres végétales et la matrice cimentaire,
- Durabilité à long terme des fibres végétales dans des milieux alcalins similaires à la solution interstitielle du milieu cimentaire,
- Étude de l'effet de la température sur les propriétés mécaniques des fibres végétales,
- Influence de la méthode de mise en œuvre des fibres (malaxage, projection ou moulage) sur le comportement mécanique et thermique des composites produits,
- Étendre l'étude des mortiers aux bétons ordinaires et auto-plaçants,
- Étude de l'effet du vieillissement accéléré et naturel sur les performances mécaniques des composites,
- Étude technico-économique sur l'utilisation de ces fibres végétales.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [ABA 15] Abani S., Hafsi F., Kriker A., Bali A. (2015), “Valorisation of Date Palm Fibers in Sahara Constructions”. *Energy Procedia*, Vol. 74, pp. 289-293.
- [AGO 11] Agoudjil B., Benchabane A., Boudenne A., Ibos L., Fois M. (2011), “Renewable materials to reduce building heat loss: Characterization of date palm wood”. *Energy and Buildings*, Vol. 43, pp. 491-497.
- [ALA 09] Alawar A., Hamed A.M., Al-Kaabi K. (2009), “Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement”. *Composites Part B: Engineering*, Vol. 40, pp. 601- 606.
- [ALI 12] Ali M., Liu A., Sou H., Chouw N. (2012), “Mechanical and dynamic properties of coconut fiber reinforced concrete”. *Construction and Building Materials*, Vol. 30, pp. 814-825.
- [ARL 07] Arliguie G., Hornain H. (2007), “Grandeurs associées à la durabilité des bétons: GrandDubé”. Presses Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, France, p. 437 .
- [BAL 13] Baley C. (2013), “Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites”. *Techniques de l'Ingénieur*, pp. 1-23.
- [BAL 12] Baley C., Le Duigou A., Bourmaud A., Davies P. (2012), “Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites”. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 43, pp. 1226-1233.
- [BEL 15] Belayachi N., Hoxha D., Redikultseva I. (2015), “Etude Comparative du comportement hygrothermique des matériaux à base de fibres végétales”. *Les 33^{èmes} Rencontres de l'AUGC*, Anglet, France, p. 8.
- [BEL 13] Belaadi A., Bezazi A., Bourchak M., Scarpa F. (2013), “Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres”. *Materials & Design*, Vol. 46, pp. 76-83.
- [BEN 14] Benmansour N., Agoudjil B., Gherabli A., Kareche A., Boudenne A. (2014), “Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building”. *Energy and Buildings*, Vol. 81, pp. 98-104.
- [BEN 12] Ben Sghaier A,E,O., Chaabouni Y., Msahli S., Sakli F. (2012), “Morphological and crystalline characterization of NaOH and NaOCl treated Agave americana L. fiber”. *Industrial Crops and Products*, Vol. 36, pp. 257-266.
- [BER 14] Bernacchia R., Preti R., Vinci G. (2014), “Chemical Composition and Health Benefits of Flaxseed”. *Austin Journal of Nutrition and Food Sciences*, Vol. 2, p. 9.

- [BLE 99]** Bledzki A.K., Gassan J. (1999), “Composites reinforced with cellulose based fibres”. *Progress in Polymer Science*, Vol. 24, pp. 221-274.
- [BNM 12]** Benmehdi H., Hasnaoui O., Benali O., Salhi F. (2012), “Phytochemical investigation of leaves and fruits extracts of *Chamaerops humilis* L”. *Journal of Materials and Environmental Science*, Vol. 3, pp. 320-327.
- [BOR 12]** Borysiak S. (2012), “Influence of wood mercerization on the crystallization of polypropylene in wood/PP composites”. *J Therm Anal Calorim*, Vol. 109, pp. 595-603.
- [BOU 14]** Bouasker M., Belayachi N., Hoxha D., Al-Mukhtar M. (2014), “Physical Characterization of Natural Straw Fibers as Aggregates for Construction Materials Applications”. *Materials*, Vol. 7, pp. 3034-3048.
- [BOU 08]** Bouanaka F. (2008), “Spectroscopie d’émission optique (SEO) par analyseur optique multicanaux d’un plasma basse pression”. Thèse de Magister, Université Mentouri Constantine, p. 97.
- [BRA 14]** Braun L. (2014), “Canadian flax industry update”. *Flax Industry Update Fall*, p. 8.
- [BRA 06]** Bradley W.L., Poel J., Huang H. (2006), “Cocos nucifera: An Abundant Renewable Source of Energy”. Proceedings of the International Conference on Renewable Energy for Developing Countries, Baylor University, Waco, Texas. p.5.
- [BRA 12]** Bragg W.H. (1912), “X-Rays and Crystals”. *Nature*, Vol, 90, pp. 360-361.
- [CAO 06]** Cao Y., Shibata S., Fukumoto I. (2006), “Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments”. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol, 37, pp. 423-429.
- [CHA 15]** Chabaud C. (2015), “Les filières lin et chanvre au cœur des enjeux des matériaux biosourcés émergents”. *Journal officiel de la république française*, p. 90.
- [CHA 13]** Chamoin J. (2013), “Optimisation des propriétés (physiques, hydriques et mécaniques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation”. Thèse de Doctorat, Université de Rennes, p. 200.
- [CLA 06]** Clarke R.C. (2006), “Hemp (Cannabis) Cultivation and Use in the Republic of Korea”. *Journal of Industrial Hemp*, Vol. 11, pp. 51-86.
- [DAI 13]** Dai D., Fan M., Collins P. (2013), “Fabrication of nanocelluloses from hemp fibers and their application for the reinforcement of hemp fibers”. *Industrial Crops and Products*, Vol. 44, pp. 192-199.

- [DAL 12]** Dallel M. (2012), “Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.) : Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil”. Thèse de Doctorat, Université de Haute alsace, p. 142.
- [DAW 10]** Dawood E.T., Ramli M. (2010), “Development of high strength flowable mortar with hybrid fiber”. *Construction and Building Materials*, Vol. 24, pp. 1043-1050.
- [DEG 05]** De Gutiérrez RM., Díaz LN., Delvasto S. (2005), “Effect of pozzolans on the performance of fiber-reinforced mortars”. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 27, pp. 593-598.
- [DIT 12]** Dittenber D.B., GangaRao H.V.S. (2012), “Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure”. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 43, pp. 1419 – 1429.
- [DOT 11]** Do Thi VV. (2011), “Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non”. Thèse de Doctorat, Université de Grenoble et Université des sciences de hochiminh ville, p. 189.
- [DUC 12]** Duchatelet A. (2012), “Synthèse de couches minces de Cu(In,Ga)Se₂ pour cellules solaires par électrodépôt d'oxydes mixtes de cuivre-indium-gallium”. Thèse de Doctorat, Université lille 1, p. 266.
- [DUI 12]** Duigou L.A., Bourmaud A., Balnois E., Davies P., Baley C. (2012), “Improving the interfacial properties between flax fibres and PLLA by a water fibre treatment and drying cycle”. *Industrial Crops and Products*, Vol. 39, pp. 31-39.
- [EBR 17]** Ebrahimi M., Caparanga A.R., Ordone E.E., Villaflores O.B. (2017), “Evaluation of organosolv pretreatment on the enzymatic digestibility of coconut coir fibers and bioethanol production via simultaneous saccharification and fermentation”. *Renewable Energy*, Vol. 109, pp. 41-48.
- [FAR 12]** Farsi M. (2012), “Thermoplastic matrix reinforced with natural fibers: a study on Interfacial behavior”. *Materials Science*, pp. 225-250.
- [GEO 09]** GEORGEL PC.. (2009), “Résines époxydes renforcées avec des fibres naturelles”. Thèse de Doctorat, Université Laval de Canada, p. 121.
- [GOV 06]** Govin A., Peschard A., Guyonnet R. (2006), “Modification of cement hydration at early ages by natural and heated wood”. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 28, pp. 12-20.

- [GRA 88]** Gram H.E. (1988), “Durability of natural fibres in concrete”. In Concrete technology and design, Natural fibre reinforced cement and concrete, N, Swamy, Blackie and Son Ltd, UK.
- [GU 09]** Gu H. (2009), “Tensile behaviours of the coir fibre and related composites after NaOH treatment”. *Materials and Design*, Vol. 30, pp. 3931-3934.
- [GUP 13]** Gupta P.K., Uniyal V., Naithani S. (2013), “Polymorphic transformation of cellulose I to cellulose II by alkali pretreatment and urea as an additive”. *Carbohydrate Polymers*, Vol. 94, pp. 843-849.
- [HAM 16]** Hamidi A. (2016), “Elaboration et Caractérisation d’oxydes mixtes de type weberite de formule chimique $A_2Sb_2O_7$ ($A=Ca;Sr$): application catalytique”. Thèse de Magister, Université des sciences et de la technologie d’oran mohamed boudiaf, p. 127.
- [HAM 13]** Hamza S., Saad H., Charrier B., Ayed N., Bouhtoury FC. (2013), “Physico-chemical characterization of Tunisian plant fibers and its utilization as reinforcement for plaster based composites”. *Industrial Crops and Products*, Vol. 49, pp. 357-365.
- [HAS 13]** Hassoune M., Ghomari F., Khelidj A., Bezzar A., Touil B. (2013), “Influence des paramètres de composition et de cure sur la diffusivité des bétons à base de matériaux locaux”. *Nature & Technologie*, pp. 02-09.
- [HEJ 12]** Hejazi S.M., Sheikhzadeh M., Abtahi S.M., Zadhoush A. (2012), “A simple review of soil reinforcement by using natural and synthetic fibers”. *Construction and Building Materials*, Vol. 30, pp.100-116.
- [HEM 12]** Hemsri S., Grieco K., Asandei A.D., Parnas R.S. (2012), “Wheat gluten composites reinforced with coconut fiber”. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 43, pp. 1160-1168.
- [HSN 13]** Hasnaoui O., Benali O., Bouazza M., Benmehdi H. (2013), “Ethnobotanical approaches and phytochemical analysis of *Chamaerops humilis* L. (Arecaceae) in the area of Tlemcen (western Algeria)”. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, Vol. 4, pp. 910-918.
- [IZA 13]** Izani M.A.N., Paridah M.T., Anwar U.M.K., Mohd Nor MY., H'ng PS. (2013), “Effects of fiber treatment on morphology, tensile and thermogravimetric analysis of oil palm empty fruit bunches fibers”. *Composites Part B: Engineering*, Vol. 45, pp.1251-1257.

- [JAY 14]** Jayakumar G.C., Usharani N., Kawakami K., Rao J.R., Nair B.U. (2014), “Studies on the physico-chemical characteristics of collagen-pectin composites”. *RSC Advances*, Vol. 4, pp. 63840-63849.
- [JOH 12]** Johar N., Ahmad I., Dufresne A. (2012), “Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk”. *Industrial Crops and Products*, Vol. 37, pp. 93-99.
- [JOH 08]** John M.J., Thomas S. (2008), “Biofibres and biocomposites”. *Carbohydrate Polymers*, Vol. 71, pp. 343-364.
- [JUA 09]** Juarez C., Fajardo G., Valdez P. (2009), “Caractérisation microstructurale des fibres naturelles pour matériaux composites à base de ciment” *Canadian Journal of Civil Engineering*, Vol.36, pp. 449-462.
- [JUA 07]** Juárez C., Durán A., Valdez P., Fajardo G. (2007), “Performance of “Agave lecheguilla” natural fiber in portland cement composites exposed to severe environment conditions” . *Building and Environment*, Vol. 42, pp. 1151-1157.
- [KAB 12]** Kabir M.M., Wang H., Lau K.T., Cardona F. (2012), “Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview”. *Composites Part B: Engineering*, Vol. 43, pp. 2883-2892.
- [KAM 14]** Kameche Z.A., Ghomari F., Choinska M., Khelidj A. (2014), “Assessment of liquid water and gas permeabilities of partially saturated ordinary concrete”. *Construction and Building Materials*, Vol. 65, pp. 551-565.
- [KAR 16]** Karthikeyan K., Uthayakumar P., Arul Gideon R., Vidhya Lakshmi A. (2016), “Study on the performance of concrete using metakaolin with natural fibres”. *International Journal of Research in Engineering and Technology*, Vol. 05, pp. 178-181.
- [KHE 13]** Khey A., Ouabbou A., Selmaou K., Ouazzani Touhami A., Benkirane R., Douira A. (2013), “Chamaerops humilis, un nouvel hôte de pestalotiopsis cruenta (kleb.) Steryaert au maroc”. *Lebanese Science Journal*, Vol.14, pp. 129-132.
- [KHE 09]** Khelifa M.R. (2009), “Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçant”. Thèse de Doctorat, Université de Constantine et Université d'Orléans, p.178.
- [KHI 10]** Khiari R., Mhenni M.F., Belgacem M.N., Mauret E. (2010), “Chemical composition and pulping of date palm rachis and Posidonia oceanica – A comparison with other wood and non-wood fibre sources” . *Bioresource Technology*, Vol. 101, pp. 775-780.

- [**KHO 11**] Khorami M., Ganjian E. (2011), “Comparing flexural behaviour of fibre–cement composites reinforced bagasse: Wheat and eucalyptus”. *Construction and Building Materials*, Vol. 25, pp. 3661-3667.
- [**KIM 10**] Kim J.T., Netravali A.N. (2010), “Mercerization of sisal fibers: Effect of tension on mechanical properties of sisal fiber and fiber-reinforced composites”. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 41, pp. 1245-1252.
- [**KOB 11**] Kobayashi K., Kimura S., Togawa E., Wada M. (2011), “Crystal transition from Na–cellulose IV to cellulose II monitored using synchrotron X-ray diffraction”. *Carbohydrate Polymers*, Vol. 83, pp. 483-488.
- [**KRI 08**] Kriker A., Bali A., Debicki G., Bouziane M., Chabannet M. (2008), “Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climates”. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 30, pp. 639-648.
- [**KRI 06**] Kriker A., Bali A., Debicki G. (2006), “Caractérisations physiques et mécaniques des fibres végétales de palmier dattier entrant dans le renforcement des bétons”. *Séminaire International sur la Normalisation et Qualité dans la Construction*, Tlemcen, p. 8.
- [**KRI 05**] Kriker A., Debicki G., Bali A., Khenfer M.M., Chabannet M. (2005), “Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate”. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 27, pp. 554-564.
- [**KWA 14**] Kwan W.H., Ramli M., Cheah C.B. (2014), “Flexural strength and impact resistance study of fibre reinforced concrete in simulated aggressive environment”. *Construction and Building Materials*, Vol. 63, pp. 62-71.
- [**LER 15**] Lertwattanaruk P., Suntijitto A. (2015), “Properties of natural fiber cement materials containing coconut coir and oil palm fibers for residential building applications”. *Construction and Building Materials*, Vol. 94, pp. 664-669.
- [**LIU 15**] Liu W., Jiang H., Yu H. (2015), “Thermochemical conversion of lignin for functional materials: A review and future directions”. *Green Chemistry*, Vol. 17, pp. 4888-4907.
- [**MA 11**] Ma H., Zhou B., Li H.S., Li Y.Q., and Ou S.Y. (2011), “Green composite films composed of nanocrystalline cellulose and a cellulose matrix regenerated from functionalized ionic liquid solution”. *Carbohydrate Polymers*, Vol. 84, pp. 383-389.
- [**MAG 11**] Magniont C., Escadeillas G., Oms-Multon C., Coutand M. (2011), “Valorisation de granulats végétaux pour la formulation d'écomatériaux de construction”. *Le 29^{eme} Rencontres universitaires de Génie Civil (AUGC)*, Tlemcen, pp. 168-178.

- [MAG 10] Magniont C. (2010), “Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources”. Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, p. 343.
- [MAN 15] Mancini A., Imperlini E., Nigro E., Montagnese C., Daniele A., Orrù S., Buono P. (2015), “Biological and Nutritional Properties of Palm Oil and Palmitic Acid: Effects on Health”. *Molecules*, Vol. 20, pp. 17339-17361.
- [MÂN 04] Mân Vu T.H., Pakkanen H., Alén R. (2004), “Delignification of bamboo (*Bambusa procera* acher): Part 1. Kraft pulping and the subsequent oxygen delignification to pulp with a low kappa number” . *Industrial Crops and Products*, Vol. 19, pp. 49-57.
- [MAR 11] Marrakchi Z., Khiari R., Oueslati H., Mauret E., Mhenni F. (2011), “Pulping and papermaking properties of Tunisian Alfa stems (*Stipa tenacissima*)—Effects of refining process” . *Industrial Crops and Products*, Vol. 34, pp. 1572-1582.
- [MES 16] Mesquita R.G.A., Marconcini J.M., Sanadi A.R. (2016), “Coir and Sisal Fibers as Fillers in the Production of Eucalyptus Medium Density Particleboards – MDP”. *Materials Research*, Vol. 19, pp. 1429-1436.
- [MER 11] Merzoud M., Fertikh S., Fouzi M.H., and Gousamia A. (2011), “Influence des absorptions par immersion et par capillarité sur les propriétés physicomécaniques des composites à base de fibres naturelles locales (le diss)”. INVACO2, Rabat, Maroc.
- [MER 08] Merzoud M., Habita M.F. (2008), “Elaboration de composite cimentaire à base de diss « *Ampelodesma Mauritanica* »”. *Afrique Science*, Vol.4. pp. 231-245.
- [MOH 12] Mohan T.P., Kanny K. (2012), “Chemical treatment of sisal fiber using alkali and clay method”. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 43, pp. 1989-1998.
- [MOH 07] Mohr B.J., Biernacki J.J., Kurtis K.E. (2007), “Supplementary cementitious materials for mitigating degradation of kraft pulp fiber-cement composites”. *Cement and Concrete Research*, Vol. 37, pp. 1531-1543.
- [MOK 12] Mokaddem H. (2012), “Contribution à l'étude de la relation : indice d'accroissements du liège / paramètres pluviométriques de deux subéraies oranaises (M'Sila (W. Oran) et Hafir (W. Tlemcen) ”. Thèse d'ingénieur, Université de Tlemcen, p. 95.
- [MON 98] Montane D., Farriol X., Salvadó J., Jollez P., Chornet E. (1998), “Application of steam explosion to the fractionation and rapid vapor-phase alkaline pulping of wheat straw” . *Biomass and Bioenergy*, Vol. 14, pp. 261-276.

- [**MOR 10**] Morgan G., Isakeit T., Falconer L. (2010), “Keys to Profitable Flax Production in Texas”. *Texas AgriLife Extension Service, the Texas A&M System*, p. 8.
- [**MOU 12**] Mouhoubi S., Osmani H., Bali T., Abdeslam S. (2012), “Elaboration et étude des propriétés des composites polyester/alfa traitée et non traitée”. *Verres, Céramiques & Composites*, Vol. 2, pp. 34-40.
- [**MUN 05**] Munder F. (2005), “Extraction des fibres libériennes du chanvre – Derniers résultats de l’ATB Bornim”. Journées d’information en technique agricole, FAT Tänikon, p. 32.
- [**NER 16**] Nerini F.F., Andreoni A., Bauner D., Howells M. (2016), “Powering production. The case of the sisal fibre production in the Tanga region, Tanzania”. *Energy Policy*, Vol. 98, pp. 544-556.
- [**NOZ 11**] Nozahic V., Ameziane S. (2011), “Influence de différents traitements sur l’interface entre des particules lignocellulosiques et un liant minéral”. *Le 29^{eme} Rencontres universitaires de Génie Civil (AUGC)*, Tlemcen, pp. 236-246.
- [**OUA 05**] Ouajai S., Shanks R.A. (2005), “Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments”. *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 89, pp. 327-335.
- [**ODU 11**] Oudiani, A.E., Chaabouni Y., Msahli S., Sakli F. (2011), “Crystal transition from cellulose I to cellulose II in NaOH treated Agave americana L. fibre”. *Carbohydrate Polymers*, Vol. 86, pp. 1221-1229.
- [**PAC 14**] Paczesny M. (2014), “Cannabis Sativa L. : Étude botanique et chimique : Propriétés médicales et état des lieux sur la réglementation ”. Thèse de Doctorat, Université de Joseph Fourier de Grenoble, p. 101.
- [**PAC 11**] Pacheco-Torgal F., Jalali S. (2011), “Cementitious building materials reinforced with vegetable fibres: A review”. *Construction and Building Materials*, Vol. 25, pp. 575-581.
- [**PAN 12**] Panesar D.K., Shindman B. (2012), “The mechanical, transport and thermal properties of mortar and concrete containing waste cork”. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 34, pp. 982- 992.
- [**PAR 07**] Parikh D.V., Thibodeaux D.P., Condon B. (2007), “X-ray Crystallinity of Bleached and Crosslinked Cottons”. *Textile Research Journal*, Vol. 77, pp. 612-616.
- [**PAS 12**] Passas R. (2012), “12 - Natural fibres for paper and packaging”. *Handbook of Natural Fibres: Processing and Applications*, Vol. 2, pp. 367-400.

- [PAY 38]** Payen A. (1838), “Mémoire sur la composition du tissu propre des plantes et du ligneux”. *CR Hebd Seances Acad Sci*,7: 1052-1056.
- [QI 06]** Qi H., Cooper P.A., Wan H. (2006), “Effect of carbon dioxide injection on production of wood cement composites from waste medium density fiberboard (MDF)”. *Waste Management*, Vol. 26, pp. 509-515.
- [RAG 10]** Ragoubi M. (2010), “Contribution à l’amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne”, Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, p. 186.
- [RAJ 11]** Raj G., Balnois E., Baley C., Grohens Y. (2011), “Role of polysaccharides on mechanical and adhesion properties of flax fibers in Flax/PLA biocomposites”. *International Journal of Polymer Science*, Vol. 2011. p.11.
- [RAM 05]** Ramakrishna G., Sundararajan T. (2005), “Studies on the durability of natural fibers and the effect of corroded fibres on the strength of mortar”. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 27, pp. 575-582.
- [RAU 16]** Raut A.N., Gomez C.P. (2016), “Thermal and mechanical performance of oil palm fiber reinforced mortar utilizing palm oil fly ash as a complementary binder”. *Construction and Building Materials*, Vol. 126, pp. 476-483.
- [RIT 08]** Ritter S.K. (2008), “Lignocellulose: A Complex Biomaterial”. *Chemical & Engineering News*, Vol. 86, p. 15.
- [ROB 13]** Robotti N. (2013), “The discovery of X-ray diffraction”. *Rendiconti Lincei*, Vol. 24, pp. 7-18.
- [ROM 08]** Roma Jr.L.C., Martello L.S., Savastano Jr.H. (2008), “Evaluation of mechanical, physical and thermal performance of cement-based tiles reinforced with vegetable fibers”. *Construction and Building Materials*, Vol. 22, pp. 668-674.
- [ROS 11]** Rosa I.M.D., Kenny J.M., Maniruzzaman M., Moniruzzaman M., Monti M., Puglia D., Santulli C., Sarasini F. (2011), “Effect of chemical treatments on the mechanical and thermal behaviour of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres ”. *Composites Science and Technology*, Vol. 71, pp. 246-254.
- [RUB 10]** Rubilar M., Gutierrez C., Verdugo M., Shene C., Sineiro J. (2010), “Flaxseed as a Source of Functional Ingredients” *Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, Vol. 10, pp. 373-377.

- [SAH 10] Saha P., Manna S., Chowdhury S.R., Sen R., Roy D., Adhikari B. (2010), “Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment”. *Bioresource Technology*, Vol. 101, pp. 3182-3187.
- [SAI 10] Saikia D. (2010), “Studies of Water Absorption Behavior of Plant Fibers at Different Temperatures”. *Int J Thermophys*, Vol. 31, pp. 1020-1026.
- [SAR 14] Sarikanat M., Seki Y., Sever K., Durmuşkahya C. (2014), “Determination of properties of *Althaea officinalis* L. (Marshmallow) fibres as a potential plant fibre in polymeric composite materials”. *Composites Part B: Engineering*, Vol. 57, pp. 180-186.
- [SAV 99] Savastano H., Agopyan V., Nolasco A.M., Pimentel L. (1999), “Plant fibre reinforced cement components for roofing”. *Construction and Building Materials*, Vol.13, pp. 433-438.
- [SED 08] Sedan D., Pagnoux C., Smith A., Chotard T. (2008), “Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction”. *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 28, pp. 183-192.
- [SED 07] Sedan D. (2007), “Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite”. Thèse de Doctorat, université de limoges, p.130.
- [SEG 59] Segal L., Creely, J.J., Martin, A.E., Conrad, C.M. (1959), “An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer”. *Text. Res. J*, Vol. 29, pp.786-794.
- [SEK 13] Seki Y., Sarikanat M., Sever K., Durmuşkahya C. (2013), “Extraction and properties of *Ferula communis* (chakshir) fibers as novel reinforcement for composites materials”. *Composites Part B: Engineering*, Vol. 44, pp. 517-523.
- [SEL 15] Sellami A. (2015), “Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss) : Caractérisation, Durabilité et Application au cas de la maçonnerie”. Thèse de Doctorat, Université d’Annaba, p. 152.
- [SEL 13] Sellami A., Merzoud M., Amziane S. (2013), “Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers ” . *Construction and Building Materials*, Vol. 47, pp. 1117-1124.
- [SGR 08] Sgriccia N., Hawley M.C., Misra M. (2008), “Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites”. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 39, pp. 1632-1637.

- [SHA 14] Shalwan A., Yousif B.F. (2014), "Investigation on interfacial adhesion of date palm/epoxy using fragmentation technique". *Materials & Design*, Vol. 53, pp. 928-937.
- [SHA 13] Sharma S.D., Singh G. (2013), "Enantioseparation of Efavirenz by Ultra Performance Liquid Chromatography". *Advances in Analytical Chemistry*, Vol. 3, pp. 29-33.
- [SHA 12] Shahzad A. "Hemp fiber and its composites – a review". *Journal of Composite Materials*, 2012, Vol. 46, pp. 973-986.
- [SHO 16] Shoukry H., Kotkata M.F., Abo-EL-Enein S.A., Morsy M.S., Shebl S.S. (2016), "Thermo-physical properties of nanostructured lightweight fiber reinforced cementitious composites". *Construction and Building Materials*, Vol. 102, pp.167-174.
- [SOR 12] Soroushian P., Won J.P., Hassan M. (2012), "Durability characteristics of CO₂-cured cellulose fiber reinforced cement composites". *Construction and Building Materials*, Vol. 34, pp. 44-53.
- [SUH 13] Suhaily S.S., Khalil H.P.S.A., Nadirah W.O.W., Jawaid M. (2013), "Bamboo Based Biocomposites Material, Design and Applications". *Materials Science*, pp. 489- 517.
- [SYM 08] Symington M.C., David-West O.S., Banks W.M., Pethrick RA. (2008), "The effect of alkalis on the mechanical properties of natural fibres". *The 13th European Conference on Composite Materials (EECM 13)*, Stockholm, Sweden, p.10.
- [TEL 15] Teles MCA., Glória GO., Altoé GR., Netto PA., Margem FM., Braga FO., Monteiro S.N. (2015), "Evaluation of the diameter influence on the tensile strength of pineapple leaf fibers (PALF) by Weibull method". *Materials Research*, Vol. 18, pp. 185-192
- [THI 95] Thiebaud S. (1995), "Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux". Thèse de Doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, France, p.194.
- [THU 08] Thu Nga H.O. (2008), "Etude de l'influence de la température et de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco". Thèse de Doctorat, Université du Québec, p. 234.
- [TOL 00] Toledo Filho R.D., Scrivener K., England G.L., Ghavami K. (2000), "Durability of alkali-sensitive sisal and coconuts fibres in cement mortar composites". *Cement and Concrete Composites*, Vol. 22, pp.127-143.
- [TOM 16] Tomljenović A., Erceg M. (2016), "Characterisation of Textile and Oleaginous Flax Fibrous and Shives Material as Potential Reinforcement for Polymer Composites". *Tekstilec*, Vol. 59, pp. 350-366.
- [TON 11] Tonoli G.H.D., Santos S.F., Savastano Jr. H., Delvasto S., Mejía de Gutiérrez R., Lopez de Murphy MDM. (2011), "Effects of natural weathering on microstructure and

mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre”. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 33, pp. 225-232.

[TRO 09] Troëdec M.L., Peyratout C.S., Smith A., Chotard T. (2009), “Influence of various chemical treatments on the interactions between hemp fibres and a lime matrix”. *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 29, pp. 1861-1868.

[TSE 05] Tserki V., Zafeiropoulos N.E., Simon F., Panayiotou C. (2005), “A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres”. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 36, pp. 1110-1118.

[UZC 15] Uzcátegui E. (2015), “Biología Molecular: Moléculas para el metabolismo”. *Biología*, pp. 65-71.

[VAN 01] Van Rijswijk K., Brouwer W.D., Beukers A. (2001), “Application of Natural Fibre Composites in the Development of Rural Societies”. *FAO*, Pays-Bas, p. 61.

[VIL 12] Villarreal M.O., Hernández E.A., Arispuro I.V., Téllez M.Á.M. (2012), “Plant Cell Wall Polymers: Function, Structure and Biological Activity of Their Derivatives”. *Materials Science: Polymerization*, pp. 64-86.

[WAN 17] Wang W., Chouw N. (2017), “The behaviour of coconut fibre reinforced concrete (CFRC) under impact loading”. *Construction and Building Materials*, Vol. 134, pp. 452- 461.

[XIE 15] Xie X., Zhou Z., Jiang M., Xu X., Wang Z., Hui D. (2015), “Cellulosic fibers from rice straw and bamboo used as reinforcement of cement-based composites for remarkably improving mechanical properties”. *Composites Part B: Engineering*, Vol.78, pp. 153-161.

[YAH 11] Yahiaoui L. (2011), “Caractérisation d’un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss)” Thèse de Magister, Université Ferhat Abbas, Setif , Algérie, p.118.

[ZBI 09] Zbidi F., Sghaier S., Nedjma M.B., Zidi M. (2009), “Influence of alkaline and enzymatic treatments on the properties of Doum Palm Fibers and composite” . *Journal of Applied Sciences*, Vol. 9, pp. 366-371.

RÉFÉRENCES NORMATIVES

NF EN 1008 : Eau de gâchage pour bétons - Spécifications d'échantillonnage, d'essais et d'évaluation de l'aptitude à l'emploi, y compris les eaux des processus de l'industrie du béton, telle que l'eau de gâchage pour béton, 2003.

EN 196-1 : Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances mécaniques, 2006.

AFPC-AFREM : Durabilité des bétons « Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité », 2007.

ASTM D5930-97 : Standard Test Method for Thermal Conductivity of Plastics by Means of a Transient Line-Source Technique, 2001.

Résumé

L'objectif de cette étude est la valorisation des ressources naturelles locales, renouvelables pour les utiliser en tant que matériaux de construction. Il s'agit d'examiner, d'une part, l'influence des différents traitements réalisés au laboratoire sur les propriétés chimiques et morphologiques des fibres de deux végétaux xérophytes : Doum (*Chamaerops humilis*) et Diss (*Ampelodesmos mauritanicus*) Afin d'améliorer l'adhérence fibre-matrice cimentaire et identifier d'autre part, l'effet de l'ajout à des taux croissants de ces deux fibres sur les propriétés physiques, mécaniques et thermiques des mortiers de ciment portland.

Les résultats obtenus montrent que le traitement alcalin, respectif à 1 et 3% de NaOH des fibres de Doum et Diss pendant 30 minutes à une température ambiante, a montré à la fois une amélioration optimale de l'indice de cristallinité par rapport à la fibre brute et une modification de la surface des fibres traitées en une surface plus rugueuse qui favorise l'adhérence à la matrice cimentaire. Le renforcement des mortiers avec ces deux fibres induit une diminution de leurs masses volumiques et par conséquent des résistances à la compression ainsi qu'une augmentation de leur porosité et donc de leur capacité d'absorption en eau. De plus, les mortiers renforcés des fibres traitées aux taux respectifs de 1.5% de Doum et 2% de Diss, montrent les meilleures résistances à la flexion.

Les mesures de conductivité thermique ont été réalisées pour différents temps de séchage afin d'évaluer l'effet de la teneur en eau sur les propriétés thermiques. Aussi, les essais thermogravimétriques (ATG) couplés avec la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sont également réalisés, pour étudier la dégradation et la perte de masse en fonction de l'élévation de température des composites fibrés. Les résultats montrent que l'addition des fibres diminue la conductivité thermique des matériaux composites et favorise l'absorption de la chaleur.

Mots clés : Mortier de ciment, Fibres naturelles, Diss, Doum, Biodégradabilité, Résistances mécaniques, conductivité thermique.

Abstract

The purpose of this study is the valorization of local natural resources, renewable for use as building materials. It is a matter of investigating, firstly, the effect of various treatments, carried out in a laboratory setting on the chemical and morphological properties of the fibers of two xerophyte plants (Doum '*Chamaerops humilis*' and Diss '*Ampelodesmos mauritanicus*'), in order to improve the adhesion between fibers and cement matrix, secondly the effect of increasing inclusion rates of these two fibers on the physical, mechanical and thermal properties of cementitious composites.

Obtainable results revealed that the alkaline treatments of the Doum and Diss fibers with 1 and 3% NaOH for 30 minutes at room temperature resulted in an optimal improvement of the crystallinity index and alter the characteristics of the surface topography, which increases the fiber-matrix adhesion. The reinforcement of mortars with these two fibers caused a decrease in their bulk density and consequently the compressive strength, as well as an increase in their porosity and thus their capacity of water absorption. Moreover, the reinforced mortars of the treated fibers at the respective rates of 1.5% Doum and 2% Diss show the high flexural strengths.

Also, thermal conductivity measurements were carried out for different drying durations to assess the effect of water content on the thermal properties. Thermogravimetric Analysis (TGA) coupled with differential scanning calorimetry (DSC) are also performed to study the degradation and mass loss of composites as a function of the temperature rise. The results reveal that the incorporation of these fibers reduces the thermal conductivity and increases the heat absorption of the composites.

Keywords: Cement mortar, Natural fibers, Diss, Doum, Biodegradability, Mechanical strengths, Thermal conductivity.

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تجميع الموارد الطبيعية المحلية، المتجددة للاستخدام كمواد بناء. إن الأمر يتعلق بالتحقيق أولاً في تأثير العلاجات المخبرية المختلفة على الخواص الكيميائية والمورفولوجية للألياف نباتيتين مقاومتين للجفاف وتحديدًا الدوم (كاميرويس هوميلس) والديس (أمبيلوديسموس موريتانيكوس)، وذلك من أجل تحسين الالتصاق بين الألياف والمصفوفة الإسمنتية، وثانياً دراسة تأثير زيادة معدلات إدراج هذه الألياف على الخصائص الفيزيائية والميكانيكية والحرارية للمركبات الإسمنتية.

النتائج التي تم الحصول عليها أظهرت أن العلاجات الكيميائية، على التوالي بواسطة 1 و 3% من هيدروكسيد الصوديوم للألياف الدوم والديس لمدة 30 دقيقة في درجة حرارة الغرفة أدت إلى التحسن الأمثل لمؤشر التبلور مقارنة بالألياف الخام وكذلك إلى تغيير خصائص تضاريس سطح الألياف من سطح أملس إلى سطح خشن الملمس مما يعزز من التصاق المصفوفة الإسمنتية والألياف.

من جهة أخرى استعمال هاتين الألياف في تعزيز المواد الإسمنتية يؤدي إلى انخفاض في كتلتها الحجمية وبالتالي مقاومة الانضغاط، فضلاً عن الزيادة في المسامية وبالتالي ارتفاع قدرتها على امتصاص الماء. وعلاوة على ذلك أدى استعمال الألياف والديس والدوم المعالجة بنسبة إضافة إلى المركبات الإسمنتية تقدر بـ 2% و 1.5% إلى أفضل النتائج لمقاومة الانحناء.

كما تم إجراء قياسات الناقلية الحرارية لمدة تجفيف مختلفة لتقييم تأثير المحتوى المائي على الخواص الحرارية. كذلك تم القيام بالتحليل الوزني الحراري (TGA) إلى جانب قياس مسعر المسح التبايني (DSC) لدراسة تدهور وفقدان كتلة المركبات الإسمنتية تبعاً لارتفاع درجة الحرارة. النتائج تكشف أن دمج هذه الألياف يقلل من التوصيل الحراري ويزيد من امتصاص الحرارة من قبل المركبات.

كلمات مفتاحية: المركبات الإسمنتية، الألياف الطبيعية، الديس، الدوم، التحلل البيولوجي، المقاومة الميكانيكية، الناقلية الحرارية.