

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

BADJI MOKHTAR - ANNABA UNIVERSITY
UNIVERSITE BADJI MOKHTAR - ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

Année : 2015

Faculté des sciences de l'ingénieur
Département de Génie Civil

THÈSE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de DOCTORAT 3^{ème} Cycle

Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss) : Caractérisation, Durabilité et Application au cas de la maçonnerie

Option : Matériaux

Par

SELLAMI Asma

Devant le Jury :

Président	REDJEL Bachir	Pr	Université de Annaba
Rapporteur	MERZOUZ Mouloud	Pr	Université de Annaba
Examineur	ARABI Noureddine	Pr	Université de Annaba
Examineur	HAMOUINE Abdelmadjid	Pr	Université de Bechar
Examineur	BELACHIA Mouloud	Pr	Université de Skikda
Invité	AMZIANE Sofiane	Pr	Université Clermont Ferrand
Invité	BENAZZOUK Amar	MC	Université d'Amiens

Remerciements

Remerciements

*Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire de matériaux innovants et durabilité de département de Génie Civil de l'université **Badji Mokhtar d'Annaba**.*

*Je tiens à remercier en premier lieu **Mon Dieu** qui ma donné le courage et la volonté afin de terminer ce travail.*

Je voudrais remercier mes parents, mes sœurs (Chahra et Nawel) et mes frères (Redouane et Mustafa) pour leur soutien et leurs encouragements pour poursuivre la thèse.

*Je tiens également à remercier mon directeur de thèse monsieur, le Professeur **Merzoud Mouloud** pour m'avoir suivi au cours de ces cinq ans. Je tiens à souligner sa disponibilité, ses conseils avisés et ses idées pertinentes, sa patience et le soutien pendant ces années.*

*Mes sincères remerciements à Monsieur le Professeur **Amziane. S** de l'Université Clermont Ferrand (France), pour son aide très précieuse, qui a bien voulu nous aider à faire et interpréter les images au MEB, et à la soumission de la publication.*

*Un grand merci à monsieur le docteur **Aouadi. S** pour son aide de faire des analyses de mes échantillons au sein de son laboratoire de biochimie, ainsi que le professeur Mme **Kirane .D**, chef de département de Biochimie, et Professeur **Benslama. M** chef de département de biologie, qui nous ont permis d'utiliser les moyens de leur laboratoire durant toute une année.*

*Un grand merci aussi à toute l'équipe du laboratoire des technologies innovantes (**IUT d'Amiens, France**) et en particulier le docteur **Benazzouk. A**, ainsi que monsieur **Fertikh. S** pour leur aide et leurs conseils.*

*Je tiens à remercier le Professeur **Redjel. B** et tous les enseignants de l'option Matériaux qui ont contribué à notre formation, et leurs conseils fructueux durant toute la période de recherche, par le suivi régulier de l'avancement de nos travaux.*

*Un grand merci à toute l'équipe du laboratoire central de la société de l'eau et d'assainissement d'El-Tarf et d'Annaba (**SEATA**) pour leur aide.*

Remerciements

Un grand merci aussi à toute l'équipe du laboratoire central de l'usine Sidérurgique d'EL HADJAR pour leur aide de faire mes essais.

*Je tiens à exprimer ma reconnaissance envers ceux qui m'ont fait l'honneur de juger mon travail, Pr. **REDJEL Bachir** pour avoir accepté de présider mon jury de soutenance, Pr. **HAMOUINE Abdelmadjid**, Pr. **ARABI Noureddine**, Pr. **BELACHIA Mouloud**, Pr. **AMZIANE Sofiane** et Dr. **BENAZZOUK Amar** pour avoir accepté d'examiner cette thèse.*

Je tiens aussi à remercier mes amies (Imen, , F.Zohra, Houria, Yasmine , Asma, Hana Meriem , Amira et Ghania) et mes collègues (Taher, Oussama, Adel, Walid et Miloud).

Je remercie tout les techniciens de laboratoire pour leur disponibilité, leurs compétences et leur sympathie.

Enfin, je tiens à remercier tous(es) qui ont contribué de près ou de loin à ma réussite.

Table des matières

Table des matières

Résumé

Abstract

ملخص

Introduction Générale 19

Chapitre I : Etude Bibliographique..... 23

I.1 Généralités sur les composites 26

I.1.1 Renfort 26

I.1.1.1 Fibres minérales 26

• Fibres d'amiante 26

• Fibres métalliques 26

I.1.1.2 Fibres synthétiques 27

• Fibres de polypropylènes 27

• Fibres de cellulose 27

I.1.1.3 Fibres artificielles 27

• Fibres de verre..... 27

• Fibres de carbone 28

I.1.1.4 Fibres végétales..... 28

• Fibres de chanvre..... 29

• Fibres de lin 29

• Fibres de jute 29

• Fibres de sisal..... 29

• Fibres de coton 29

I.1.2 Matrice 31

I.1.2.1 Matrices thermodurcissables..... 31

I.1.2.2 Matrices thermoplastiques 31

I.1.2.3 Matrices thermostables 31

I.1.2.4 Matrices métalliques et céramiques 31

I.1.3 Classification des matériaux composites..... 32

I.1.3.1 Classification suivant la forme des constituants..... 32

• Composites à fibres 32

• Composites à particules 32

I.1.3.2 Classification suivant la nature de la matrice..... 32

• Composites à matrice organique..... 32

• Composites à matrice métallique 32

• Composites à matrice minérale..... 32

I.1.4 Influence du taux de renfort sur les propriétés des composites 32

I.1.5 Influence de la morphologie des fibres 33

I.1.6 Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort 33

I.2 Généralités sur les composites renforcés par des fibres végétales..... 33

Table des matières

I.3 Propriétés des composites renforcés par des fibres végétales	35
I.3.1 Propriétés à l'état frais.....	35
I.3.2 Propriétés à l'état durci.....	35
I.4 Généralités sur les fibres végétales	36
I.4.1 Définition d'une fibre végétale.....	36
I.4.2 Organisation de la paroi végétale.....	37
I.4.3 Composition chimique des fibres végétales	38
I.4.3.1 Cellulose	38
I.4.3.2 Hémicellulose	39
I.4.3.3 Lignine	40
I.4.3.4 Lipides	40
I.4.3.5 Pectines.....	41
I.4.3.6 Protéines.....	41
I.4.3.7 Sucres	42
I.4.4 Traitements des fibres végétales	43
I.4.4.1 Traitement physique.....	43
I.4.4.2 Traitement chimique.....	43
I.4.4.3 Traitement thermique.....	44
I.4.5 Propriétés usuelles des fibres végétales.....	44
I.4.5.1 Propriétés physiques	44
I.4.5.2 Propriétés mécaniques.....	45
I.4.6 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales	46
I.4.7 Utilisation des fibres végétales dans la construction.....	47
I.4.8 Répartition de la production mondiale de fibres végétales	47
I.4.9 Répartition géographique de fibres végétales en l'Algérie.....	49
I.5 Généralités sur les briques	50
I.5.1 Généralités sur la terre et les briques de terre.....	50
I.5.2 Généralités sur les briques de terre renforcées par des fibres végétales.....	52
Conclusion	53

Chapitre II : Matériaux utilisées et Méthodes

<u>Expérimentales</u>	54
Introduction	57
II.1 Présentation et caractérisation des matériaux utilisés	57
II.1.1. Fibres de DISS	57
II.1.1.1 Présentation de la fibre de Diss	57
II.1.1.2 Traitement de fibres de Diss	58
II.1.1.2.1 Traitement par ébullition	58
II.1.1.2.2 Traitement par huile de lin	59
II.1.1.3 Autres solutions de traitement de fibres de diss.....	59
II.1.1.3.1 Traitement avec l'eau de mer	60

Table des matières

II.1.1.3.2 Traitement avec l'eau du robinet	62
II.1.1.4 Caractérisation chimique de fibres de Diss	64
II.1.1.4.1 Extraction de cellulose.....	64
II.1.1.4.2 Extraction des hémicelluloses	65
II.1.1.4.3 Dosage de la lignine	68
II.1.1.4.4 Extraction des lipides	68
II.1.1.4.5 Dosage des protéines	70
II.1.1.4.6 Dosage des sucres solubles.....	70
II.1.1.4.7 Extraction des pectines	71
II.1.1.5 Composition minéralogique de fibres de Diss	72
II.1.1.6 Propriétés physiques de fibres de Diss	73
II.1.1.6.1 Masse volumique apparente	73
II.1.1.6.2 Masse volumique absolue	73
II.1.1.6.3 La cinétique d'absorption d'eau des fibres de Diss	73
II.1.1.7 Taux d'humidité des fibres de diss.....	74
II.1.1.8 Propriétés mécaniques des fibres de diss (résistance de traction)	75
II .1.2. Ciment	76
II.1.2.1 Définition	76
II.1.2.2 Constituants	76
II.1.2.3 Hydratation du ciment portland	77
II.1.2.4 Fabrication du ciment portland	78
II.1.2.5 Propriétés physiques	79
II.1.2.5.1 Masse volumique apparente	79
II.1.2.5.2 Masse volumique absolue	79
II.1.2.5.3 Consistance normale	79
II.1.2.5.4 Finesse de mouture.....	79
II.1.2.5.5 Résistance réelle	79
II.1.2.5.6 Composition chimique du ciment	80
II .1.3. Eau de gâchage	80
II .1.4. Influence de fibres de diss brutes sur la prise du ciment	81
II.2 Méthode d'élaboration et de caractérisation des composites étudiés	82
II.2.1 Configuration des composites étudiés.....	82
II.2.2 Caractérisation du composite à l'état frais	83
II.2.2.1 Maniabilité du composite de Diss	83
II.2.2.2 Essai de prise du composite de Diss	83
II.2.3 Confection des éprouvettes et conservation	84
II.2.4 Caractérisation mécanique des composites obtenus	85
II.2.4.1 Résistances Mécaniques	85
II.2.4.2 Microstructure des composites.....	86
Conclusion	86

Table des matières

<u>Chapitre III : Résultats Expérimentaux et Discussions</u>	88
Introduction	90
III.1 Caractérisation des composites étudiés avec différents volumes de fibres et différents rapports E/C	90
III.1.1 Masse volumique	90
III.1.2 Résistances mécaniques	91
III.2 Comportement des composites en flexion	92
III.3 Comportement des composites en compression	95
III.4 Influence de volume de fibres sur les résistances mécaniques des composites	96
III.5 Influence de volume de fibres sur la masse volumique des composites	97
III.6 Comportement général des composites renforcés par les fibres	98
III.7 Etude des performances mécaniques des composites à base de fibres de diss pré-mouillés	99
III.8 Influence de la microstructure des fibres de diss sur le comportement mécanique et hydrique des composites	100
III.8.1 Microstructure des fibres de diss.....	100
III.8.2 Effet du traitement thermique et par huile de lin sur la morphologie des fibres de diss.....	102
III.8.3 Effet du traitement sur les résistances mécaniques.....	104
III.8.3.1 Effet de traitement par ébullition et huile de lin	104
III.8.3.2 Effet de traitement alcalin	104
III.9 Analyse microstructurale des composites obtenus	107
Conclusion	107
<u>Chapitre IV : Etude Expérimentale et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »</u>	110
Introduction	112
IV.1 Etude expérimental	112
IV.1.1 Elaboration des briques à base de fibres de diss.....	112
IV.1.2 Caractérisation physique et mécanique des briques de diss.....	113
IV.1.2.1 Masse volumique	113
IV.1.2.2 Résistance à la flexion	113
IV.1.2.3 Résistance à la compression.....	114
IV.1.3 Confection de mur ou prisme	115

Table des matières

IV.1.4 Essai de compression sur un prisme.....	115
IV.1.5 Discussion des résultats	116
IV.2 Etude numérique	118
IV.2.1 Modèle de calcul.....	118
IV.2.2 Données de base de logiciel	119
IV.2.3 Hypothèse	119
IV.2.4 Résultats	119
IV.2.5 Modélisation numérique des assemblages de briques	120
Conclusion.....	126
<u>Chapitre V : Durabilité des composites à base de fibres végétales (Diss)</u>.....	128
Introduction.....	130
V.1 Vieillessement naturel des composites à base de fibres diss	130
V.1.1 Définition de vieillissement	130
V.1.2 Propriétés physiques des composites après vieillissement naturel	132
V.1.3 Propriétés mécaniques des composites après vieillissement naturel	132
V.2 Vieillessement alcalin des composites à base de diss (l'eau de mer)	134
V.2.1 Généralités sur la durabilité du béton en milieu marin	134
V.2.2 Les mécanismes d'attaque par l'eau de mer	134
V.2.2.1 Processus d'attaque par les chlorures	134
V.2.2.1.1 Action du chlorure de magnésium	135
V.2.2.1.2 Action du chlorure de calcium	135
V.2.2.2 Processus d'attaque par les sulfates	135
V.2.2.2.1 Action du sulfate de sodium	135
V.2.2.2.2 Action du sulfate de magnésium.....	135
V.2.2.2.3 Action du sulfate de calcium.....	135
V.2.2.2.4 Action du sulfate de potassium.....	136
V.2.3 Généralités sur la durabilité des bétons ou composites renforcés par des fibres végétales.....	136
V.2.4 Propriétés physiques des composites après vieillissement alcalin	137
V.2.5 Propriétés mécaniques des composites après vieillissement alcalin	137
Conclusion.....	139
Conclusion Générale.....	140
Perspectives	144
Références	146

LISTE DES FIGURES

Figure I.1	Classification des fibres naturelles.....	30
Figure I.2	Découpage de la paroi cellulaire	36
Figure I.3	Organisation de la cellule végétale.....	38
Figure I.4	Structure d'une molécule de cellulose.....	38
Figure I.5	Structure d'hémicellulose (chaines latérales de xylose, galactose, glucose et fucose).....	39
Figure I.6	Un exemple de structure de la lignine.....	40
Figure I.7	Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose [SED07b].....	41
Figure I.8	Les chaines d' HRGP lié entre elles à l'aide de liaisons covalentes entre deux tyrosines.....	42
Figure I.9	Répartition de la production mondiale de fibres végétales hors coton et bois (2001-2008) [FRD-ADEME11].....	48
Figure I.10	Gisement de fibres végétales en Algérie.....	49
Figure I.11	Maison construite en terre, (a) région rurale en Mali, (b) région urbaine...	50
Figure I.12	(a) Briques de terre renforcées par la paille, (b) Confection d'une maison avec des briques de terre +paille.....	52
Figure II.1	Plante de diss à l'état naturel	57
Figure II.2	Tiges de diss	58
Figure II.3	Broyeur électrique de type Retsch.....	58
Figure II.4	Fibres de diss broyées, (a) Naturelles, (b) Bouillies, (c) Image au Microscope Electronique à Balayage (MEB) d'une fibre de diss bouillie et enrobée d'huile de lin.....	59
Figure II.5	Traitement de fibres de diss avec l'eau de mer	60
Figure II.6	Fibres de diss traitées et séchées	60
Figure II.7	Traitement de fibres de diss avec l'eau du robinet	62
Figure II.8	Fibres de diss rincées et séchées.....	62
Figure II.9	Détermination de l'indice d'insoluble cellulosique « Méthode de Weende 1809 ».....	65
Figure II.10	Délipidation d'échantillon par le system (ballon+réfrigérant à reflux).....	66
Figure II.11	Protocole expérimental pour l'extraction des hémicelluloses.....	67
Figure II.12	Agitation magnétique	68

Liste des figures

Figure II.13	Hydrolyse par reflux.....	68
Figure II.14	Structure des Sphingolipides (Sphingosine).....	68
Figure II.15	Méthode de dosage des sphingosines.....	69
Figure II.16	Rota-vapeur	70
Figure II.17	Spectrophotomètre.....	70
Figure II.18	Analyse EDX à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) du diss bouilli non lavé.....	72
Figure II.19	Taux d'absorption des fibres de diss.....	74
Figure II.20	Essai de traction sur une fibre de diss.....	75
Figure II.21	Comportement des fibres de diss à la traction directe.....	76
Figure II.22	Représentation schématique de l'hydratation du ciment [JAW85]	77
Figure II.23	Principales méthodes de fabrication du ciment.....	78
Figure II.24	Essai de maniabilité du composite de diss (IUT d'Amiens, France).....	83
Figure II.25	Essai de prise d'un composite cimentaire à base de fibres de diss.....	84
Figure II.26	Machine de traction Zwick/Roell 20KN.....	85
Figure II.27	Essai de traction par flexion.....	86
Figure II.28	Essai de compression.....	86
Figure III.1	Masse volumique des composites avec différents volumes de fibres et différents rapports E/C.....	90
Figure III.2	Résistances mécaniques des composites en fonction du rapport E/C : (a) avec 4 volumes de fibres, (b) avec 5 volumes de fibre et (c) avec 6 volumes de fibres.....	92
Figure III.3	Courbes contraintes-déformations des différentes formulations en flexion trois points.....	93
Figure III.4	Masse volumique des composites avec différents volumes.....	93
Figure III.5	Courbes contraintes-déformations de la pâte de ciment en flexion trois points.....	94
Figure III.6	Mode de rupture en flexion des composites avec différents volumes.....	94
Figure III.7	Courbes contraintes-déformations des différentes formulations en compression simple.....	95
Figure III.8	Essai de compression sur des composites avec différents volumes.....	95
Figure III.9	Résistances mécaniques des composites avec différents volumes de fibres..	96

Liste des figures

Figure III.10	Evolution de la concentration en ions Ca ²⁺ , Si ⁴⁺ , Al ³⁺ et Fe ³⁺ en fonction de volume de fibres [SED07a].....	97
Figure III.11	Masse volumique des composites avec différents volumes de fibres comparée par la masse volumique de la pâte cimentaire.....	97
Figure III.12	Courbes du comportement typique d'un échantillon de ciment pur (1), et d'un composite ciment/fibres (2) en flexion trois points [SED07b].....	98
Figure III.13	Comparaison des résistances à la flexion des composites avec des fibres de diss bouillies et bouillies pré-mouillées.....	99
Figure III.14	Observation au MEB de la structure externe de la fibre de diss brute à différente échelle.....	100
Figure III.15	Observation au MEB de la structure interne d'une fibre de diss brute	101
Figure III.16	Observation au MEB de la fibre à l'intérieur (vision des cavités).....	101
Figure III.17	Observation au MEB d'une fibre de diss (a) bouillie lavée (b) bouillie non lavée.....	103
Figure III.18	Observation au MEB des fibres saturées d'huile de lin	103
Figure III.19	Résistances mécaniques des composites avec différents traitements de fibres	104
Figure III.20	Résistances en flexion des composites à base de diss traité par l'eau de mer et l'eau du robinet	105
Figure III.21	La cinétique d'absorption d'eau de fibres de diss avec différents traitements	105
Figure III.22	Résistances en compression des composites avec différent traitement des fibres	106
Figure III.23	Images microscopiques des composites, (a) avec 4 volumes de fibres, (b) 5 volumes de fibre (c) 6 volumes de fibres.....	107
Figure IV.1	Briques à base de fibres de Diss de type (70x110x220) mm ³	112
Figure IV.2	Masse volumique de différents types de briques.....	113
Figure IV.3	Essai de flexion de trois points sur une brique de diss.....	113
Figure IV.4	Essai de compression sur une brique de diss.....	114
Figure IV.5	Résistance en compression de différent type de briques.....	114
Figure IV.6	Prismes confectionnés avec des briques de fibres diss.....	115
Figure IV.7	Essai de compression sur un prisme de briques de diss.....	116

Liste des figures

Figure IV.8	Courbe contrainte /déformation d'un assemblage de briques à base de fibres de diss.....	116
Figure IV.9	Rupture des assemblages de briques à base de fibres de diss.....	117
Figure IV.10	Modèle de validation.....	118
Figure IV.11	Données de base de logiciel	119
Figure IV.12	Modules d'élasticité des assemblages de briques en fonction des modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 12000 MPa.....	120
Figure IV.13	Evolution des modules d'élasticité des assemblages de briques pour différents modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 12000 MPa.....	121
Figure IV.14	Modules d'élasticité des assemblages de briques en fonction des modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 5000 MPa.....	122
Figure IV.15	Evolution des modules d'élasticité des assemblages de briques pour différents modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 5000 MPa.....	122
Figure IV.16	Modules d'élasticité des assemblages de briques en fonction des modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 8000 MPa...	123
Figure IV.17	Evolution des modules d'élasticité des assemblages de briques pour différents modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 8000 MPa.....	123
Figure IV.18	Evolution des modules d'élasticité des assemblages de briques pour différents modules d'élasticité des unités de briques, pour différents types de mortiers.....	124
Figure IV.19	Relation type contrainte-déformation du mortier, brique et assemblage de briques.....	125
Figure IV.20	Comportement individuel et de l'assemblage des briques et du mortier en compression.....	125
Figure IV.21	Etat de contraintes dans les briques et le joint de mortier.....	126
Figure V.1	Vieillessement naturel des éprouvettes en fibres de diss.....	131
Figure V.2	Masse volumique des composites après vieillissement naturel.....	132
Figure V.3	Résistances en flexion après vieillissement naturel.....	132
Figure V.4	Image microscopique sur un composite ;(a) après 120 jours, (b) après 210 jours de vieillissement naturel.....	133
Figure V.5	Résistances en compression après chaque vieillissement naturel.....	133
Figure V.6	Vieillessement alcalin des composites à base de fibres de diss.....	136
Figure V.7	Masse volumique après vieillissement à l'eau de mer.....	137
Figure V.8	Résistances en flexion des composites à base de diss vieillis à l'eau de mer.....	137

Liste des figures

Figure V.9	Essai de flexion après chaque vieillissement alcalin.....	138
Figure V.10	Décomposition chimique des fibres de sisal en milieu alcalin [GRA88]....	138
Figure V.11	Résistances en compression des composites après vieillissement à l'eau de mer.....	139

Liste des tableaux

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1	Paramètres influençant sur les propriétés des composites à matrice minérale par des fibres végétales [AZI84].....	36
Tableau I.2	Taux de la cellulose dans la paroi secondaire.....	37
Tableau I.3	Teneur en cellulose de quelques matières végétales.....	39
Tableau I.4	Composition chimique de différentes fibres végétales.....	42
Tableau I.5	Caractéristiques physiques de quelques fibres végétales.....	44
Tableau I.6	Coefficient d'absorption d'eau de différentes fibres végétales [MAG10]...	45
Tableau I.7	Propriétés mécaniques de différentes fibres végétales.....	46
Tableau I.8	Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.....	46
Tableau I.9	Domaines d'application des fibres végétales.....	47
Tableau I.10	Les catégories des briques de terre.....	51
Tableau II.1	Composition chimique de l'eau de mer (1000g d'eau).....	61
Tableau II.2	Constituants secondaires de l'eau de mer.....	62
Tableau II.3	Composition chimique de l'eau du robinet (SEATA).....	63
Tableau II.4	Composition chimique et lignocellulosique de fibres de diss.....	71
Tableau II.5	Analyse minéralogique de fibres de diss.....	72
Tableau II.6	Propriétés physiques de fibres de diss.....	73
Tableau II.7	Caractéristiques physiques et mécaniques du ciment utilisé.....	80
Tableau II.8	Composition chimique donnée par la cimenterie d'Hadjar Essoud.....	80
Tableau II.9	Essai de prise avec différentes eaux de gâchage.....	81
Tableau II.10	Formulations des composites utilisés.....	82
Tableau II.11	Temps d'écoulement des composites avec différentes formulations.....	83
Tableau II.12	Délais de prise du composite de diss (IUT d'Amiens, France).....	84
Tableau III.1	Rapports E/C de différentes formulations.....	92
Tableau IV.1	Caractéristiques mécaniques des briques et du mortier du modèle.....	118

Résumé :

L'usage des matériaux composites concerne de plus en plus le secteur de la construction, dont la principale motivation est le gain de poids, allié à d'excellentes caractéristiques mécaniques. Le contexte actuel particulièrement soucieux de l'impact environnemental amène à l'utilisation de fibres naturelles végétales pour remplacer les fibres synthétiques et même certains granulats dans les matériaux à matrices minérales. Les principales propriétés obtenues par incorporation de fibres végétales sont donc l'augmentation des résistances en traction, en flexion et à la compression, la limitation de la fissuration au jeune âge par diminution du retrait plastique par rapport aux fibres usuelles et enfin l'amélioration de la ductilité.

Cette étude met en évidence l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à matrice cimentaire renforcé par les fibres végétales de diss avec différentes proportions volumiques et différents rapports E/C. Pour appréhender les problèmes d'incompatibilité chimique, observés dans les composites cimentaires à base de fibres végétales à l'état brut, ces dernières ont été traitées à l'eau bouillante afin d'extraire les constituants hydrosolubles responsables de la baisse des performances mécaniques des matériaux à matrices minérales. Des analyses chimiques, lignocellulosiques et minéralogiques ont été élaborées pour déterminer les différents constituants renfermés dans les fibres de diss pour pouvoir expliquer les phénomènes liés aux pertes de performances de ces fibres à l'état naturel.

L'amélioration des caractéristiques mécaniques des composites a été atteinte par le traitement des fibres par pré-mouillage préalable ou par immersion des fibres dans l'eau du réseau et dans l'eau de mer.

L'analyse des assemblages de briques fabriquées d'une formulation de ces composites nous a permis de connaître le comportement de ces assemblages en compression, et étudiées numériquement par le logiciel Abaqus.

La durabilité des bétons de fibres végétales à long terme est un sujet d'actualité fait aujourd'hui et l'objet de recherche de certains auteurs, car un regain d'intérêt se manifeste dans le monde pour l'utilisation de ce type de composites dans l'industrie du bâtiment pour différentes applications.

Dans notre recherche, on a étudié le comportement physico-mécanique des composites cimentaires à base de fibres de diss après vieillissement naturel (l'air ambiant du laboratoire) et vieillissement alcalin (l'eau de mer) pendant 120 et 210 jours de vieillissement, où on a constaté un changement de comportement des composites après ces durées .

Mots clés :

Diss, *ampelodesma mauritanica*, composites, résistance, traitement, fibres lignocellulosiques

Abstract

Abstract:

The use of composite materials is increasingly used in the construction; the main purpose is weight gain, and excellent mechanical characteristics. The current environment particularly concerned about the environmental impact leads to the use of natural plant fibers to replace synthetic fibers and even some aggregates in materials with mineral matrices. Main properties obtained by the incorporation of plant fibers are increased tensile strengths, flexural and compressive strength, limiting the early age cracking by reducing the plastic shrinkage relative to conventional fibers and finally improving ductility.

This study highlights the development and characterization of a new composite material reinforced cementitious matrix by vegetable fibers diss with different volume ratios and different W/C. To understand the problems of chemical incompatibility observed in cementitious composites made from plant fibers in the raw state, they have been treated with boiling water to extract soluble components responsible for the decrease of the mechanical performance mineral matrix materials. Lignocellulosic mineralogical and chemical analyzes have been developed to determine the various components enclosed in fibers diss in order to explain phenomena related to performance loss of these fibers in their natural state..

The mechanical properties improvement of the composites was achieved by treating the fibers by a preliminary prewetting or by immersing the fibers in tap water and in sea water.

The analysis of assemblies bricks made of a formulation of these composites has allowed us to know the behavior of these assemblies in compression, and studied numerically by the Abaqus software.

Long-term durability of concrete plant fiber is a topical issue and is the subject of research by some authors as a renewed interest manifested in the world to use this type of composites in the building industry for various applications.

In our research, we studied the physico-mechanical behavior of cementitious composite fiber-based diss after natural aging (the laboratory air) and alkaline aging (seawater) for 120 and 210 days of aging, where we have noted a change in the behavior of composite after these times.

Keywords :

Diss, *Ampelodesma mauritanica*, composites, strength, treatment, lignocellulosic fibers

ملخص:

يتزايد استخدام المواد المركبة في قطاع البناء و ذلك من أجل الحصول على ربح في الوزن وخصائص ميكانيكية ممتازة، و للحفاظ على المحيط البيئي تم ادراج الألياف النباتية عوض الألياف الصناعية و بعض المكونات المعدنية، و التي تؤدي الى زيادة في قوة الشد ، الالتواء و الضغط و الحد من التكسر الهش و الانكماش و تساعد ايضا في تحسين الليونة.

هذه الدراسة تسلط الضوء على تطوير هذه المواد الجديدة باستعمال مادة اسمنتية مدعمة بنسب مختلفة من ألياف الديس، و من أجل تحسين أدائها الميكانيكي تم معالجتها بالماء المغلي من جهة و بالماء البحر و العادي من جهة أخرى و بعد هذه المعالجة تم دمج ألياف الديس في صناعة الياجور و دراسة سلوكها الميكانيكي في الضغط و مقارنة النتائج عدديا ببرنامج يدعى **Abaqus** .

ان الاستدامة الطويلة للخرسانة المدعمة بالألياف النباتية هو موضوع اهتمام العديد من الباحثين ، و في بحثي اطرقت الى دراسة السلوك الفيزيوكيميائي لهذه المواد المركبة في محيط المخبر و في ماء البحر لمدة 120 و 210 يوم حيث سجلنا تغيير سلوكها بعد هذه الفترات.

كلمات المفاتيح :

ديس، مواد مركبة ،مقاومة، معالجة ،الياف لينبوسليلوزية.

Introduction Générale

Introduction Générale

Un matériau composite se définit comme un arrangement de fibres, noyées dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. Les fibres jouent le rôle de renfort tandis que la matrice assure la cohésion du composite et le transfert des efforts aux fibres.

Depuis les années 90, de nouveaux matériaux composites ont émergé dans le paysage industriel. Les contraintes environnementales et les nouvelles réglementations sur le recyclage des matériaux composites ont poussé les industriels à développer de nouveaux matériaux issus de ressources renouvelables.

Le renforcement des matériaux de construction (béton, mortier et composite) par des fibres est une technique de plus en plus utilisée dans le but d'améliorer leur performances mécaniques, notamment leurs résistances à la traction et à la fissuration.

L'introduction de fibres naturelles dans des matrices polymères (biodégradables ou non) peut apporter notaires par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites (comme les fibres de verres et carbonées).

Les fibres végétales peuvent être associées à des matrices de différentes natures, l'utilisation de fibres végétales dans une matrice thermoplastique ou thermodurcissable est une technique déjà utilisée et industrialisée notamment dans l'automobile (panneaux intérieurs, planchers de camions, etc...), la construction (profilés de portes et de fenêtres, clôtures, bardages) où encore dans l'équipement domestique (meubles de jardin par exemple) ([BLE99],[MAG99]). Elles peuvent être substituées aux fibres de verre en raison de leurs performances mécaniques.

L'utilisation de fibres végétales (paille, palmier dattier, lin, chanvre, le jute ...), comme un renfort d'un matériau a été étudiée avec beaucoup d'intérêt au cours des dernières décennies. Le renforcement des matériaux à l'aide de ces fibres diminue les problèmes d'élimination, car les matériaux à base de fibres végétales sont plus faciles à recycler ou à brûler que les matériaux à base de fibres minérales. Lorsque les matériaux biodégradables sont renforcés à l'aide de fibres végétales, ces matières restent biodégradables et peuvent également être utilisées dans les situations où elles sont soumises à des charges.

Les fibres végétales sont hydrophiles car elles sont composées de lignocellulose, qui contient des groupes hydroxyles, ces fibres sont donc incompatibles avec les thermoplastiques hydrophobes, tels que polyoléfines et ont une faible résistance à l'humidité. Ces deux caractéristiques sont des points faibles pour l'utilisation des fibres végétales comme renfort de polymère, il est alors nécessaire de les améliorer de façon à ne pas pénaliser les propriétés mécaniques. Un autre facteur important pour l'obtention des propriétés mécaniques élevées est la dispersion des fibres, car une mauvaise dispersion des fibres dans le matériau conduit à la formation d'amas de fibres ayant un potentiel de renforcement plus faible qu'une fibre seule.

Les fibres de lin ont également été utilisées pour renforcer des matrices en bio-polymères, composées par exemple de dérivés de la cellulose, d'amidon, d'acides poly-lactiques, de polycaprolactone. Les biocomposites ainsi élaborés sont toujours en cours de développement ([ALI03], [WOL98], [LEB08], [DOB07]).

Introduction Générale

Ainsi, les performances mécaniques des biocomposites réalisés à partir de fibres de lin ont été étudiées par Bodros et al [BOD07]. Dobircau [DOB07] a constaté une amélioration des propriétés mécaniques des composites naturels renforcés par des fibres de coton avec l'augmentation de son pourcentage massique dans la formulation. Enfin Leblanc et al [LEB08], Averous et al [AVE04] ont étudié le comportement mécanique et thermique de biocomposites renforcés par des fibres de cellulose et des fibres lignocellulosiques. Ils ont montré que l'ajout de fibres de cellulose augmente la résistance thermique de ces biocomposites.

Parmi les fibres végétales, le Diss (*ampélodesmos mauritanicus*) est une grande graminée répondeuse dans l'Afrique du nord méditerranéenne et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. En France on la trouve dans les départements Alpes maritimes, du Var, de la Corse du sud et de l'Hérault. Cette plante était utilisée auparavant dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques. En Algérie on les trouve dans le territoire algérien.

L'étude de la littérature concernant les fibres de Diss semble prouver un manque de valorisation technologique, notamment dans le domaine des composites cimentaires. Or, cette espèce végétale existe à l'état sauvage en quantité importante sur le pourtour méditerranéen algérien et sa nature fibreuse est susceptible d'offrir aux matériaux cimentaires les qualités apportées par les fibres classiques. L'utilisation des fibres de diss dans des matrices cimentaires a été initiée par Merzoud [MER07], il a montré que les fibres de diss naturelles interagissent mal avec la pâte de ciment à cause de la présence des sucres et d'autres hydrosolubles renfermés dans la plante. Ils ont alors pu éliminer ces composés organiques responsables du retard de prise et du durcissement par un traitement thermique (traitement par ébullition). L'élimination de ces hydrosolubles par ébullition leur a permis d'obtenir des composites ayant des résistances en compression et surtout en flexion acceptables pour de tels matériaux.

L'objectif principal de notre travail est de caractériser les fibres de diss ainsi que les composites cimentaires à base de ces fibres, et d'étudier le comportement mécanique de ces derniers et la possibilité d'intégrer les fibres de diss dans la maçonnerie.

Dans le premier chapitre, on a fait une synthèse bibliographique sur les composites en général et les composites à base de fibres végétales et leurs caractéristiques en particulier. Nous allons exposer dans cette partie les principales propriétés à l'état frais et à l'état durci des composites, et pour les fibres (classification des fibres, composition chimique, traitements, propriétés physiques et mécaniques, les avantages et les inconvénients).

Le deuxième chapitre a été consacré à la caractérisation des matériaux utilisés dans notre recherche, à savoir les fibres de diss traitées ou non et le ciment, une connaissance des éléments constituant ces deux matériaux de base est alors nécessaire, afin de comprendre justement les problèmes d'interaction ou d'incompatibilité entre ces deux matériaux une fois

Introduction Générale

combinés. On a alors utilisé les principales méthodes d'extraction des composants chimiques de fibres de diss.

Dans le troisième chapitre on a cherché les rapports E/C optimums sur la base de leurs résistances mécaniques pour différentes formulations de nos composites étudiés et on a interprété les résultats expérimentaux de notre travail.

Le quatrième chapitre a été consacré à étudier expérimentalement et numériquement le comportement mécanique des primes en maçonnerie fabriquées à partir de briques de fibres de diss traitées, pour comprendre l'interaction des briques avec les joints de mortier en assemblage. Ces résultats ont été comparés avec le logiciel **Abaqus** qui convient bien à ce type de matériaux.

Le cinquième chapitre a pour un objectif, l'étude de la durabilité des composites en vieillissement naturel et en vieillissement alcalin et leur influence sur les performances mécaniques au cours du temps.

CHAPITRE I
Etude Bibliographique

Chapitre I : Etude Bibliographique

Sommaire

I.1 Généralités sur les composites	26
I.1.1 Renfort	26
I.1.1.1 Fibres minérales	26
• Fibres d’amiante	26
• Fibres métalliques	26
I.1.1.2 Fibres synthétiques	27
• Fibres de polypropylènes	27
• Fibres de cellulose	27
I.1.1.3 Fibres artificielles	27
• Fibres de verre.....	27
• Fibres de carbone	28
I.1.1.4 Fibres végétales.....	28
• Fibres de chanvre.....	29
• Fibres de lin	29
• Fibres de jute	29
• Fibres de sisal.....	29
• Fibres de coton	29
I.1.2 Matrice	31
I.1.2.1 Matrices thermodurcissables.....	31
I.1.2.2 Matrices thermoplastiques	31
I.1.2.3 Matrices thermostables	31
I.1.2.4 Matrices métalliques et céramiques	31
I.1.3 Classification des matériaux composites.....	32
I.1.3.1 Classification suivant la forme des constituants.....	32
• Composites à fibres	32
• Composites à particules	32
I.1.3.2 Classification suivant la nature de la matrice.....	32
• Composites à matrice organique.....	32
• Composites à matrice métallique	32
• Composites à matrice minérale.....	32
I.1.4 Influence du taux de renfort sur les propriétés des composites	32
I.1.5 Influence de la morphologie des fibres	33
I.1.6 Influence de l’orientation et de la dispersion du renfort	33
I.2 Généralités sur les composites renforcés par des fibres végétales.....	33
I.3 Propriétés des composites renforcés par des fibres végétales.....	35
I.3.1 Propriétés à l’état frais.....	35
I.3.2 Propriétés à l’état durci.....	35
I.4 Généralités sur les fibres végétales	36
I.4.1 Définition d’une fibre végétale.....	36
I.4.2 Organisation de la paroi végétale.....	37
I.4.3 Composition chimique des fibres végétales	38

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.4.3.1 Cellulose	38
I.4.3.2 Hémicellulose	39
I.4.3.3 Lignine	40
I.4.3.4 Lipides	40
I.4.3.5 Pectines.....	41
I.4.3.6 Protéines.....	41
I.4.3.7 Sucres	42
I.4.4 Traitements des fibres végétales	43
I.4.4.1 Traitement physique.....	43
I.4.4.2 Traitement chimique.....	43
I.4.4.3 Traitement thermique.....	44
I.4.5 Propriétés usuelles des fibres végétales.....	44
I.4.5.1 Propriétés physiques	44
I.4.5.2 Propriétés mécaniques.....	45
I.4.6 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales	46
I.4.7 Utilisation des fibres végétales dans la construction.....	47
I.4.8 Répartition de la production mondiale de fibres végétales	47
I.4.9 Répartition géographique de fibres végétales en l'Algérie.....	49
I.5 Généralités sur les briques	50
I.5.1 Généralités sur la terre et les briques de terre.....	50
I.5.2 Généralités sur les briques de terre renforcées par des fibres végétales.....	52
Conclusion.....	53

I.1 Généralités sur les composites

Un matériau composite est constitué d'une ossature appelée **renfort** qui assure la tenue mécanique, et d'une protection appelée **matrice** qui est généralement une matière plastique (résine thermoplastique ou thermodurcissable) et qui assure la cohésion de la structure et la retransmission des efforts vers le renfort. Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe en fonction de la nature de la matrice et les fibres.

I.1.1 Renfort

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques. Les renforts (fibres) peuvent être classés selon :

- Leur nature : animale, végétale ou minérale.
- Leur forme : courte, longue ou continue.
- Leur disposition : mate ou tissé.

Les principales fibres utilisées pour le renforcement sont :

I.1.1.1 Fibres minérales

Elles sont extraites des ressources minières tel que (amiante, aluminium, fer, etc...), et sont utilisées depuis des décennies en grande quantité dans plusieurs applications traditionnelles, l'industrie civile, militaire, et dans le domaine de la construction, elles sont destinées pour la fabrication des pièces détachées textile résistant aux feux, l'isolation et lignifugeage.

- **Fibres d'amiante** : elles possèdent une excellente tenue au feu, une bonne résistance à la traction et un module d'élasticité élevé, ainsi que une bonne résistance électrique. Les fibres d'amiante sont utilisées dans les applications suivantes: voiles, tuyaux, panneaux, matériaux d'isolation thermique et protection contre le feu, tuyaux d'égout, plaques de toitures plates et ondulées, revêtements de mur. Aujourd'hui, elles sont révélées très nocives pour l'homme et l'environnement et la plupart sont plus utilisées en occident. Ces fibres sont considérées comme les renforcements les plus anciens des matrices cimentaires, elles sont en fait des bûchettes de microfibrilles extrêmement fines, difficilement fusibles, leur avantage d'être inattaquables par les ciments.
- **Fibres métalliques** : ces types de fibres, qui regroupent les fibres d'acier et les fibres de fonte amorphe, a été et reste encore l'objet de recherche très importantes dans le monde. On se limite aux fibres d'acier qui sont sans doute les plus utilisées dans le domaine du génie civil. En effet, les propriétés mécaniques du béton renforcé par ces fibres sont influencées par la résistance d'adhésion inter-faciale entre fibre et matrice. Les fabricants des fibres d'acier ont essayé par tous les moyens d'améliorer l'adhérence en jouant sur l'irrégularité de la surface de la fibre, ce qui les conduit aux nombreuses variétés de fibres qui se différencient les unes des autres par leur diamètre, leur section (ronde, carrée, rectangulaire), leur longueur et leurs modes

d'opération. Les diamètres des fibres d'acier varient généralement entre 0.1 et 0.7 mm, avec des longueurs de 10 à 70 mm.

I.1.1.2 Fibres synthétiques

On a vu leur apparition au dernier siècle, elles regroupent plusieurs types de fibres comme (nylon, polypropylène, polyester, etc...). Elles proviennent de produits dérivés du pétrole et de polymères géants dont la structure ressemble à celle des matières plastiques, du pétrole et de la cellulose naturelle. La première fibre plastique commercialisée avec succès, est le nylon, daté de 1938. Depuis, de nombreuses fibres synthétiques, dont les fibres acryliques, l'aramide, l'oléfine et le polystyrène sont apparus. Ces fibres ont également été étudiées à des fins industrielles très précises, telles que la fabrication des matériaux d'isolation, tissus pare-balles, les fuselages et ailes d'avion.

- **Fibres de polypropylènes :** le polypropylène est un polymère cristallisable de la famille des polyoléfines. Il a connu une grande croissance dans le domaine de l'industrie textile à partir de 1950, bonne résistance à la traction, déformabilité élevée. Ces fibres sont obtenues suivant le processus d'extrusion, étirage qui confère une orientation prépondérante aux molécules et qui engendre des propriétés mécaniques élevées. L'introduction des fibres de polypropylène au mortier remonte à 1967 en grande Bretagne. Ces fibres sont utilisées dans les bâtiments de façades et aussi dans la réalisation des canalisations et des pieux.
- **Fibres de cellulose :** les fibres de cellulose sont obtenues à partir du bois par différents processus chimiques et mécaniques. Elles étaient utilisées comme un additif au ciment et la fabrication des panneaux de revêtement, et principalement pour renforcer les matrices organiques et aussi des matrices cimentaires destinées à la fabrication des plaques minces, des pipes, et d'autres types d'éléments. Leurs propriétés physiques sont changeables selon les modes de fabrication de ce type de fibres, leur résistance à la traction est faible. Elles sont très efficaces dans l'amélioration de la résistance mécanique d'un composite. Cette amélioration est réalisée essentiellement par le freinage des fissures.

I.1.1.3 Fibres artificielles

Ce type de fibres est le plus utilisé dans le domaine industriel en général et dans le domaine de génie civil en particulier. Il regroupe les fibres de verre, les fibres de carbone, les fibres d'acier et d'autres. Elles sont aujourd'hui parmi les plus répandues dans l'industrie de la construction. Elles sont aussi utilisées pour renforcer les mortiers et les bétons.

- **Fibres de verre :** ces fibres sont fabriquées à partir de verre fondu qui passe dans une filière, chauffé par effet Joule, qui comporte 50 à 800 trous d'un diamètre de l'ordre de 10 à 100 μm . Elles sont disponibles dans le commerce sous forme de bobines (découpage à la demande) ou sous forme de morceaux prédécoupés de 3, 6, 12, et 50 mm de long. Elles sont regroupées en trois types : La fibre de verre classique (silice, soude, chaux), la fibre de verre au zirconium et la fibre de verre au borosilicate

- **Fibres de carbone:** les fibres de carbone présentent des propriétés mécaniques très élevées (haut module d'élasticité, haute résistance, faible dilatation thermique) et sont utilisées pour les applications industrielles hautes performances. Leur coût de fabrication est élevé, ce type de matériau est produit essentiellement aux Etats-Unis et au Japon.

Le diamètre d'une fibre de carbone est de l'ordre de $5\mu\text{m}$. Il s'agit par sa structure moléculaire d'un matériau anisotrope.

I.1.1.4 Fibres végétales

Les fibres végétales sont utilisées depuis 3000 ans dans les composites, par exemple dans l'ancienne Égypte, où la paille et l'argile étaient mélangés pour construire des murs. Ces fibres ont donc attiré une attention de plus en plus grande en raison de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité, leur disponibilité, et leur facilité de mise en œuvre. Ces avantages présentent l'intérêt pour leurs applications dans divers domaines tel que le bâtiment qui exigent des matériaux légers à haute performance, des possibilités de recyclage, le minimum d'impact sur l'environnement, et une réduction du coût de la matière.

Pour des raisons de santé et d'autres économiques qui caractérisent quelques fibres industrielles, les efforts des chercheurs sont actuellement orientés vers le renforcement des bétons par des fibres végétales, notamment pour les pays qui possèdent ces fibres en grande quantité.

Les fibres végétales ont récemment attiré l'attention des chercheurs dans ce domaine et pour des raisons écologiques en raison des avantages qu'elles fournissent par rapport aux fibres de renforcement classiques comme les fibres de verre. Le développement des composites comportant des fibres végétales est donc un sujet d'intérêt depuis les dix dernières années.

Le renforcement des matériaux de construction, en l'occurrence les bétons et mortiers, par des fibres est une technique de plus en plus utilisée dans le but d'améliorer leurs performances mécaniques, notamment leurs résistances à la traction et à la fissuration ainsi que la ductilité.

Les environnements chauds et secs, tels que les régions sahariennes de notre pays dessèchent les matériaux hydrauliques notamment les bétons et mortiers, ce qui induit des retraites importants sur ces matériaux et des fissures dans les structures. De ce fait, les constructions en béton dans ces régions sont très fragiles, le renforcement des bétons et mortiers par des fibres peut offrir des solutions techniques pour l'amélioration de leurs propriétés mécaniques.

Les fibres végétales sont hydrophiles car elles sont composées de lignocellulose, qui contient des groupes hydroxyles. Ces fibres sont donc incompatibles avec les thermoplastiques et ont une faible résistance à l'humidité. Ces deux caractéristiques sont des points faibles pour l'utilisation des fibres végétales comme renfort. Il est alors nécessaire de les améliorer de façon à ne pas pénaliser les propriétés mécaniques.

Les fibres végétales constituent une alternative aux fibres de verre en raison de leur recyclabilité. Néanmoins leurs propriétés doivent être encore améliorées. Elles présenteraient, toutefois, de nombreux avantages : des propriétés mécaniques proches de celles des fibres de

Chapitre I : Etude Bibliographique

verre (module d'Young), un recyclage facile (combustion). En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau du développement industriel : une méthode de mise en œuvre difficilement reproductible (non industrielle), des propriétés physiques non reproductibles, la quantité et la qualité des fibres dépendent de l'environnement et de l'humidité, une reprise en eau importante : 8 ou 10 % du taux d'humidité.

Parmi les fibres végétales les plus utilisées sont les fibres de (chanvre, lin, jute, paille, sisal, palmier dattier et les fibres de coton).

- **Fibres de chanvre :** le chanvre est une plante annuelle de hauteur variant entre 1 à 3m, il est cultivé dans les zones à climat tempéré par exemple la France, l'Italie, ou certains pays d'Europe de l'Est. Il était utilisé dans le textile, la papeterie ou encore pour la confection de toiles et de cordages.
- **Fibres de lin :** appartenant à la famille des linacées, le lin est une plante annuelle dont la tige atteint 0.6 à 1.20m de hauteur et 1 à 3mm de diamètre. Il s'agit d'une plante largement cultivée à travers le monde. L'Inde et l'Amérique du Nord sont les plus gros producteurs de graines de lin utilisées dans la fabrication d'huiles, de produits cosmétiques, de médicaments, de peintures etc....
- **Fibres de jute :** le jute est une plante buissonnante origine du sud-est Asiatique. Le jute est fortement lignifié, robuste, sert à fabriquer des sacs solides (pour le charbon, les pommes de terre), et des semelles d'espadrilles. La longueur moyenne des fibres est de 2 mm, avec largeur de 20µm.
- **Fibres de sisal :** le sisal est une plante vivace constituée par une rosette de grandes feuilles à section triangulaires allant jusqu'à 2m de long, il s'agit d'une plante tropicale, principalement cultivée en Amérique du sud et en Afrique. Les aztèques savaient utiliser le sisal pour en faire du papier, des nattes et des chaussures. Ces fibres sont résistantes et faciles à teindre.
- **Fibres de coton :** le cotonnier est arbuste origine de l'Inde, cultivé dans de nombreux pays chauds. Les fibres de coton proviennent des grains, et sont appelés linters, cette fibre est utilisée pour ses bonnes caractéristiques physiques et mécaniques. En effet, les linters de coton mesurent 2 à 5mm et ont une largeur de 18µm.

Chapitre I : Etude Bibliographique

La figure suivante présente les principales catégories de fibres naturelles, et qui est découpée en trois groupes selon leur origine (figure I.1).

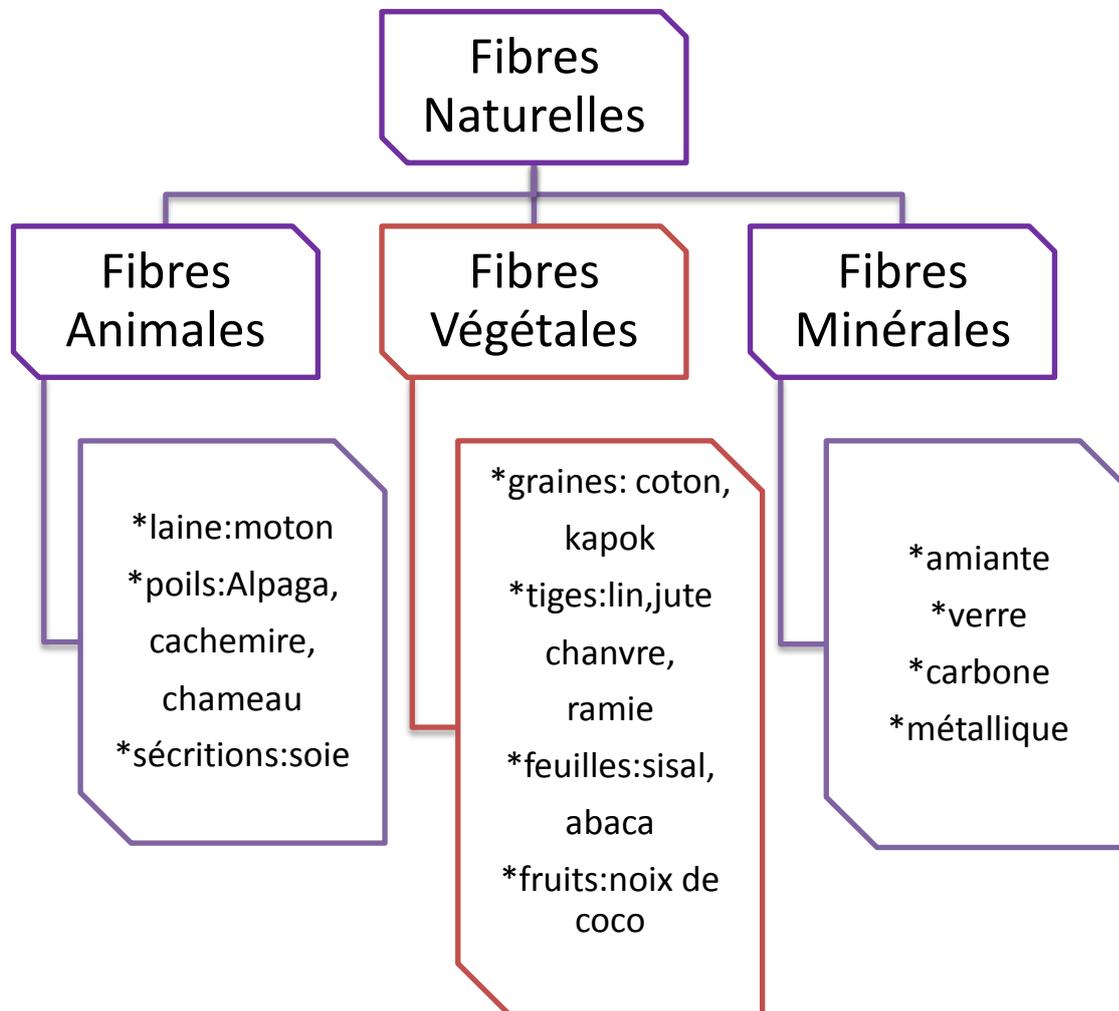


Figure I.1 : Classification des fibres naturelles

I.1.2 Matrice

La matrice a pour principal but de transmettre les efforts mécaniques au renfort. Elle assure aussi la protection du renfort vis-à-vis des diverses conditions environnementales. Elle permet en outre de donner la forme voulue au produit réalisé. Les matrices peuvent être décomposées en quatre catégories en fonction du besoin industriel (les matrices thermodurcissables, les matrices thermoplastiques, les matrices thermostables et les matrices métalliques et céramiques).

I.1.2.1 Matrices thermodurcissables

Les matrices thermodurcissables sont les plus utilisées dans l'industrie. En effet, les matrices polyester ont des propriétés mécaniques intéressantes pour un faible coût et représentent 90% du marché. Toutefois, leurs propriétés mécaniques se dégradent fortement à partir de 120°C et ces matrices sont sensibles à l'impact. Les matrices époxy ne représentent que 5% du marché global, mais sont les plus utilisées pour les applications aéronautiques hautes performances froides (<180°C) car elles présentent de bonnes propriétés mécaniques intrinsèques et ont une forte adhésion avec les fibres de carbone ou de verre. Toutefois, le temps de polymérisation de ces matrices et leur coût limitent leur usage aux applications structurales fortement sollicitées mécaniquement.

I.1.2.2 Matrices thermoplastiques

Les matrices thermoplastiques contrairement aux matrices thermodurcissables peuvent être réchauffées sans dégradation irréversible du matériau ce qui est particulièrement intéressant pour les réparations ou le recyclage. Ces matrices présentent de plus une bonne tenue à l'impact. Toutefois, leur sensibilité aux solvants et leur coût de fabrication (les températures de cuisson sont nettement plus élevées que pour les matrices thermodurcissables), leur usage dans le domaine aéronautique et aérospatial reste faible et limité à des structures exposées aux différents types d'impact (l'utilisation de composite thermoplastique AS4/PEEK pour la fabrication de volets secondaires de l'A380).

Une tendance actuelle consiste à insérer au sein des matrices thermodurcissables des nodules thermoplastiques afin de doper la tenue à l'impact de ces matériaux.

I.1.2.3 Matrices thermostables

Les matrices thermostables présentent de bonnes propriétés thermiques jusqu'à des températures relativement élevées (<300°C) pour des matrices organiques. Elles sont utilisées pour la fabrication de circuits imprimés ou pour des pièces aéronautiques.

I.1.2.4 Matrices métalliques et céramiques

Elles sont utilisées respectivement pour les applications hautes (<500°C) et très hautes (<1000°C). Ce type de matrice ne peut être associé qu'à des fibres Sic ou des fibres de carbone. Le coût de fabrication de ces matériaux est très élevé.

I.1.3 Classification des matériaux composites

Les composites peuvent être classés suivant la forme des constituants ou suivant la nature des composants.

I.1.3.1 Classification suivant la forme des constituants

En fonction de la forme des constituants, on peut classer les composites en deux grandes classes :

- **Composites à fibres** : on appelle composite à fibre, si le renfort est sous forme de fibres (soit fibres continues, discontinues, coupées ou courtes).
- **Composites à particules** : on appelle composite à particule, lorsque le renfort se trouve sous forme de particule. Contrairement à la fibre, la particule n'a pas de dimension privilégiée. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, etc..., mais dans nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques. Ce type de composite recouvre un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse.

I.1.3.2 Classification suivant la nature de la matrice

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés ;

- **Composites à matrice organique (résine, charge)** : peuvent être utilisés dans le domaine où les températures ne dépassant pas 300°C.
- **Composites à matrice métallique** : (alliages légers et ultra légers d'aluminium, de magnésium et de titane), domaine des températures jusqu'à 600°C.
- **Composites à matrice minérale (céramique)** : domaine des températures jusqu'à 1000°C, ce type de composite peut être associé à divers renforts.

I.1.4 Influence du taux de renfort sur les propriétés des composites

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi-systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une forte teneur de renfort implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. D'après la littérature, il est assez peu fréquent de trouver des composites fabriqués qui contiennent un pourcentage de fibres supérieur à 50 et 60%, sans rencontrer de nombreuses difficultés lors du moulage [RAG10]. Klason et al [KLA84] ont observé, qu'à partir d'un taux de 50% de fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible.

I.1.5 Influence de la morphologie des fibres

La taille de l'élément de renfort a naturellement une influence sur le procédé de fabrication mais aussi sur les propriétés mécaniques du composite. Le facteur de forme (L/D) est le paramètre le plus important. Des études consacrées à la comparaison entre des farines, des particules et des fibres ont montré que pour des facteurs de forme faibles (<10), les renforts se comportent comme des charges, alors que dans le cas contraire, les renforts confèrent des caractéristiques mécaniques améliorées [RAG10].

I.1.6 Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physico-mécaniques du composite. En effet les particules ou renforts ont tendance à se regrouper et s'agglomérer, ce qui crée des défauts. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des axes forts, pour le matériau, selon lesquels les fibres seront sollicitées longitudinalement (la direction la plus résistante de la fibre) [RAG10].

Klason et al [KLA84] ont étudié à l'aide de deux extrudeuses le rôle de la dispersion des renforts (farines, fibres). Les deux types de mélange ont été réalisés afin de déterminer l'importance de la ration géométrique et de l'homogénéisation du mélange. Les résultats montrent que l'amélioration du processus de mélange permet une augmentation du module d'élasticité et de l'élongation à la rupture supérieure à 10%.

I.2 Généralités sur les composites renforcés par des fibres végétales

Un composite fibré est un matériau constitué d'un ensemble de fibres résistantes noyées dans une matrice dont les propriétés mécaniques sont nettement plus faibles. Les fibres jouent le rôle de renfort tandis que la matrice assure la cohésion du composite et le transfert des efforts aux fibres.

Le renforcement des matériaux de construction par des fibres végétales fut très tôt utilisé dans l'histoire. Les blocs de terre crue renforcée par la paille ou l'incorporation de crin de cheval aux mortiers d'enduit sont des exemples remontant à plusieurs milliers d'années pourtant, le passage de ces utilisations traditionnelles à un développement technologique de composites renforcés par des fibres végétales pour des utilisations en bâtiments est relativement récent, il remonte au début des années 1970, lorsque sont réalisés les premiers travaux visant à remplacer les fibres d'amiante dans les éléments préfabriqués profilés en fibro-ciment (bardage, tuiles, plaques, etc). Dés lors, de très nombreuses études ont été menées sur tous les continents pour utiliser des fibres de renforcement d'origine végétale dans les matériaux de construction, en particulier dans les pays en voie de développement, en raison de leur disponibilité, de leur faible coût économique et énergétique ainsi que de la relativement faible technicité nécessaire à leur production [MAG10].

Chapitre I : Etude Bibliographique

Ledhem et al [LED00] ont montré que le renforcement des composites cimentaires par des copeaux de bois traités thermiquement augmente les résistances mécaniques, la conductivité thermique, ainsi que les variations dimensionnelles extrêmes des composites.

Savastano et al [SAV03] ont utilisé des résidus de sisal, de bananier et d'eucalyptus comme renfort dans des composites cimentaires. Les composites ainsi obtenus présentent des performances mécaniques acceptables.

Aamr Daya [AMR04] a utilisé des poussières issues du teillage des fibres de lin comme agrégat dans un composite à matrice cimentaire. Ses travaux ont montré que le traitement à l'eau bouillie des poussières du lin améliore considérablement les résistances mécaniques des composites.

L'étude menée par Kriker et al [KRI05] sur l'utilisation de quatre types de fibres de palmier dattier dans une matrice cimentaire, ont montré que l'augmentation des longueurs et des pourcentages des fibres améliorent la résistance à la flexion et la dureté du composite, mais diminue les résistances à la compression.

Reis [REI05] a étudié la possibilité d'incorporer les fibres de noix de coco, de canne à sucre, et de bananier comme renfort en béton époxyde de polymère et il a montré que le renfort par la fibre de noix de coco permet d'obtenir une légère augmentation des propriétés à la flexion du composite contrairement aux deux autres types de fibres.

Fertikh et al [FER11] ont mis en évidence des composites à base de fibres de diss bouillies et non bouillies, ils ont trouvé que les fibres de diss non bouillies donnent des performances mécaniques meilleures que celles des fibres de diss bouillies, puisque le traitement hydro-thermique modifie la morphologie des fibres, et provoquant ainsi une liaison à l'interface fibre/matrice beaucoup plus fragile. Donc, l'utilisation de fibres végétales à l'état naturel dans des matrices argileuses ne nécessite aucun traitement au préalable, alors que dans le cas de matrice cimentaire le traitement hydro-thermique est indispensable pour éliminer les constituants hydrosolubles responsables du retard de prise et de la perte de résistance.

Fertikh et al [FER12] ont étudié l'incorporation des fibres de diss dans différentes matrices (ciment, chaux et l'argile), et ont montré que l'utilisation de fibres de diss dans la combinaison argile-chaux permet de pallier aux phénomènes d'inhibition qui s'opèrent dans le cas d'une matrice cimentaire, et les matrices (argile et chaux) donnent des meilleures performances que la matrice cimentaire, et ces matrices ne nécessitent pas un traitement hydro-thermique que la matrice cimentaire.

I.3 Propriétés des composites renforcés par des fibres végétales

I.3.1 Propriétés à l'état frais

L'ajout de fibres végétales à une matrice minérale conduit à une diminution de sa maniabilité compensable par un ajustement du rapport E/L (Eau/Liant) ou l'usage de superplastifiants ([KRI05], [CAS81]). Cette perte d'ouvrabilité est d'autant plus importante que la relation d'aspect (rapport de la longueur sur le diamètre des fibres) et le dosage en fibres sont importants [ACI96].

Govin [GOV04] a étudié la modification des mécanismes d'hydratation d'un ciment portland par les fibres de bois, il a noté une action prépondérante du bois sur l'hydratation du C_3S et du C_2S . Et il a montré que l'inhibition de la précipitation de la portlandite est due à l'acidification de la phase interstitielle par la présence du bois. Elle modifie également la polymérisation des C-S-H, notamment par création d'un gradient de rapport Chaux/Silice (CaO/SiO_2) entre la fibre de bois et la matrice.

Bahloul et al [BAH09] ont utilisé les fibres d'alfa avec différents pourcentages pour le renforcement de mortier de ciment, et ont enregistré une réduction importante de l'ouvrabilité avec l'augmentation du dosage de fibres, et cette réduction est due au grand pouvoir d'absorption d'eau des fibres d'alfa.

Outre, plusieurs auteurs relèvent un retard de prise lié à l'incorporation de fibres végétales, ce retard de prise observé serait lié à la présence de sucres libres issus des fibres végétales. Sedan [SED07a] conteste l'attribution du retard de prise à la seule présence de sucres neutres ou d'acides issus de la dégradation des fibres végétales. Il met en évidence la fixation des ions calcium par les pectines des fibres, mécanisme qui d'après lui inhibe la précipitation des C-S-H du fait de trop faible concentration en calcium dans la solution interstitielle.

I.3.2 Propriétés à l'état durci

Comme dans les bétons conventionnels renforcés, les fibres agissent en limitant la propagation et l'ouverture des fissures qui conduisent finalement à la rupture.

Les principales propriétés obtenues par l'incorporation de fibres végétales sont donc l'augmentation des résistances en traction, en flexion et au choc, la limitation de la fissuration au jeune âge par diminution du retrait plastique et l'amélioration de la ductilité.

Cependant, ces propriétés vont dépendre de nombreux facteurs, illustrés dans le tableau I.1, ci-après.

Chapitre I : Etude Bibliographique

Tableau I.1 : Paramètres influençant sur les propriétés des composites à matrice minérale par des fibres végétales [AZI84]

Facteurs	Variables
Types de fibres	Noix de coco, sisal, bagasse, bambou, jute, bois, etc.
Géométrie des fibres	Longueur, diamètre, section, morphologie (boucles, crochets, etc.)
Morphologie des fibres	Momo filamenteuse, faisceau, frisotis, nœuds
Surface des fibres	Rugosité, présence d'agents de surface
Propriétés de la matrice	Type de ciment, nature et taille des granulats, adjuvants
Formulation du composite	Rapport E/L, superplastifiant, antimoissant, dosage en fibre
Méthode de malaxage	Type de malaxeur, séquence d'introduction des constituants, méthodes d'ajout des fibres, temps et vitesse de malaxage
Méthode de mise en œuvre	Vibration conventionnelle, égouttage sous vide, extrusion, projection
Méthode de moulage	Pression de moulage
Cure	Température, humidité

I.4 Généralités sur les fibres végétales

I.4.1 Définition d'une fibre végétale

Une fibre végétale est assimilable à un empilement de plis composites dont la structure détaillée, elle-même constituée de plusieurs couches (figure I.2).

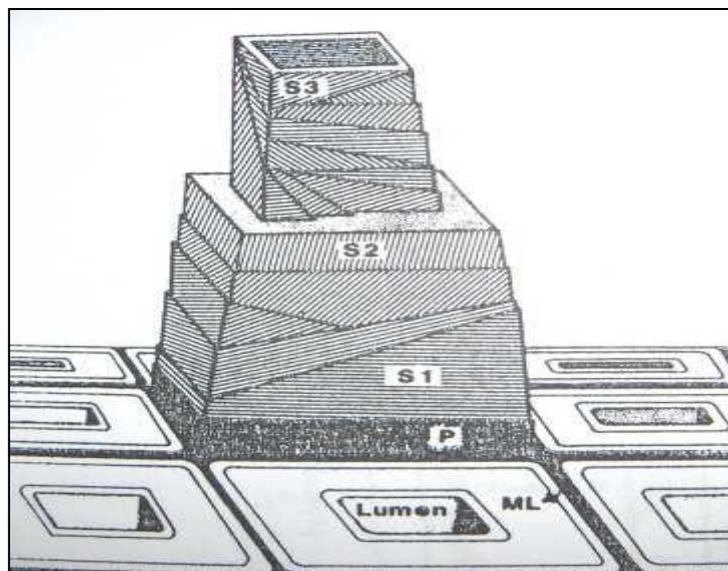


Figure I.2 : Découpage de la paroi cellulaire

Chapitre I : Etude Bibliographique

La paroi cellulaire est constituée d'une paroi primaire (**P**) est d'une paroi secondaire (**S**), plus interne. Le creux cellulaire interne est appelé (**lumen**). Elle est de nature amorphe et assure la cohésion intercellulaire.

La paroi primaire est constituée d'éléments désorganisés. En revanche, la paroi secondaire se divise elle-même en trois couches **S1, S2, S3**.

La couche **S1** est constituée d'un treillis de fibres dont l'angle varie de -80 à 80°, elle représente 5 à 10% de l'épaisseur total de la paroi végétale.

La couche **S2**, qui est la plus épaisse, occupe environ 75 à 85% de l'épaisseur de la paroi végétale, et assure la rigidité mécanique globale de la fibre végétale.

Les micro-fibrilles de la couche **S3** font un angle égal à 40-80 avec l'axe de la fibre. L'épaisseur de la couche varie entre 5 et 10% de l'épaisseur total de la paroi cellulaire.

Leur composition est donnée par le tableau I.2, d'après Keller [KEL94] :

Tableau I.2 : Taux de la cellulose dans la paroi secondaire

Les couches	Proportion de cellulose	Angle de micro-fibrilles
Couche S1	5 à 10%	60 à 80%
Couche S2	85%	5 à 30%
Couche S3	5 à 10%	60 à 90%

L'angle des micro-fibrilles définit l'angle que la cellulose forme avec la verticale. Plus il est petit, plus les molécules sont verticales. Ainsi, la couche **S2** en plus d'être riche en cellulose, a une disposition favorisant le soutien de l'arbre sur pied .c'est pourquoi cette couche est très importante pour la résistance mécanique. De plus, une fibre végétale est caractérisée par sa forme et sa finesse allongée par rapport à son diamètre. La plupart des fibres végétales mesurent entre 10 et 150 mm de longueur pour un diamètre de 10 à 50µm, soit un rapport (L/D) compris entre 10 et 100.

I.4.2 Organisation de la paroi végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, et de lignine dont des proportions dépendent de l'organisme producteur du tissu (figure I.3) [O'DEL97]. En plus elles contiennent aussi des extractibles, et certains composés inorganiques [ROW98]. Ces éléments confèrent à la cellule des propriétés biomécaniques de rigidité et d'élasticité, qui peuvent apparaître contradictoires. En effet, d'une part la structure est rigide permettant le maintien de l'organisme et d'autre part l'enveloppe est souple et extensible assurant la croissance des cellules.

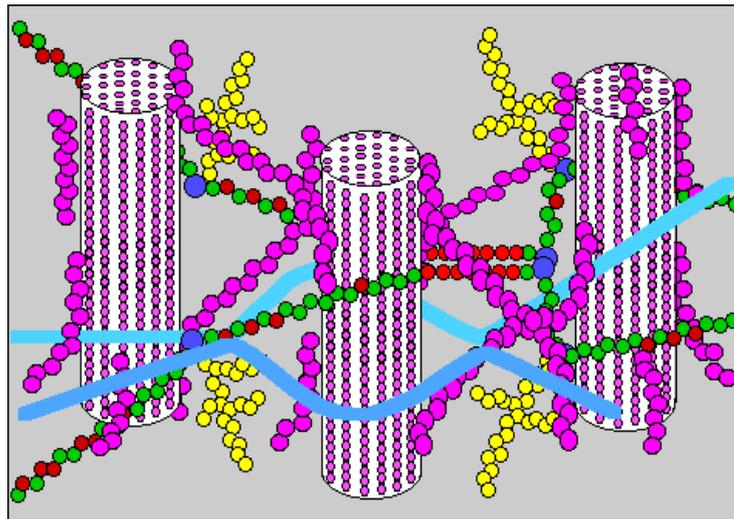


Figure I.3 : Organisation de la cellule végétale

I.4.3 Composition chimique des fibres végétales

Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique qui influe énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins.

La composition chimique des fibres végétales est formée de plusieurs constituants lignocellulosiques et organiques :

I.4.3.1 Cellulose

La cellulose est la molécule organique la plus abondante qui soit produite sur terre à chaque cycle photosynthétique. La cellulose est le principal constituant des parois cellulaires des végétaux où elle joue le rôle de maintien. Sa chimie et sa structure permettent d'expliquer ses propriétés. Elle est constituée d'une chaîne de plusieurs centaines à plus de dix mille de glucose liée par des liaisons glycosidiques ($\beta 1-4$) (figure I.4).

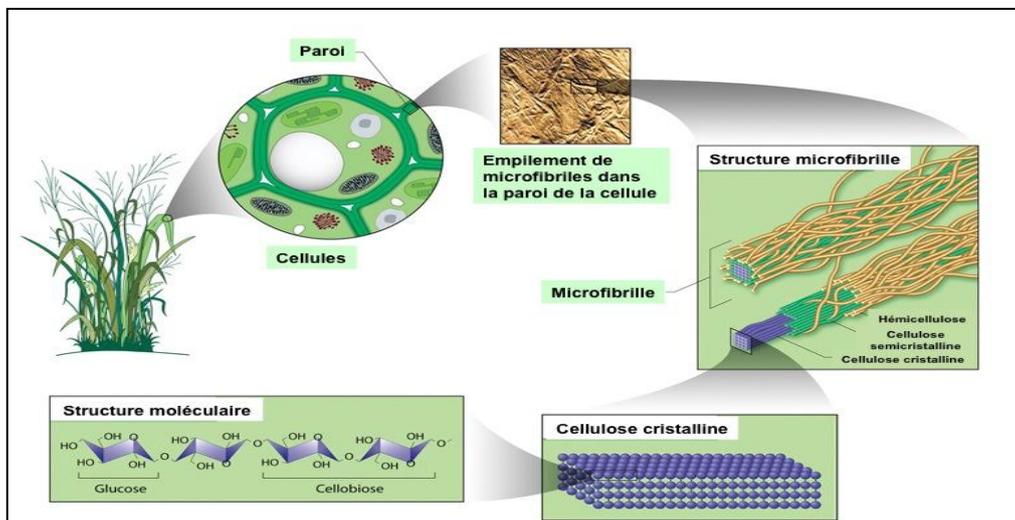


Figure I.4 : Structure d'une molécule de cellulose

Chapitre I : Etude Bibliographique

La cellulose possède une structure en grande partie cristalline et elle est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé environ 136 GPa. En effet, ce polymère constitue la structure principale de nombreux végétaux avec une teneur variant de 15 à 99% (tableau I.3)

Tableau I.3 : Teneur en cellulose de quelques matières végétales

Espèces végétales	Teneur en cellulose (%)
Coton	95-99
Lin	70-75
Bambou, bois, paille	40-50
Maïs	17-20

I.4.3.2 Hémicellulose

L'hémicellulose n'est pas une forme de cellulose. Elle comprend un groupe de polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbones. L'hémicellulose forme la matrice de support des micro-fibrilles de cellulose. L'hémicellulose diffère de la cellulose par trois aspects. Tout d'abord, elle est composée de sucres neutres (**xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose**) (figure I.5), et qui peuvent renfermer des teneurs plus au moins importantes d'acides uroniques (acide glucuronique, acide 4-O-méthylglucuronique). Alors que la cellulose ne contient que des unités (**B1-4 Dglucose**). Deuxièmement, elle présente un degré considérable de branchement contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non cristalline. Enfin, à l'état naturel, elle a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est 10 à 100 fois plus élevé. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble au milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides.

L'hémicellulose a de plus une structure chimique très différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Parmi les hémicelluloses les plus fréquentes de la paroi des cellules du bois se trouvent les familles.

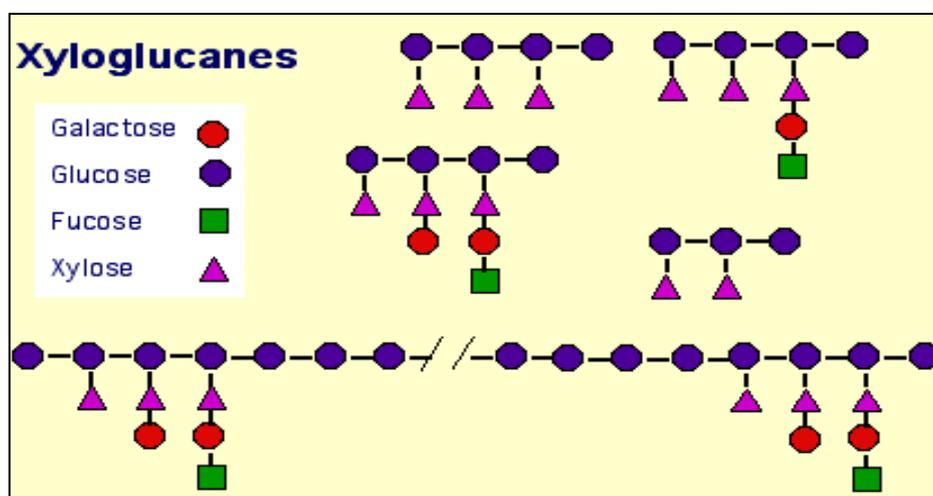


Figure I.5 : Structure d'hémicellulose (chaînes latérales de xylose, galactose, glucose et fucose)

I.4.3.3 Lignine

La lignine est un polymère aromatique hétérogène de haut poids moléculaire qui apparaît dans les tissus secondaires des plantes supérieures. Elle est formée de monomères du type phénylpropane.

Les trois cycles aromatiques les plus souvent rencontrés sont les alcools coniférylique, coumarylique et sinapylique [GUY et LERIENT 94]. Elle forme un réseau tridimensionnel qui incruste la trame polysidique et rend la paroi imperméable et résistante aux attaques microbiennes (figure I.6).

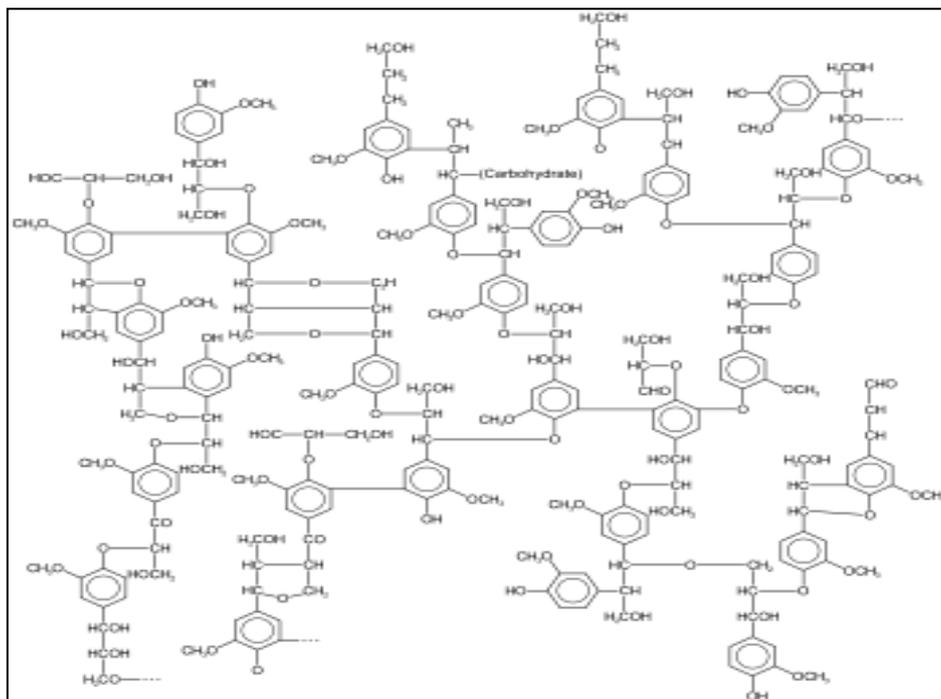


Figure I.6 : Un exemple de structure de la lignine

I.4.3.4 Lipides

La plupart des familles de molécules de base du monde vivant sont définies par leurs structures. Les lipides sont des matières grasses, esters et dérivés d'AG ayant des propriétés physiques similaires (solubilité).

Ce sont des composés à solubilité nulle ou faible dans l'eau, par contre élevée dans les solvants organiques non polaires (méthanol, chloroforme, cyclohexane,...). Les termes d'huiles, beures, graisses, cires ne désignent que leur état physique, liquide ou solide à la température ambiante.

Un lipide est une molécule:

- Soit complètement apolaire (lipide neutre)
- Soit bipolaire, molécule amphiphile (ou amphipathique) avec une tête polaire liée à une chaîne fortement apolaire (queue).

Chapitre I : Etude Bibliographique

Les lipides naturels jouent de nombreux rôles dans le monde vivant :

- Réserves intracellulaires d'énergie
- Matériaux de structure (couches de protection de cellules, composants des membranes biologiques)

Les lipides sont classés en deux groupes :

- Les lipides simples : les cires, les stérides
- Les lipides complexes : les glycérophospholipide, les glycérolyolipides et les sphingolipides

I.4.3.5 Pectines

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique liés en 1-4 (figure I.7).

Régulièrement, des molécules de rhamnose s'intercalent entre ces monomères par des liaisons 1-2 et 1-4. Certaines de ces unités rhamnose portent des chaînes latérales composées d'oses neutres parmi lesquels le galactose et l'arabinose sont les plus abondants. Ce type de liaison entre les molécules d'acide uronique et de rhamnose forme des coudes. La macromolécule de pectine ressemble à un zig-zag. Cet agencement lui confère des propriétés particulières. Elle procure une certaine flexibilité aux plantes [SED07b].

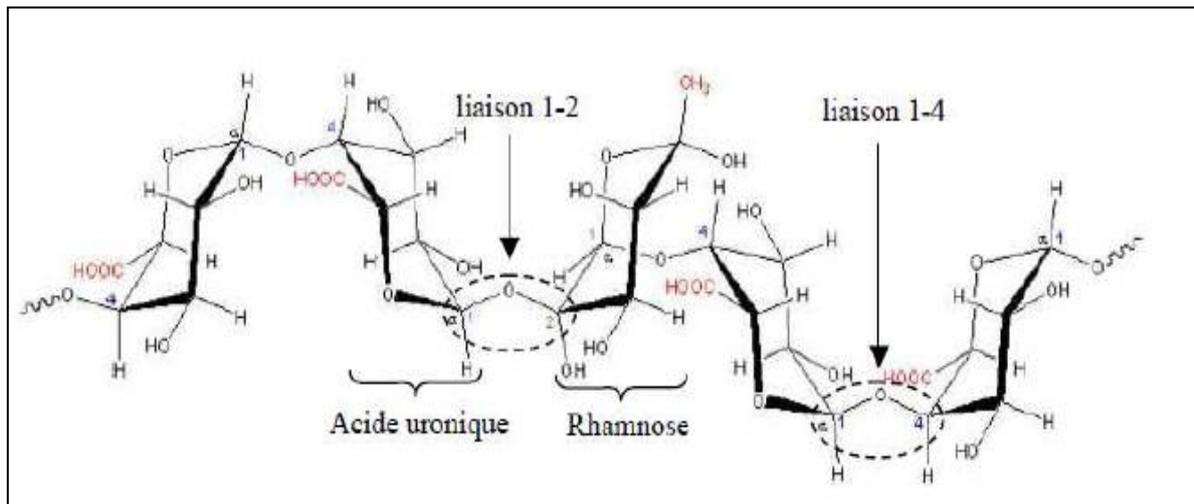


Figure I.7 : Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose [SED07b]

I.4.3.6 Protéines

La structure principale des protéines est l'**HRGP** (Hydroxyprolin Rich Glyco Protein), (figure I.8), appelée à tort "extensine" lors de sa découverte.

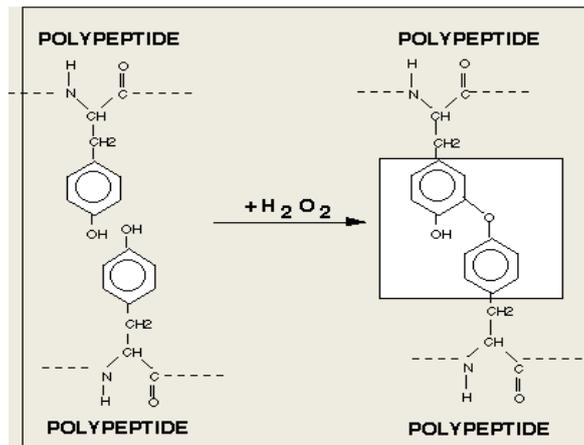


Figure I.8 : Les chaînes d'HRGP lié entre elles à l'aide de liaisons covalentes entre deux tyrosines

Le réseau **d'HRGP** joue un rôle en fin de croissance. Il bloque en effet les propriétés de plasticité du réseau polysaccharidique.

I.4.3.7 Sucres

On appelle «sucre » des substances dont le goût est sucré, chimiquement les sucres appartiennent à la classe des glucides. L'origine des glucides sont des composés organiques naturels dont la formule brute peut souvent être mise sous la forme : $C_m(H_2O)_n$ d'où l'appellation qui leur également donné d'hydrates de carbone.

Dans la nature, la synthèse des glucides est réalisée par les plantes vertes grâce à leur chlorophylle. Les autres organismes vivants extraient leurs glucides directement ou indirectement de ces végétaux. De façon générale, les sucres sont utilisés par les organismes vivants comme éléments structuraux, sources ou réserves d'énergie.

Le tableau I.4 illustre la composition chimique de différentes fibres végétales utilisées comme renfort dans les matériaux composite (Taj et al [TAJ07], Paiva et al [PAI06]).

Tableau I.4 : Composition chimique de différentes fibres végétales

Fibres	Cellulose %	Hémicellulose%	Lignine	Pectine	Composants hydrosolubles (cires, graisses...)
Coton	85-90	5.7	0.7-1.6	0-1	0.6
Lin	71	18.6-20.6	2.2	2.3	1.7
Chanvre	70-74	17.9-22.4	3.7-5.7	0.9	0.8
Jute	61.1-71.5	13.6-20.4	12-13	0.2	0.5
Ramie	68.6-76.2	13.1-16.7	0.6-0.7	1.9	0.3
Sisal	66-78	10-14	10-14	10	2
Coco	32-43	0.15-0.25	40-45	3-4	-
Alfa	45	24	24	5	2

I.4.4 Traitements des fibres végétales

Afin de stabiliser la fibre végétale, trois classes de traitements peuvent être répertoriées dans la bibliographie ; physique, chimique et thermique [GOV04].

I.4.4.1 Traitement physique

Les produits les plus utilisés dans ce type de traitement sont : les huiles, les paraffines et les résines. Broker et al [BRO74] ont montré que le polyéthylène glycol (PEG) permet de diminuer le retrait d'un facteur 10 avec des résistances mécaniques inchangées. Des échantillons traités avec 15 à 20% de PEG présentent un retrait définitif de 0.1% à 56 jours.

I.4.4.2 Traitement chimique

Les traitements chimiques ont certainement été les plus étudiés dans le monde.

Certain nombre d'études ont mis en évidence que la technique de traitement par des solutions chimiques des fibres végétales peut jouer un rôle plus important sur les propriétés mécaniques des composites avec ce type de fibres et augmente l'adhérence entre les fibres et la matrice.

Toledo et al [TOL00] ont comparé l'effet de l'immersion de fibre de sisal et de coco dans l'eau à PH=8.3, dans une solution de chaux $\text{Ca}(\text{OH})_2$ à PH=12 et dans la soude NaOH à PH=11 pour distinguer, d'une part l'effet du PH et d'autre part celui de la présence des ions calcium sur la surface des fibres végétales après l'immersion.

Baley et al [BAL02] ont étudié l'influence de différents traitements chimiques (soude, acide formique, anhydride acétique) sur la liaison (fibres de lin-résine polyester), et ont comparé avec le système (verre-polyester) et la caractérisation interfaciale a été réalisée par déchaussement d'une fibre unitaire d'une microgoutte de matrice pour déterminer la contrainte apparente de cisaillement interfaciale et l'énergie critique de rupture. Les résultats obtenus montrent qu'il ya une augmentation très importante de la liaison (fibre de lin-résine) après les traitements.

Claire et al [CLA07] ont étudié l'impact de différents traitements chimiques (NaOH, EDTA, eau saturée en chaux et une solution de polyéthylène) sur des fibres de chanvre, et ont trouvé que le traitement par la soude augmente l'indice de cristallinité des fibres, diminue le temps de prise et augmente la rigidité expérimentale des composites. Le traitement par EDTA, qui augmente également la contrainte à la rupture des composites, et les deux autres traitements ont peu d'influence sur les propriétés mécaniques.

Bahloul et al [BAH09] ont procédé à un traitement par la soude NaOH des fibres d'alfa à des pourcentages différents (20%-25%) pendant 48H, et ont trouvé que les résultats finaux sont meilleurs par rapport aux mélanges avec des fibres non traitées.

Le Troëdec [TRO09] a renforcé les composites par les fibres de chanvre, et ces fibres ont été soumis à des traitements chimiques alcalins;

Le premier traitement avec l'hydroxyde de sodium NaOH avec un PH=12.8.

Chapitre I : Etude Bibliographique

Le deuxième traitement avec un agent complexant, il s'agit de l'acide éthylène-diamine-tétracétique (EDTA) à un PH=11.

Le troisième traitement avec l'eau de chaux $\text{Ca}(\text{OH})_2$ à un PH=12.8.

Ces traitements alcalins ont donné des meilleurs résultats pour les composites renforcés par ce type de fibres.

Rokbi et al [ROK11] ont traité aussi les fibres d'alfa par la soude NaOH avec différentes concentrations (1, 5 et 10%) durant 0h, 24h et 48h, et les résultats obtenus montrent que la résistance et le module de flexion des composites renforcés par des fibres traitées à 10% de NaOH durant 24h s'améliorent de l'ordre de 62% comparés à des composites renforcés par des fibres non traitées.

I.4.4.3 Traitement thermique

D'après Govin [GOV04], le traitement consiste à chauffer les fibres de bois, sous atmosphères inerte jusqu'à 280°C et de le maintenir suffisamment longtemps pour que sa structure soit modifiée et cette méthode appelée (la torréfaction). Cette technique a été particulièrement étudiée par Bourgois et al [BOU88]. Donc le procédé a été adapté, il consiste à traiter thermiquement du bois sous atmosphère inerte à des températures inférieures à 280°C. La durée du traitement permet l'obtention de propriétés souhaitées. Il présente l'avantage de moins dégrader la fibre et permet de conserver au maximum ses propriétés mécaniques.

Merzoud [MER07] a fait le traitement thermique par la mise en ébullition des fibres de diss dans une cocotte pendant quatre heures, puis lavage, et afin d'éliminer les sucres et les composants hydrosolubles renfermés dans les fibres.

I.4.5 Propriétés usuelles des fibres végétales

Les fibres végétales présentent de nombreux intérêts ;

I.4.5.1 Propriétés physiques

En général les fibres végétales sont caractérisées physiquement par leur longueur, leur diamètre, et leur densité. D'après une recherche bibliographique sur les caractéristiques physiques de quelques fibres végétales qui ont été traitées par plusieurs auteurs, qui sont représentées sur le tableau suivant :

Tableau I.5 : Caractéristiques physiques de quelques fibres végétales

Fibres	Longueur (mm)	Diamètre (μm)	Densité (g/cm^3)	Réf
Coton	35	19	1.5-1.6	[DAL12]
Lin	4-77	5-76	1.54	[MUK86]
Sisal	200	0.08-0.30	0.75-1.07	[TOL03]
Coco	/	0.11-0.53	0.67-1	[TOL03]
Alfa	5-50	5-95	1.51	[DAL12]
Jute	9-70	25-200	1.44	[DAL12]

Chapitre I : Etude Bibliographique

La variabilité des paramètres géométriques comme la longueur et le diamètre des fibres végétales s'explique de la même manière que celle de sa composition chimique, à savoir par l'influence d'une multitude de facteurs sur son développement agricole mais aussi sur sa transformation industrielle. De plus, la dimension transversale des fibres varie en fonction de sa localisation dans la tige.

Une autre caractéristique importante des fibres végétales est la capacité d'absorption d'eau. En effet, le comportement des fibres vis-à-vis de l'eau va influencer d'une part le mélange à l'état frais, lorsque l'eau de gâchage est disponible et peut être absorbée par les fibres, mais également le comportement à long terme puisque la capacité des fibres végétales à absorber plus ou moins d'eau pourra entraîner des variations volumiques des fibres dans la pâte durcie et engendrer des modifications de l'interface fibres/matrice.

Le tableau I.6 résume des résultats sur le coefficient d'absorption d'eau des fibres végétales les plus couramment utilisées comme renfort de composites.

Tableau I.6 : Coefficient d'absorption d'eau de différentes fibres végétales utilisées
[MAG10]

Fibres	Absorption d'eau %
Bagasse	122.5
Coco	93.8
Jute	281
Palmier	129.9
Bambou	51
Sisal	110

I.4.5.2 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des fibres végétales sont induites par les caractéristiques intrinsèques de ces fibres (composition chimique ; cellulose, hémicellulose, lignine et pectines ; structure de la fibre : section, porosité, angle micro-fibrillaire, facteur de forme, rapport longueur/diamètre, etc...), par des caractéristiques anthropiques (type de défibrage, itinéraire technique, etc...) ou par des caractéristiques indépendantes et variables (taux d'humidité, localisation des fibres dans la tige, défauts naturels, conditions de croissance, etc...). Globalement, même s'il existe des variations inter-espèces, le module d'Young des fibres végétales est similaire à celui des fibres de verre et les propriétés spécifiques rapportées à la densité sont meilleures que celles des fibres de verre ([BAL04], [BLE99]).

Le comportement mécanique en traction des fibres végétales conditionne l'effet de ce renfort sur le comportement final du composite.

Chapitre I : Etude Bibliographique

Le tableau I.7 présente les valeurs de la déformation à la rupture, de la résistance à la traction et du module d'Young de fibres végétales les plus testés [DAL12].

Tableau I.7 : Propriétés mécaniques de différentes fibres végétales

Fibres	Resistance à la traction (MPa)	Déformation à la rupture %	Module d'Young (GPa)
Coton	287-597	7-8	5.5-12.6
Lin	1339	3.27	58
Chanvre	389	1.6	35
Jute	393-773	1.5-1.8	26.5
Sisal	350-700	3-7	9-21
Alfa	75-154	1.6	12.7

I.4.6 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres présentent de nombreux avantages comme renfort de matériaux composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau du développement industriel. Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le tableau I.8 :

Tableau I.8 : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Avantages	Inconvénients
Faible densité et faible coût	Absorption d'eau
Facile à recycler et biodégradables	Faible stabilité dimensionnelle
Neutre pour l'émission de CO ₂	Mauvaise tenue en vieillissement
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	Faible résistance au feu (200 à 230 °C max)
Absence de résidus après incinération	Fibres anisotropes
Ressource renouvelable, Non abrasives pour les outillages	Variation de qualité en fonction de lieu de croissance de la météo...
Demande peu d'énergie pour être produite	Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock
Bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique	Renfort discontinu
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)	

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.4.7 Utilisation des fibres végétales dans la construction

Les fibres de toute nature sont très employées dans différents ouvrages dans le but d'améliorer leurs performances mécaniques et physiques.

L'utilisation des fibres végétales dans le renforcement des ciments est relativement récente. En effet, beaucoup de recherches sont en cours dans le but d'arriver à substituer les fibres d'amiante par les fibres végétales. Actuellement, les fibres végétales sont de plus en plus utilisées dans les dalles et la production des tuiles et des dallages de parking ainsi que le renforcement du plâtre [KHE90].

Par ailleurs, l'utilisation des fibres de polymère, de carbone et d'acier est de plus en plus pratiquée dans plusieurs domaines et spécialement dans la fabrication des panneaux et dans la restauration et la réparation des ouvrages anciens endommagés.

Le tableau suivant résume les domaines d'application des fibres :

Tableau I.9 : Domaines d'application des fibres végétales

Produits de construction	Infrastructure	Automobile	Divers
-Planchers -Profilés de portes et de fenêtres - Clôtures -Bardage -Garde de corps -Panneaux décoratifs	-Trottoirs -Digues -Signalisations routières -Isolations phoniques	-Panneaux intérieurs -Garnitures de toit -Panneaux de sièges -Tablettes arrière -Planchers de camion	-Palettes -Tables de pique-nique -Equipement de jeux publics

I.4.8 Répartition de la production mondiale de fibres végétales

La production mondiale annuelle de fibres végétales est actuellement de l'ordre de 6200 KT hors les fibres de coton (22 600 KT) et bois.

La moitié du gisement mondial hors (coton et bois) est issue de la culture du jute, et de ses fibres apparentées et analogues.

Les fibres les plus représentées ensuite sont le coco et le lin avec respectivement 16 et 13% de la production mondiale [FAO10]. Il existe également de nombreuses espèces végétales dont il est possible d'extraire des fibres soit des tiges telles que les fibres de (chanvre, ramie, kenaf, bambou, etc...), soit des feuilles (sisal, abaca, agave, etc...) ou, soit des graines (kapok, etc...).

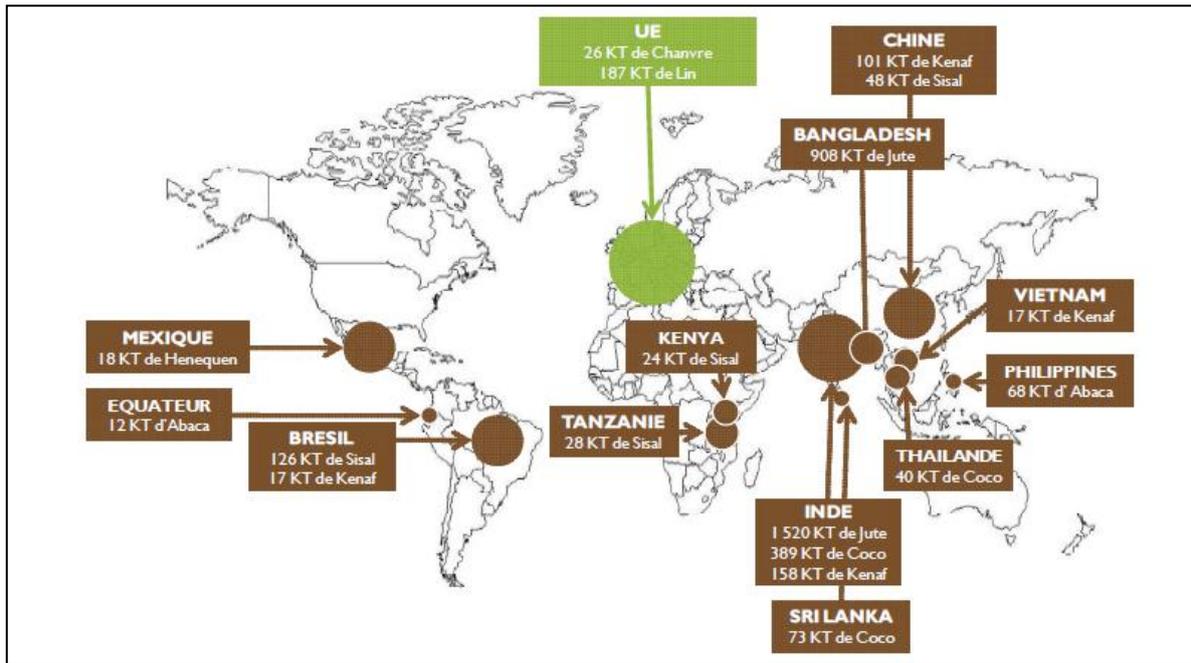


Figure I.9 : Répartition de la production mondiale de fibres végétales hors coton et bois (2001-2008) [FRD-ADEME11]

Au niveau de la répartition, quatre grandes zones de production de fibres végétales se distinguent :

- **L'Asie du sud** : le bassin asiatique est la zone de production la plus importante avec plus de 2.5 millions de tonnes de fibres végétales.
- **L'Europe** : est de second bassin de production par ordre d'importance avec 214 000 tonnes de fibres végétales (lin et chanvre) produites annuellement.
- **L'Amérique du sud et l'Afrique de l'est** : la production de fibres végétales sont également présents au niveau mondial et produisent principalement du sisal avec 175 000 tonnes et 50 000 tonnes respectivement.

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.4.9 Répartition géographique de fibres végétales en Algérie

L'Algérie est un pays très riche en plantes végétales, elles sont dispersées sur tout le territoire national, on les trouve dans les régions côtières beaucoup plus que les régions intérieures du pays, comme le voit clairement sur la figure (figure I.10).

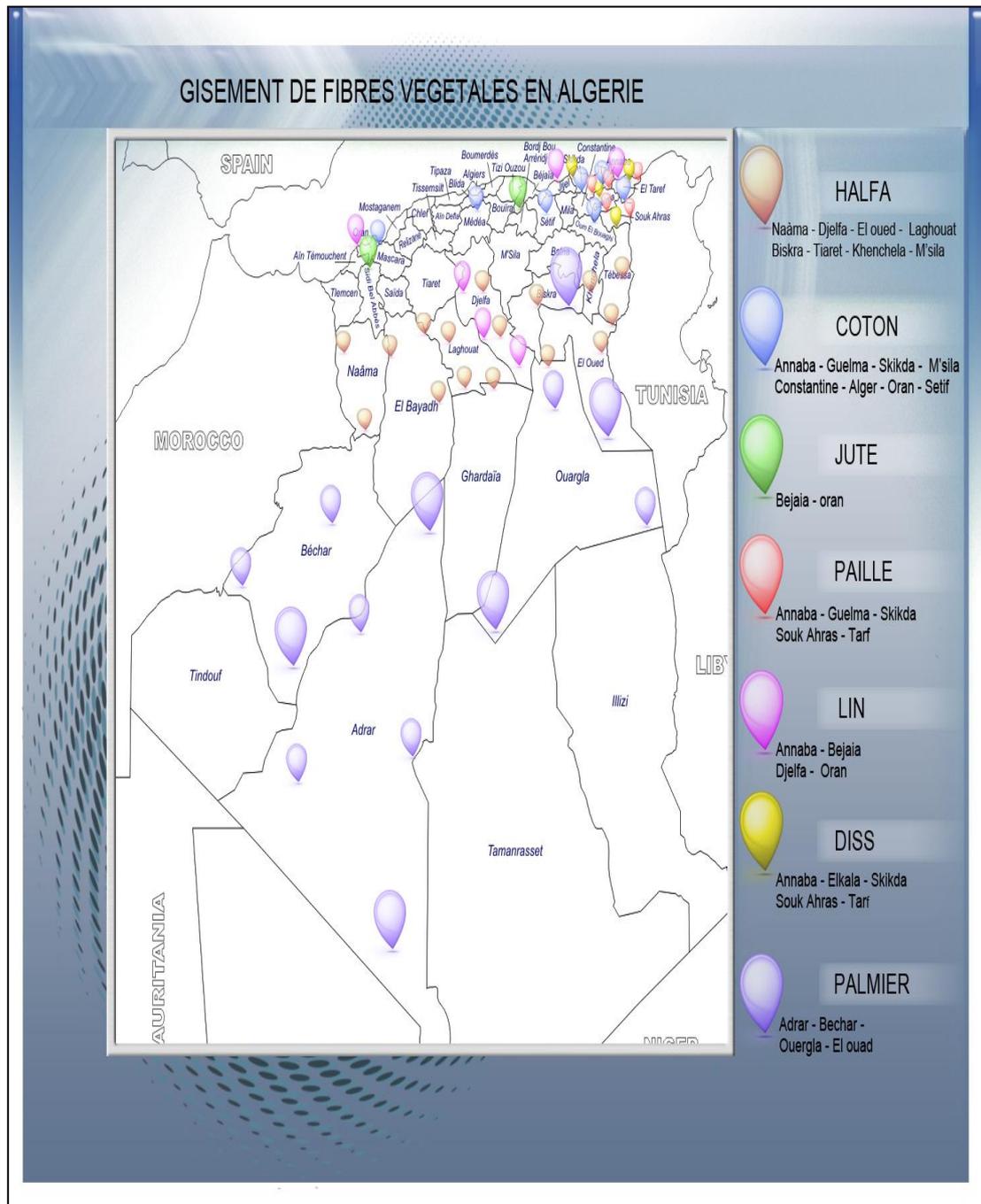


Figure I.10 : Gisement de fibres végétales en Algérie

I.5 Généralités sur les briques

I.5.1 Généralités sur la terre et les briques de terre

Les géologues définissent la terre comme un composé minéralogique extrait directement du sol. Elle est ainsi le matériau non transformé le plus largement utilisé dans le monde, 30% de population mondiale vit dans un habitat en terre.

La terre, comme la pierre a été un des premiers matériaux utilisés par l'homme pour construire. Elle est un matériau économique, son extraction ne nécessite pas de moyens technologiques importants, son utilisation est réalisée sans transformation, son acheminement est réduit, et tous ces facteurs limitent les coûts.

La terre provient de l'altération des roches mères (granite, schiste, calcaire...), les grains issus de ces altérations donnent donc des terres très variées.

Une des raisons de l'importance de la terre dans la construction est sa disponibilité et sa proximité du site de réalisation de l'habitat. La mise en œuvre doit être relativement aisée et fait appel à un outillage réduit, souvent d'origine paysanne. Pour ces raisons, la construction en terre concerne essentiellement le bâti rural, même si il existe de nombreux exemples de constructions en terre en milieu urbain (figure I.11).

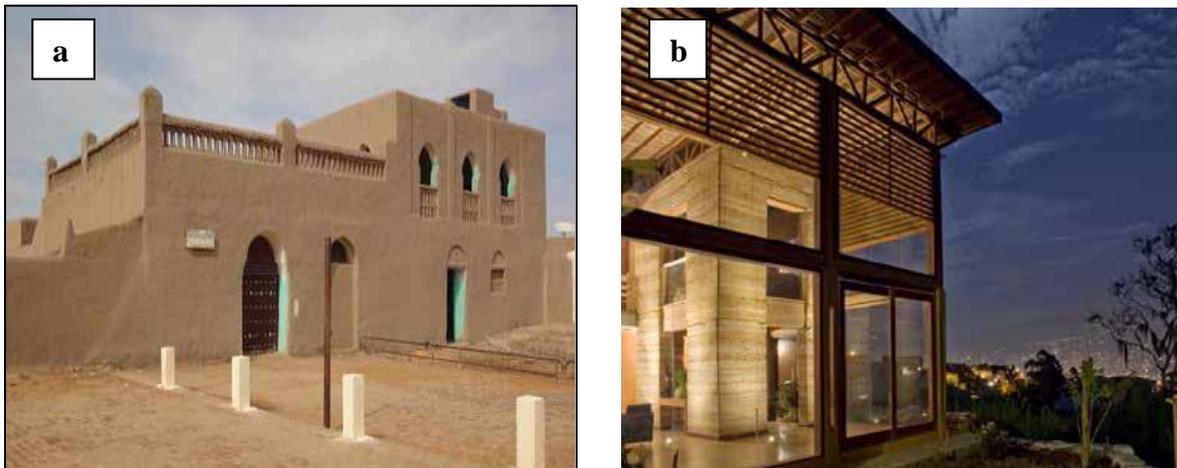


Figure I.11 : Maison construite en terre, (a) région rurale en Mali, (b) région urbaine

La terre est caractérisée physiquement par sa masse volumique, qui est liée à la quantité de matière gazeuse présente dans la terre, elle s'étale de 1200kg/m^3 à 1600kg/m^3 , cette valeur augmente suite à une mise en œuvre par compactage. On obtient alors une masse volumique idéal de 2000kg/m^3 . Elle n'est pas réservée à l'habitat individuel, elle peut répondre au besoin de densité par des constructions collectives qui peuvent atteindre jusqu'à six étages.

Chapitre I : Etude Bibliographique

Les briques depuis longtemps sont considérées parmi les éléments les plus importants dans le domaine de la construction. La fabrication des briques est passée par plusieurs étapes de développement, dont la première est la brique crue, puis la brique cuite, enfin la brique industrielle stabilisée.

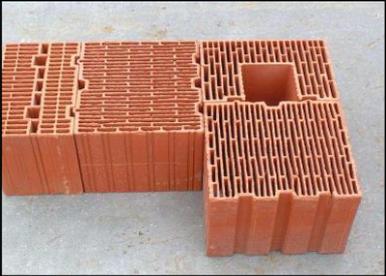
La brique de terre constitue dans nombreux pays l'élément de base de la construction de maisons ou d'édifices publics. Elle est plus répandue, connue et utilisée assez largement dans les régions sèches de la planète. Sur le plan technique c'est un matériau très isolant aussi bien phoniquement que thermiquement.

Elle est utilisée aussi bien dans les programmes de constructions neuves dans la restauration du patrimoine existant. Elle est indiquée en tant qu'élément porteur jusqu'à trois étages, et elle peut servir de remplissage des ossatures en bois.

La technologie actuelle permet de réaliser plusieurs types de briques avec des performances supplémentaires pour différentes destinations (brique de verre, brique cellulaire, brique monobloc, etc...)

On trouve les briques de terre en plusieurs catégories (tableau II.10);

Tableau I.10 : Les catégories des briques de terre

Briques pleines	Briques perforées	Briques creuses
		
<p>Sont des briques ordinaires ne comportant aucune perforation, ont le format (6x11x22) cm³</p>	<p>la maçonnerie de brique perforée offre une excellente résistance à la compression (les perforations sont disposées verticalement à l'intérieur du mur) et présente une isolation légèrement supérieure à la brique pleine.</p>	<p>les briques creuses beaucoup plus légères, et de plus grandes dimensions, permettent la réalisation de murs spécialement isolants</p>

Chapitre I : Etude Bibliographique

La brique de terre présente certains avantages ainsi que des inconvénients ;

- **Avantages** : 100% naturel, respect de l'environnement, isolation acoustique intéressante grâce à leur densité, qualités d'inertie thermique et d'assainissement, très bon régulateur hygrométrique, ne nécessite pas forcément l'application d'un enduit ou d'une peinture de finition, matière première naturelle et non toxique, absorbe les odeurs, richesse architecturale de formes et de lignes et c'est un matériau très stable.
- **Inconvénients** : la fabrication des briques est lente et fatigante, main d'œuvre importante même sur une petite surface le besoin en terre étant toujours très important, fragile et facile à briser, ne servent que dans la réalisation intérieure des murs.

I.5.2 Généralités sur les briques de terre renforcées par des fibres végétales

Pour améliorer les propriétés mécaniques des briques de terre, ces dernières ont été renforcées par des matériaux d'origine minérale ou végétale et parfois animale.

Les anciens habitants utilisaient la paille pour renforcer la terre pour leur disponibilité et leurs performances mécaniques et thermiques (figure I.12).

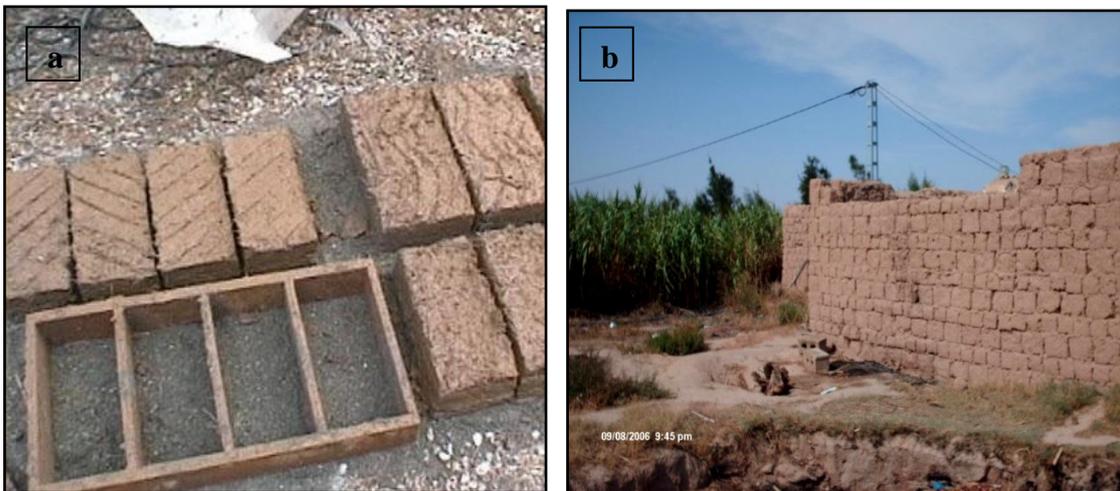


Figure I.12 : (a) Briques de terre renforcées par la paille, (b) Confection d'une maison avec des briques de terre + paille (Bousaada, Algérie)

Conclusion

Le domaine de valorisation des sources naturelles est vaste, et la valorisation de ces sources dans le domaine de construction a été intéressée par plusieurs recherches.

Ces dernières années, des études ont été menées dans le but de valoriser les fibres végétales dans les composites avec différentes matrices, pour améliorer leur performances et leur durabilité.

L'incorporation des fibres végétales à une matrice minérale permet donc d'obtenir un matériau composite avec des propriétés améliorées, particulièrement leur comportement mécanique en flexion.

Dans notre étude, on va chercher la possibilité d'intégrer les fibres de diss dans le domaine de maçonnerie, et les travaux de cette étude visent à identifier les échanges à l'interface fibre végétale/matrice minérale (Diss/Ciment). Pour cela, différentes formulations ont été initiées et leur conséquence sur les matériaux obtenus a été mesurée en terme de performances mécaniques (flexion, compression).

Il est aussi nécessaire d'intéresser sur la compatibilité de fibres végétales (diss) et matrice cimentaire, des traitements ont été envisagés pour augmenter la liaison entre les fibres et la matrice en terme l'adhésion.

CHAPITRE II
Matériaux utilisés et Méthodes
expérimentales

Sommaire

Introduction	57
II.1 Présentation et caractérisation des matériaux utilisés	57
II.1.1. Fibres de DISS	57
II.1.1.1 Présentation de la fibre de Diss	57
II.1.1.2 Traitement de fibres de Diss	58
II.1.1.2.1 Traitement par ébullition	58
II.1.1.2.2 Traitement par huile de lin	59
II.1.1.3 Autres solutions de traitement de fibres de diss.....	59
II.1.1.3.1 Traitement avec l'eau de mer	60
II.1.1.3.2 Traitement avec l'eau du robinet	62
II.1.1.4 Caractérisation chimique de fibres de Diss	64
II.1.1.4.1 Extraction de cellulose.....	64
II.1.1.4.2 Extraction des hémicelluloses	65
II.1.1.4.3 Dosage de la lignine	68
II.1.1.4.4 Extraction des lipides	68
II.1.1.4.5 Dosage des protéines	70
II.1.1.4.6 Dosage des sucres solubles.....	70
II.1.1.4.7 Extraction des pectines	71
II.1.1.5 Composition minéralogique de fibres de Diss	72
II.1.1.6 Propriétés physiques de fibres de Diss	73
II.1.1.6.1 Masse volumique apparente	73
II.1.1.6.2 Masse volumique absolue	73
II.1.1.6.3 La cinétique d'absorption d'eau des fibres de Diss	73
II.1.1.7 Taux d'humidité des fibres de diss.....	74
II.1.1.8 Propriétés mécaniques des fibres de diss (résistance de traction)	75
II 1.2. Ciment	76
II.1.2.1 Définition	76
II.1.2.2 Constituants	76
II.1.2.3 Hydratation du ciment portland	77
II.1.2.4 Fabrication du ciment portland	78

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

II.1.2.5 Propriétés physiques	79
II.1.2.5.1 Masse volumique apparente	79
II.1.2.5.2 Masse volumique absolue	79
II.1.2.5.3 Consistance normale	79
II.1.2.5.4 Finesse de mouture.....	79
II.1.2.5.5 Résistance réelle	79
II.1.2.5.6 Composition chimique du ciment	80
II .1.3. Eau de gâchage	80
II .1.4. Influence de fibres de diss brutes sur la prise du ciment	81
II.2 Méthode d'élaboration et de caractérisation des composites étudiés.....	82
II.2.1 Configuration des composites étudiés.....	82
II.2.2 Caractérisation du composite à l'état frais	83
II.2.2.1 Maniabilité du composite de Diss	83
II.2.2.2 Essai de prise du composite de Diss	83
II.2.3 Confection des éprouvettes et conservation	84
II.2.4 Caractérisation mécanique des composites obtenus	85
II.2.4.1 Résistances Mécaniques	85
II.2.4.2 Microstructure des composites.....	86
Conclusion.....	86

Introduction

L'objectif de ce chapitre est consacré à présenter et caractériser les différentes matières premières utilisées au cours de cette étude et entrant dans les formulations de composites étudiés.

Dans un premier temps, nous présenterons les fibres de diss et les protocoles de caractérisation chimique, l'analyse minéralogique ainsi que les propriétés physiques de ces fibres.

Dans une seconde étape, nous allons présenter les principaux constituants chimiques et minéralogiques du ciment ainsi que les caractéristiques physiques.

II.1 Présentation et caractérisation des matériaux utilisés

II .1.1 Fibres de Diss

II.1.1.1 Présentation de la fibre de Diss

Le matériau de base utilisé dans notre recherche est le « **Diss** », connu sous le nom scientifique (**ampélodesmos mauritanicus**), appelé en Italie (**Disa**) et en Espagne (**Carritx**), il appartient à la famille des graminées. C'est une plante répandue dans l'Afrique du nord méditerranéenne et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. En France, on la trouve dans les départements des Alpes-Maritimes, du Var, de la Corse du sud et de l'Hérault. Cette plante était utilisée auparavant dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques et dans d'autres pays, l'utilisation de ces fibres est limitée à la confection des couffins, à lier les branches de vignes ou à la confection des balais cantonniers [MER07].

Le Diss utilisé a été cueilli dans la région d'Annaba, et se trouve à l'état sauvage, c'est une plante annuelle, et très répandue sur toute la côte algérienne, et jusqu'à plus de 100 km à l'intérieur du pays (figure II.1).



Figure II.1 : Plante de diss à l'état naturel

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

Comme tous les autres matériaux végétaux utilisés comme renfort dans une matrice cimentaire, le diss présente les inconvénients majeurs suivants:

- Taux d'absorption d'eau élevé (90%), ce qui ne permet pas au ciment de s'hydrater normalement, ce qui affecte la résistance caractéristique du composite, et aussi une mauvaise adhérence des fibres végétales à la pâte de ciment.
- Un retard de prise dû à certains composés organiques présents dans les fibres végétales comme les sucres.
- Des éventuelles variations dimensionnelles qui peuvent dépasser les valeurs admissibles par les normes en vigueur.

Les fibres se présentent en tiges de 1 à 2 m d'hauteur (figure II.2). Les tiges de diss sont utilisées comme granulat ont été broyées en fibres avec un broyeur à couteaux à découpe parallèle, avec une maille de 10 mm (figure II.3).



Figure II.2 : Tiges de diss



Figure II.3 : Broyeur électrique de type Retsch

II.1.1.2 Traitement de fibres de Diss

Pour pallier les imperfections et les incompatibilités entre les matériaux de différentes natures entrant dans la fabrication du composite à base de fibres végétales à matrice cimentaire, différents traitements ont été appliqués aux fibres de diss.

II.1.1.2.1 Traitement par ébullition : ce traitement a été effectué par la mise en ébullition du diss coupée dans une cocotte pendant quatre heures [MER07], puis égoutté et rincé à grande quantité d'eau afin d'enlever les substances organiques, causes du retard de prise constaté lors des essais préliminaires réalisés auparavant, et où on a pu également constater un dégagement d'une forte odeur lors du malaxage des fibres végétales coupées, mais non traitées avec la pâte de ciment. L'objectif de ce traitement est de réduire les substances organiques (particulièrement les sucres) existants dans les fibres de diss naturel.

II.1.1.2.2 Traitement par huile de lin : pour atténuer les fortes absorptions d'eau des fibres, celles-ci ont été traitées avec de l'huile de lin [MER07]. Le traitement permet d'imperméabiliser la fibre (figure II.4).

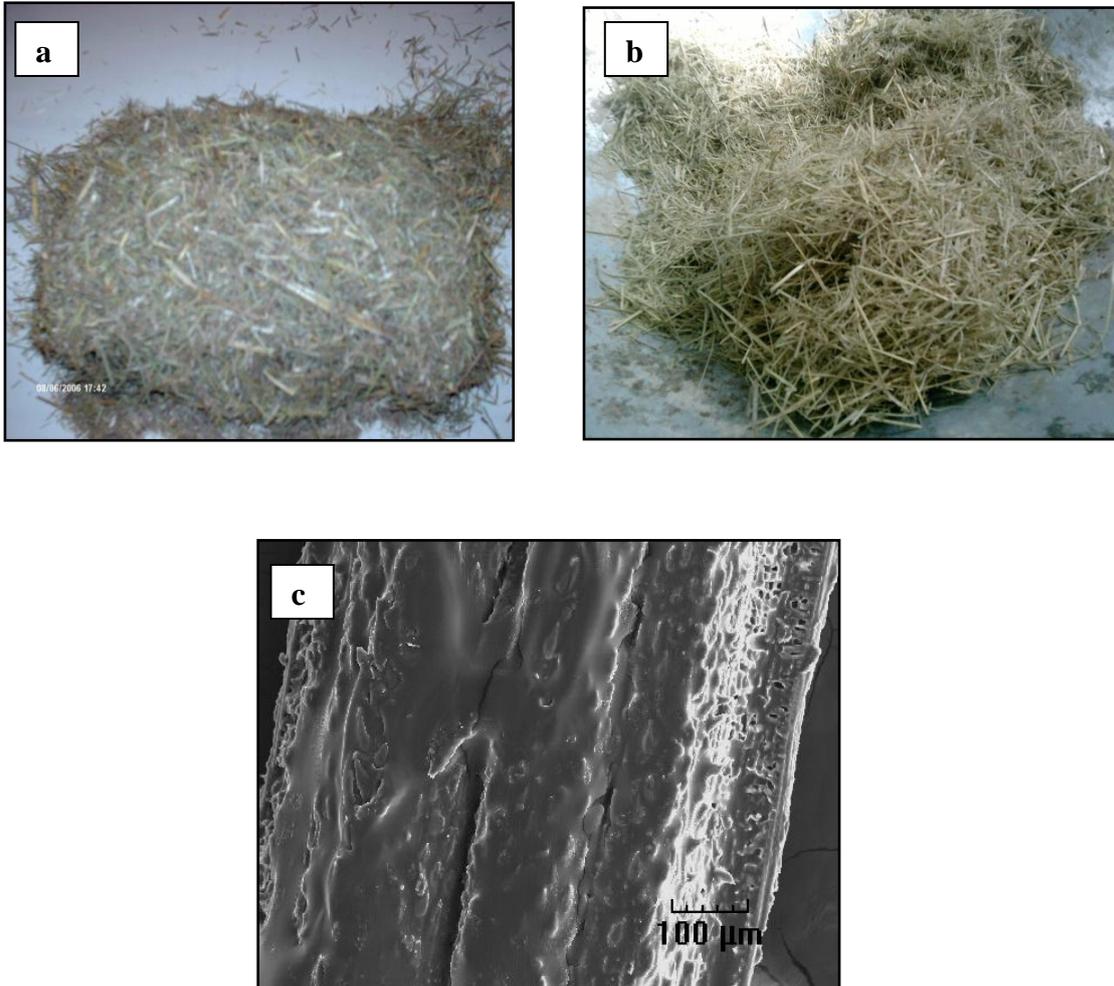


Figure II.4 : *Fibres de diss broyées, (a) Naturelles, (b) Bouillies, (c) Image au microscope électronique à balayage (MEB) d'une fibre de diss enrobée d'huile de lin*

II.1.1.3 Autres solutions de traitement de fibres de diss

Dans notre étude, le traitement par ébullition a fait ses preuves pour extraire les sucres et augmenter les performances mécaniques de nos composites. Mais dans cette partie on va découvrir l'objectif des autres solutions de traitement (Eau de Mer avec un **PH=8.10**, et Eau du Robinet avec un **PH=7.88**) sur la morphologie et la composition chimique des fibres ainsi que le comportement mécanique de composites obtenus.

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

II.1.1.3.1 Traitement avec l'eau de mer

Ce traitement consiste à immerger une quantité des fibres de diss dans un bac plein d'eau de mer de la région d'Annaba avec un **PH=8.10** pendant 90 jours à température ambiante (figure II.5). Les fibres sont ensuite rincées plusieurs fois jusqu'à un PH neutre. Après lavage, les fibres sont placées dans une étuve à 50°C pendant 48h (figure II.6). Le PH a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre.

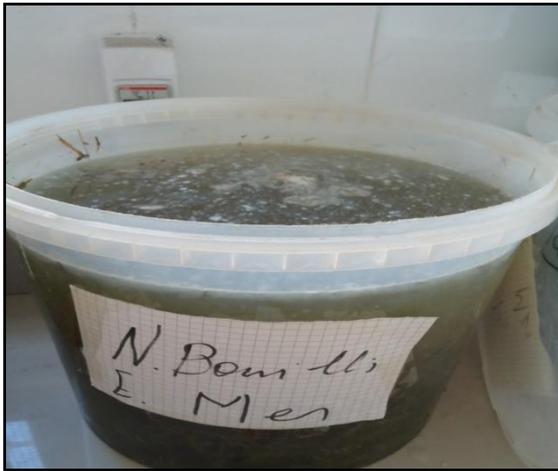
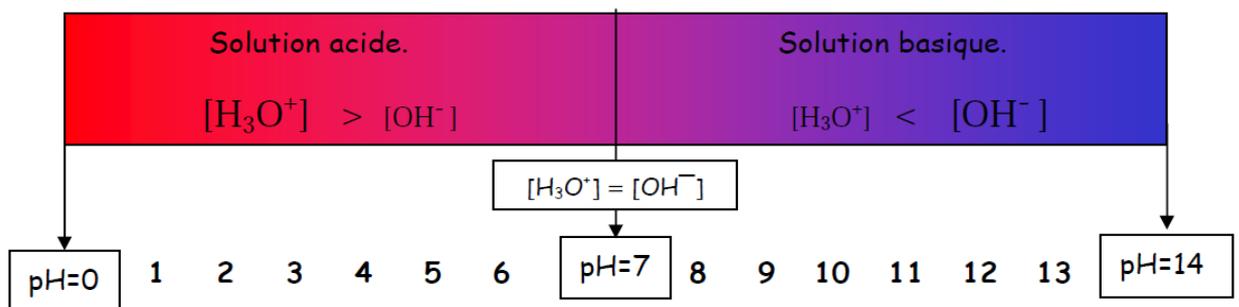


Figure II.5 : Traitement de fibres de diss avec l'eau de mer



Figure II.6 : Fibres de diss traitées et séchées

- **PH :** le PH de l'eau de mer représente le négatif du logarithme décimal de l'activité chimique (concentration en mol.L⁻¹) des ions d'hydrogène en solution. A un **PH=7.0**, on dit que la solution est neutre, à un **PH<7.0** elle est acide, et à un **PH >7.0** elle est alcaline (basique).



Le PH de l'eau de mer est ordinairement assez stable variant entre **7.5** et **8.5** dans le monde entier et comparable à celui de l'eau d'estuaire, mais aussi la température, la salinité, la pression peut le faire varier ; ces variations sont saisonnières.

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

- **Salinité:** la salinité de l'eau de mer est reliée à la concentration des sels dissous dans l'eau de mer, dans le passé, le taux de salinité était mesuré en évaporant de l'eau et en pesant le montant des sels restant. Elle est plus élevée à la surface des eaux chaudes et tropicales, où il y a plus d'évaporation que de précipitation. Elle est la plus basse où il y a de grandes entrées d'eau douce des fleuves.

La salinité de l'eau de mer est approximativement égale au poids, en grammes, des sels dissous par 1000g d'eau de mer. Ce serait la concentration de sels en parties par mille (‰).

- **Composition chimique:** la composition chimique de l'eau de mer s'avère être un paramètre de base, tous les chimistes se sont penchés sur la composition chimique de l'eau de mer (Lavoisier, Forchammer et Dittmar). Ces chimistes ont dressé un tableau moyen de ces composants chimiques pour 1000g d'eau de mer.

La composition chimique de l'eau de mer non perturbée par des facteurs particuliers est constante. Elle est représentée dans le tableau suivant :

Tableau II.1 : Composition chimique de l'eau de mer (1000g d'eau)

Composants	Quantités (g/l)	Proportions (%)
Chlorure de sodium (NaCl)	27.213	78
Chlorure de magnésium (MgCl ₂)	3.807	11
Sulfate de magnésium (MgSO ₄)	1.658	5
Sulfate de calcium (CaSO ₄)	1.260	4
Sulfate de potassium (K ₂ SO ₄)	0.863	2
Carbonate de calcium (CaCO ₃)	0.123	0.35
Bromure de magnésium	0.076	0.22
PH	8.10	-
Salinité		27.5 ‰

Ces composants sont majeurs, de plus les chimistes ont mis en évidence une règle fondamentale, et parmi ces composants, le sel apparaît comme un élément le plus important. L'eau de mer contient aussi des constituants secondaires ; la concentration de ces éléments atteint péniblement 0.05% de la totalité des éléments contenus dans l'eau de mer. A titre anecdotique, voici une liste non limitative de ces composants :

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

Le tableau suivant regroupe les autres substances de l'eau de mer ;

Tableau II.2 : Constituants secondaires de l'eau de mer

Constituants secondaires	Quantités (mg/l)	Proportions (%)
Fluor (F)	1.40	4.02
Silice	1.0	2.87
Azote	1.0	2.87
Phosphore	0.060	0.17
Baryum	0.055	0.16
Fer	0.050	0.14
Iode	0.050	0.14

II.1.1.3.2 Traitement avec l'eau du robinet

Le traitement consiste à immerger une quantité de fibres de diss dans un bac plein d'eau du robinet avec un **PH=7.88** pendant 90 jours à température ambiante (figure II.7), puis rinçage et séchage dans une étuve à 50°C pendant 48h (figure II.8).



Figure II.7 : Traitement de fibres de diss avec l'eau du robinet

Figure II.8: Fibres de diss rincées et séchées

- **Définition** : les eaux du robinet sont souvent constituées d'eaux souterraines puisées dans des nappes phréatiques et même dans certains cas dans des sources, ou d'eaux de surface prélevées dans les lacs, rivières, fleuves, retenues, etc..., mais elles peuvent aussi être constituées d'un mélange des deux origines selon les disponibilités saisonnières et la situation géographique.

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

- **Composition chimique** : la composition chimique de l'eau du robinet a été faite au sein du laboratoire central de la société de l'eau et d'assainissement d'El-Tarf et d'Annaba (SEATA).

Le tableau suivant illustre les principaux composants chimiques de l'eau du robinet :

Tableau II.3 : Composition chimique de l'eau du robinet (SEATA)

Paramètres	Unité	Norme algérienne	Résultats
ELECTRO-CHIMIE			
PH		6.5-8.5	7.88
Température	°c	/	17.00
Conductivité à 25°C	µS/cm	3125	462.00
TDS	mg/l	/	223.00
Salinité	g/l	/	0.20
Turbidité	NTU	5	2.10
Oxygène dissous	mg/l	8	/
Chlore résiduel	mg/l	/	1.00
SPECTROPHOTOMETRIE			
Ammonium	mg/l	0.5	<0.06
Nitrites	mg/l	0.1	<0.02
Nitrates	mg/l	50	<1.1
Ortho-phosphates	mg/l	0.5	<0.07
Fer total	mg/l	0.3	0.04
Manganèse	mg/l	0.5	/
Aluminium	mg/l	0.2	0.11
Couleur	mg/lpt	25	/
VOLUMETRIE			
Dureté totale	mg/l caco ₃	500	256
Calcium	mg/l	200	56.11
Magnésium	mg/l	150	28.19
Chlorures	mg/l	500	44.18
Titre alcalimétrique complet	mg/l CaCO ₃	/	73.00
Bicarbonates	mg/l	/	89.06
Carbonates	mg/l	/	0.00
CO ₂ total	mg/l	/	78.37
CO ₂ libre dissous	mg/l	/	0.00
Sulfates	mg/l	400	20.00
Résidu sec à 105°C	mg/l	2000	130.00

II.1.1.4 Caractérisation chimique des fibres de diss

Dans cette partie, nous décrirons les protocoles utilisés pour caractériser les fibres de diss. Plusieurs techniques ont été effectuées pour faire l'extraction des principaux composants lignocellulosiques et organiques renfermés dans ces fibres.

Les essais d'extraction des composants ont été réalisés au sein du laboratoire de Biochimie et Biologie de l'université **Badji Mokhtar** d'Annaba.

II.1.1.4.1 Extraction de cellulose

Méthode de dosage de « l'insoluble cellulosique »

La détermination quantitative de la cellulose dans un matériau végétal est toujours délicate. Elle consiste à éliminer par un procédé chimique approprié les substances qui accompagnent ou incrustent la cellulose.

Les méthodes proposées tiennent compte de la résistance de la cellulose à l'action des agents oxydants modérés, des acides ou des bases diluées qui détruisent par contre plus ou moins complètement les autres constituants de la membrane. Parmi ceux-ci retenons les hémicelluloses, la lignine, les tanins, les matières pectines, les gommés et mucilages.

Selon le comité d'étude « cellulose » de la commission française de normalisation internationale on entend conventionnellement par « **indice d'insoluble dit cellulosique** » (cellulose brute), la totalité de substances perdues lors de l'incinération du résidu séché restant après traitement acide et alcalin du produit.

Il existe de nombreuses méthodes de détermination de la cellulose, toutefois, le choix du procédé à appliquer est conditionné par la nature du matériau étudié et par le but poursuivi, nous distinguerons les méthodes gravimétriques et volumétriques.

Méthode Weende (1809) [WEE09], méthode gravimétrique

Une des plus anciennes méthodes de dosage de « l'insoluble cellulosique » est sans conteste celle mise au point par l'institut agronomique de **Weende**, par définition et selon la norme **ISO-AFNOR (NF V 03-040, 1977)** l'insoluble dit (cellulosique) qui correspond aux substances perdues lors de l'incinération du produit résistant aux attaques successives acide et alcaline.

La figure II.5 résume le processus opératoire utilisé, le produit broyé est soumis à une attaque par l'acide sulfurique H_2SO_4 (0,255N) à ébullition pendant 30 minutes.

La séparation de résidu peut s'effectuer par filtration sur toile de nylon, sable de mer ou amiante. Le résidu est ensuite soumis à une attaque par la soude NaOH (0,313N) à ébullition pendant également 30 minutes.

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

Après filtration par un creuset (porosité =1, Ø=4cm), le résidu est lavé à l'eau permutée chaude. L'insoluble obtenu est séché à 130°C, pesé, puis incinéré à 550°C.

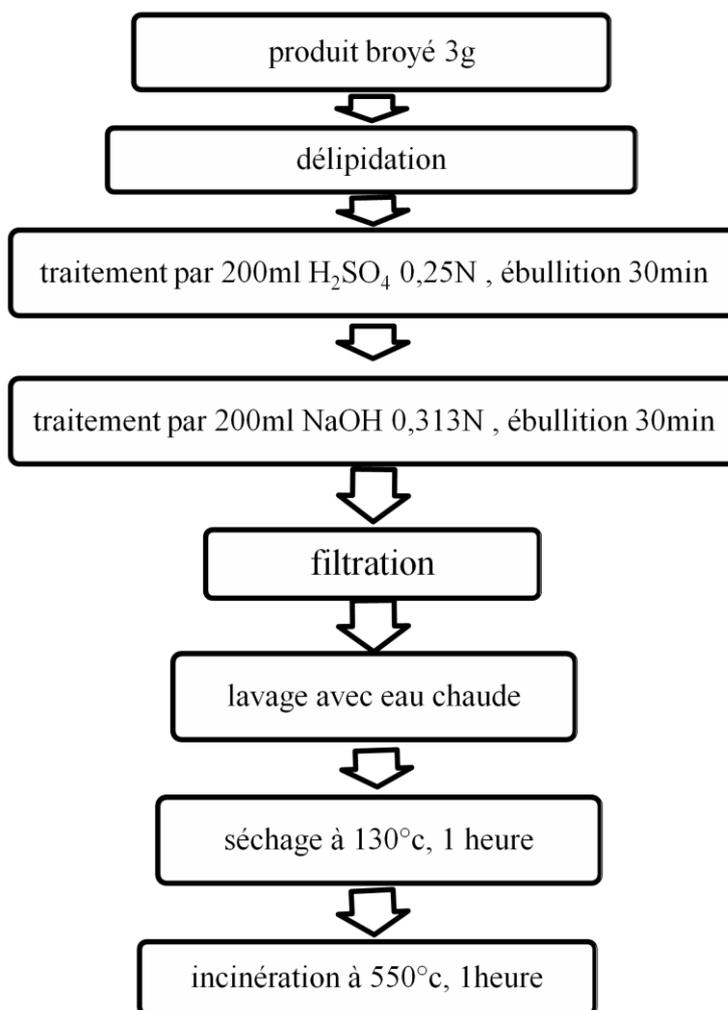


Figure II.9 : Détermination de l'indice d'insoluble cellulosique (Méthode de Weende 1809)

II.1.1.4.2 Extraction alcaline des Hémicelluloses (WISTLER et FEATHER), [JOS80]

Matériels de laboratoire	Réactifs de laboratoire
<ul style="list-style-type: none">➤ Balance (1/300g), modèle KERNEW➤ Centrifugeuse : BECKMAN modèle : IJ-6➤ Etuve (50c°,250c°)➤ Agitateur magnétique	<ul style="list-style-type: none">➤ Méthanol 85% (MERK)➤ Ethanol 95% (MERK)➤ Acide acétique (REACHIM)➤ Acide sulfurique H₂SO₄ 96%➤ Soude NaOH (MERK)

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

- **Délipidation de l'échantillon, (Mercier et Tollier, 1984):** peser dans un ballon 5g du produit, ajouter 40ml de méthanol 85%, le ballon est muni d'un réfrigérant à reflux (figure II.10) puis on porte au bain marie 70°C pendant 4h. Après refroidissement, on centrifuge à 3000 t/min pendant 20 minutes avec une centrifugeuse de type (BEKMAN TJ-8). Le surnageant est alors éliminé et la même opération est répétée par addition de méthanol 85% puis chauffage à 70°C pendant 2 heures seulement. Effectuer ensuite quatre lavages avec le méthanol à 85% à température ambiante suivis de centrifugation. Le premier lavage avec l'eau distillée et les autres avec l'éthanol 95%. Le précipité est alors séché à l'étuve à 50°C. [AOU91]



Figure II.10 : Délipidation d'échantillon par le system (ballon+réfrigérant à reflux)

- **Extraction :** l'échantillon délipidé est placé dans un herlenmeyer, on ajoute 140 ml de soude (NaOH) à 10%, le mélange est agité magnétiquement pendant 24 heures. Après l'agitation, la solution est centrifugée à 3000 t/min pendant 20 minutes, ensuite le filtrat est immédiatement transféré dans un bécher et refroidit dans un réfrigérateur. L'hémicellulose **A** est obtenue sous forme de précipité par acidification du filtrat à PH=5 avec du CH₃COOH 50% (vérification du PH à l'aide d'un papier PH). Après la centrifugation, le précipité est lavé avec de l'eau distillée puis séché à l'étuve à 50°C, le surnageant neutralisé est additionné d'éthanol 95%, les derniers millilitres sont versés goutte à goutte, le mélange est refroidi dans un réfrigérateur, puis centrifugé. Le précipité obtenu est séché à l'étuve à 50°C, pour donner l'hémicellulose **B₁**. Le surnageant de cette centrifugation est repris dans un autre bécher et on ajoute l'éthanol 95% goutte à goutte jusqu'à formation d'un trouble. Le précipité est récupéré par centrifugation à 3000 t/min pendant 20 minutes, puis lavé à l'alcool, et séché à l'étuve pour donner l'hémicellulose **B₂**.

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

La procédure de précipitation est poursuivie jusqu'à obtenir l'hémicellulose **B₃** (figure II.11).

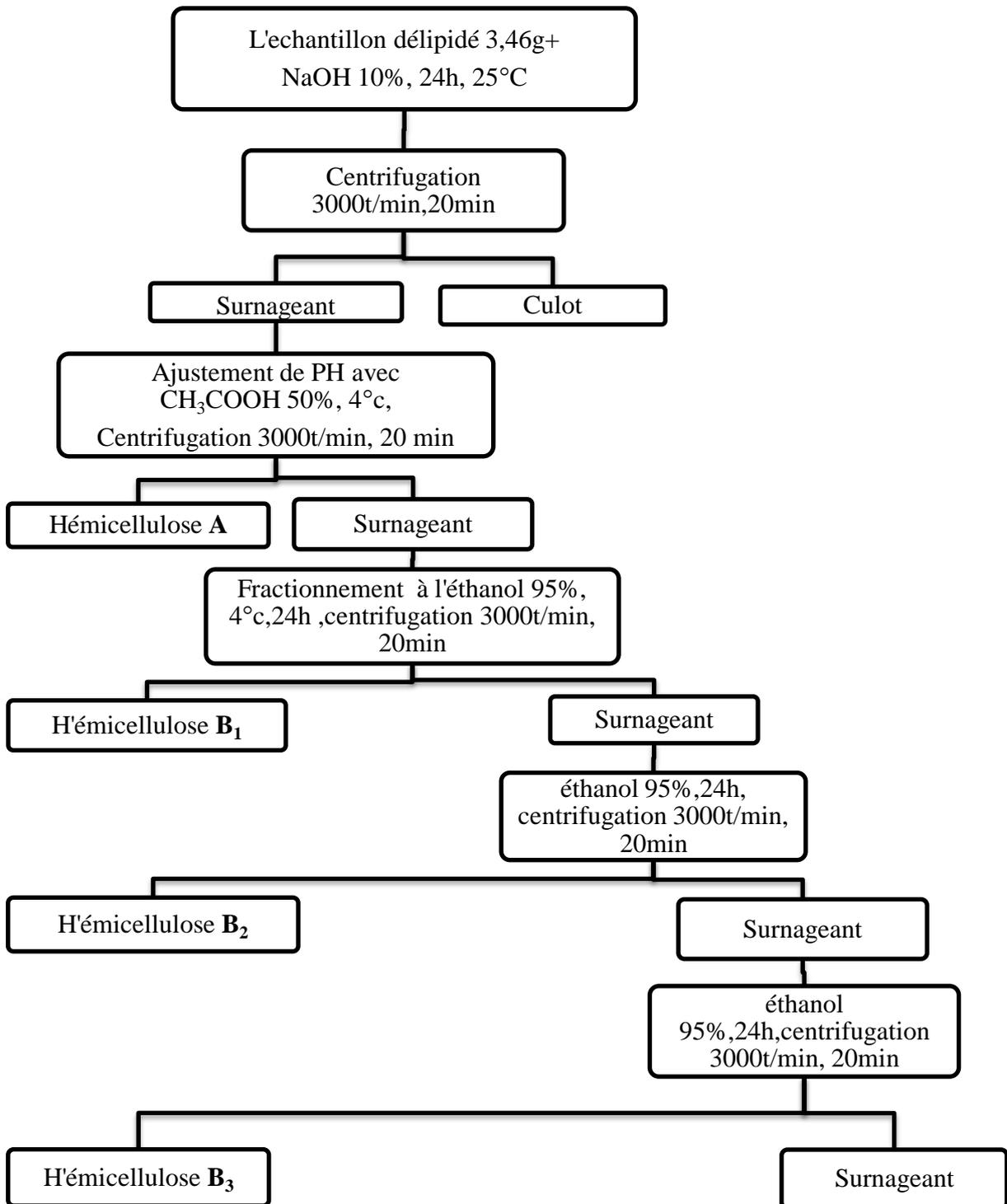


Figure II.11 : Protocole expérimental pour l'extraction des hémicelluloses

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

II.1.1.4.3 Dosage de la lignine, méthode de (Klason)

Dans un ballon d'un litre, on place 1g de végétal auquel on ajoute 15ml de l'acide sulfurique (H_2SO_4 à 72%). Le mélange est maintenu sous agitation magnétique pendant une nuit à température ambiante (figure II.12), puis dilué par addition de 560 ml d'eau distillée et porté à reflux pendant 6 heures (figure II.13). Après cette hydrolyse, on laisse déposer la solution pendant une nuit avant de filtrer le précipité sur un creuset filtrant ($n^\circ=4$) préalablement séché et taré.

Le précipité est lavé abondamment à l'eau chaude afin d'éliminer toute trace d'acide puis placé dans une étuve à $70^\circ C$ jusqu'à poids constant. Après séchage, le résidu est placé dans un dessiccateur et pesé. Musha et al [MUS74].



Figure II.12 : Agitation magnétique



Figure II.13 : Hydrolyse par reflux

II.1.1.4.4 Séparation de lipides (les sphingolipides), méthode de Screening (CCM)

Les sphingolipides tiennent leur nom du sphinx. Ce sont des phospholipides qui sont constitués d'un acide gras, de choline et d'un alcool aminé qui s'appelle (la sphingosine) (figure II.14).

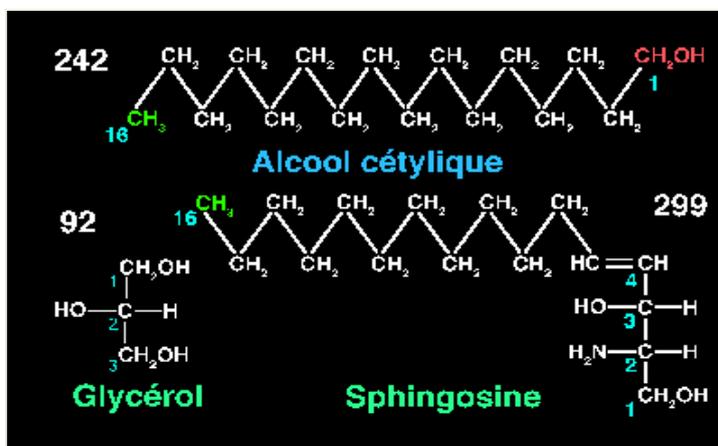


Figure II.14 : Structure des Sphingolipides (Sphingosine)

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

On les trouve principalement dans le système nerveux des mammifères, ils étaient jusqu'à présent produits à partir d'extraits de moëlle épinière bovines, nous conduit à rechercher ce type de molécules dans les végétaux et les micro-organismes.

Les sphingolipides étant des phospholipides que ne connaissant pas de façon précise la nature des sphingolipides présents dans chaque matière traitée, la méthode de chromatographie sur couche mince CCM permet de déterminer la présence ou l'absence de sphingolipides.

Pour cela une méthode d'estimation globale des sphingosines doit être suivie (figure II.15), [KAW85]:

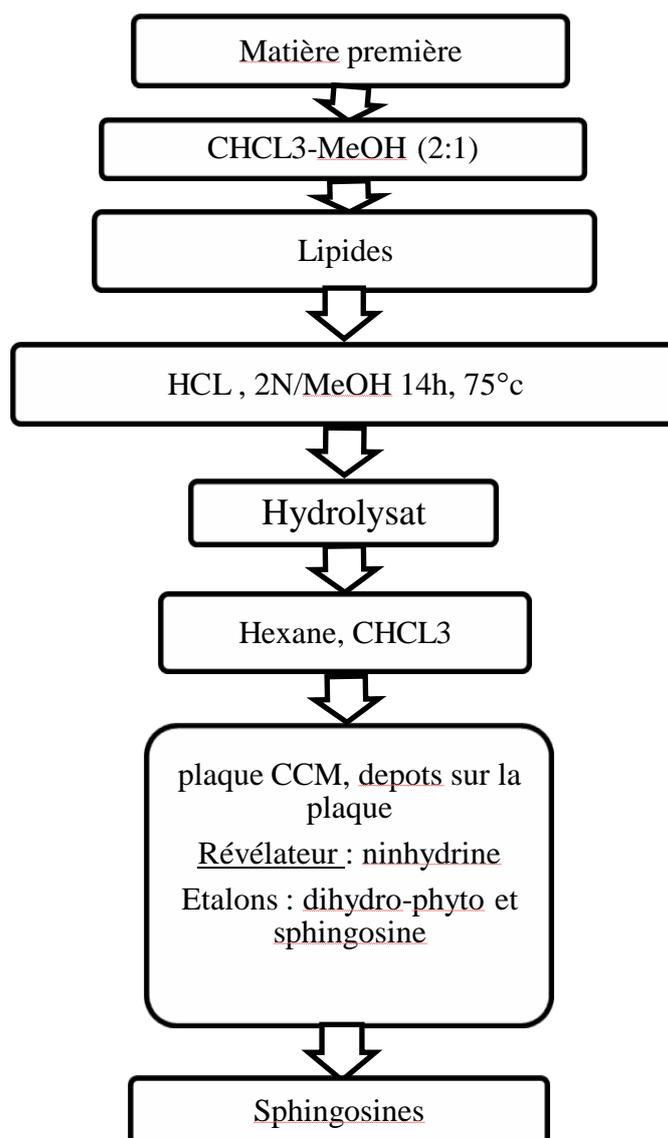


Figure II.15 : Méthode de dosage des sphingosines.

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

II.1.1.4.5 Dosages des protéines solubles (Bradford, 1976), [BRA76]

La technique utilisée pour le dosage des protéines totales est celle de Bradford (1976), qui utilise le **BSA** (Résumé d'Albumine de Bovin) comme standard. C'est une méthode qui est basée sur l'absorption du colorant bleu de commasie (**BBC**).

On prend 0,1g d'échantillons et on procède à leur broyage à l'aide d'un mortier et 10ml d'eau distillée jusqu'à l'obtention d'une solution verte. Cette dernière est filtrée sur papier Wattman. On prélève 0,2ml du surnageant obtenu et on ajoute 2ml de Bradford (BBC).

Le dosage se fait au spectrophotomètre à la longueur d'onde $\lambda=595\text{nm}$ après l'étalonnage de l'appareil par une solution témoin contenant (1,8ml d'eau distillée + 0,2ml du réactif de Bradford). La quantité des protéines a été déterminée à partir de la formule suivante :

$$Y = 0,00406X + 0,0104$$

X : quantité de protéines en ($\mu\text{g}/\text{mg}$ MF)

Y : densité optique

II.1.1.4.6 Dosages des sucres solubles (Shields et Burneit, 1960)

Les sucres sont dosés par la méthode de Shields et Burneit [SHI60] et [BUR60] qui utilise l'anthrone en milieu sulfurique. L'extraction des sucres solubles se fait après macération du végétal dans 3ml de l'éthanol à 80% pendant 48 heures. Faire passer les tubes en rota-vapeur (figure II.16) pour l'évaporation de l'alcool, puis mettre 20ml d'eau distillée dans la totalité de l'extrait.

On prélève 2ml de l'extrait dans les tubes à essai puis on ajoute 4 ml du réactif à l'anthrone. On place les tubes dans un bain marie à 60°C pendant 8 minutes, après on refroidit les tubes dans un bain marie de glace afin d'arrêter la réaction. Enfin lire au spectrophotomètre à ($\lambda=585\text{nm}$) après repos de 30 minutes à l'obscurité (figure II.17).

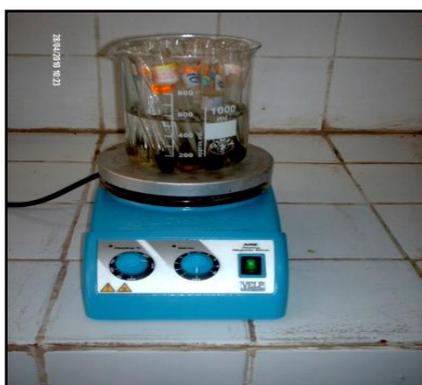


Figure II.16 : Rota-vapeur



Figure II.17 : Spectrophotomètre

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

La quantité des sucres solubles a été déterminée à partir de la formule suivante :

$$Y=0,0035X - 0,025$$

X : Quantité des sucres

Y : Densité optique

II.1.1.4.7 Extraction des pectines

La procédure d'extraction des pectines consiste à suivre les étapes suivantes [CRE70] :

- Broyer l'échantillon de manière à obtenir des particules dont la taille sera voisine du 1mm
- On prend 5g du matériau végétal, on ajoute 15 parties d'eau distillée
- Fixer le PH=2.8 par addition d'acide sulfurique dilué (H_2SO_4 0,01N)
- Introduire le mélange dans un ballon muni d'un réfrigérant puis porter au bain marie à 100°C pendant 40 minutes
- Laisser légèrement refroidir et filtrer à l'aide d'une toile en nylon
- Ramener le PH à 4,8 par addition de Na_2CO_3
- Le filtrat contient des pectines en solution, à un volume de filtrat, ajouter 1 volume d'éthanol à 95%
- Refroidir en bain en glace , ensuite filtrer sur papier et sécher le précipité à l'étuve à 40°C puis peser la pectine extraite.

Après cette analyse on a résumé les résultats des principaux composants lignocellulosiques et organiques de diss dans le tableau suivant :

Tableau II.4 : Composition chimique et lignocellulosique de fibres de diss

Constituants	Diss non bouilli (naturel) (%)	Diss bouilli non lavé(%)	Diss bouilli lavé(%)
Lipides (sphingosines)	/	-	16
Cellulose	30.33	-	40
Hémicellulose A	0.11	-	0.078
Hémicellulose B ₁	4.80	-	0.056
Hémicellulose B ₂	2.42	-	0.069
Hémicellulose B ₃	3.83	-	2.72
Lignine	17	-	29
Sucres solubles	30.78	1.95	0.72
Protéines	1.76	0.42	0.12
Pectines	3.55	2.95	2.41

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

II.1.1.5 Composition minéralogique des fibres de diss

L'analyse minérale des cendres de fibres de diss a été faite au sein du laboratoire central de l'usine Sidérurgique d'EL HADJAR, Annaba.

Tableau II.5 : Analyse minéralogique de fibres de diss

Constituants	SiO ₂ (%)	CaO (%)	Na ₂ O (%)	K ₂ O (%)
Diss bouilli lavé	73.70	6.21	0.60	0.90
Diss non bouilli	75.95	3.45	0.60	6.00

Les résultats de l'analyse minéralogique montrent que les fibres de diss naturel ou traité thermiquement (bouilli) renferment plus de 73% de Silice, qui confère à cette plante une très grande résistance à la traction, et les pourcentages en chaux sont aussi importants comparés avec les teneurs en oxyde de sodium et en oxyde de potassium.

Et pour les fibres de diss bouillies non lavées, l'analyse à l'EDX montre aussi l'importance de la Silice par rapport aux autres minéraux tels que le Calcium, Le Magnésium, l'Aluminium et le Chlore.

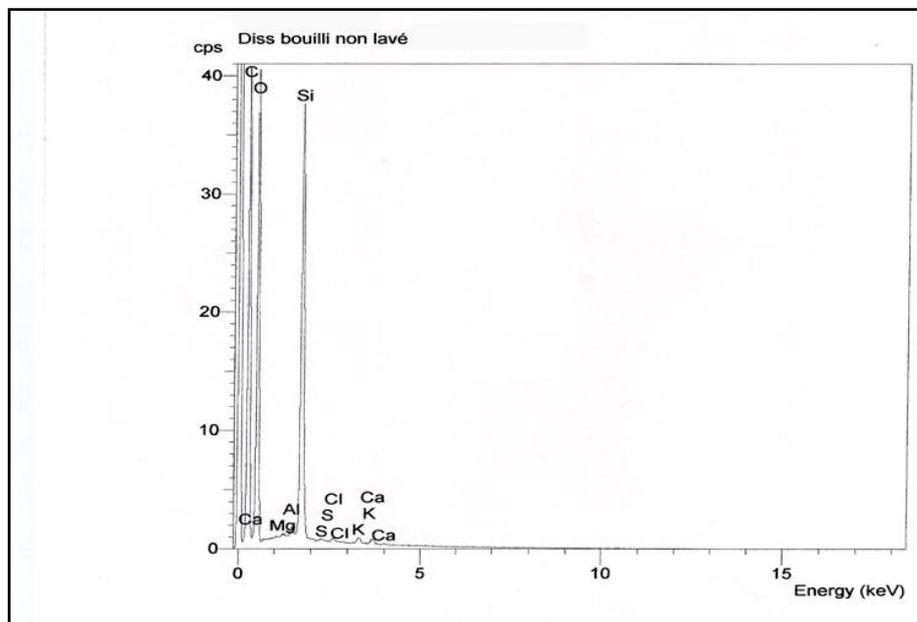


Figure II.18 : Analyse EDX à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) du diss bouilli non lavé

Le traitement à l'eau bouillante garde la proportion de Silice intacte, avec des proportions importantes de plus de 70% aux autres composants minéralogiques.

II.1.1.6 Propriétés physiques de fibres de diss

II.1.1.6.1 Masse volumique apparente

Elle représente la masse d'un corps par unité de volume total y compris les vides et porosité inter-granulaires. Les essais consistent à remplir un récipient vide de volume connu par le matériau sec sans le tasser et à peser ensuite cette quantité de matériau.

II.1.1.6.2 Masse volumique absolue

Elle est déterminée selon la norme **N.F.P 18-558** et définie comme la masse d'un corps par unité de volume absolu de matière solide pleine.

Le tableau suivant résume les principales caractéristiques physiques de fibres de diss.

Tableau II.6 : Propriétés physiques de fibres de diss

Caractéristiques		Valeurs (kg/m ³)
Masse volumique apparente	diss non bouilli	50,3
	diss bouilli	37,5
Masse volumique absolue	diss non bouilli	1250
	diss bouilli	1400

II.1.1.6.3 La cinétique d'absorption d'eau de fibres de diss

Les essais d'absorption d'eau permettent de connaître les propriétés intrinsèques des fibres. Les essais d'absorption d'eau s'avèrent indispensables pour connaître le taux d'absorption à saturation, l'inertie d'absorption et le temps de saturation.

Les mesures ont été réalisées sur des échantillons de fibres de diss bouilli lavé, bouilli non lavé, non bouilli et enrobé avec huile de lin. Les essais d'absorption d'eau ont été déterminés en immergeant une quantité de diss préalablement séchée et pesée $M(0)$. Les fibres sont enveloppées d'une toile fine pour éviter toute perte des fibres. Des pesées sont effectuées à des temps d'immersion définis $M(t)$, après essorage de l'échantillon pour enlever l'eau adsorbée. L'essai est suivi jusqu'à stabilisation de la masse absorbée. Le taux d'absorption en fonction de la racine du temps est déterminé par la relation :

Le taux d'absorption en fonction de la racine du temps est déterminé par la relation :

$$W(\%) = \frac{M(t) - M(0)}{M(0)} * 100$$

M_t : masse des fibres après immersion dans un temps (g)

M_0 : masse sèche (g)

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

Les résultats des pourcentages relatifs des absorptions des fibres en phase liquide en fonction de la racine carrée du temps sont reportés sur la figure II.19, à partir desquelles nous pourrions déduire le temps de début de saturation, le taux et la cinétique d'absorption.

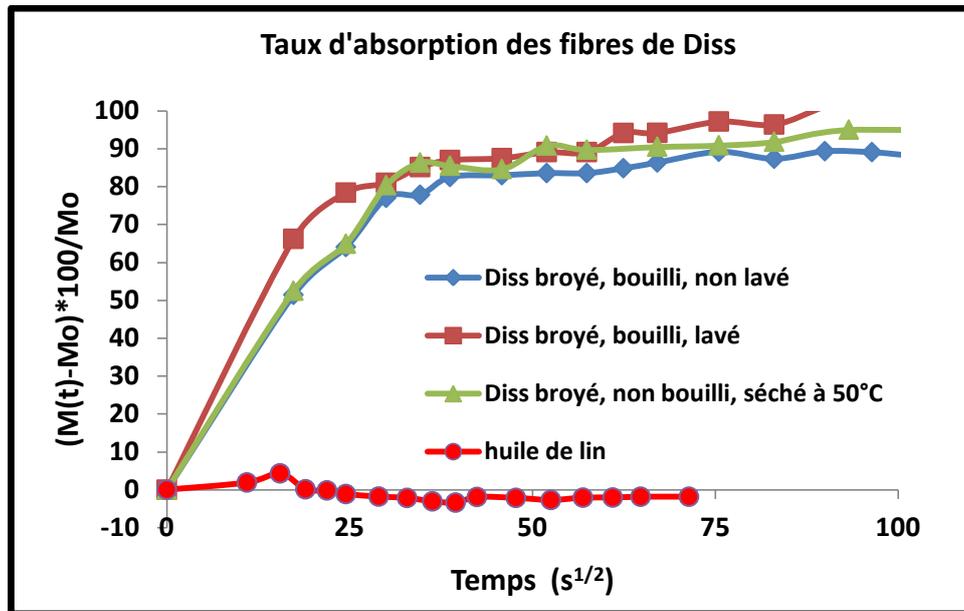


Figure II.19 : Taux d'absorption des fibres de diss

Les fibres broyées séchées de diss non bouilli, bouilli non lavé et bouilli lavé présentent des absorptions qui avoisinent les **100%**, ainsi qu'une même cinétique d'absorption et un temps de saturation avoisinant 60 minutes, ceci confirme que l'ébullition n'affecte pas profondément la structure des fibres.

Les fibres enrobées d'huile de lin présentent des absorptions très faibles voire même négligeables. Ceci explique que le produit utilisé rend les fibres de diss complètement étanches.

Pour le cas des composites à base de matrice cimentaire, on doit s'intéresser à l'absorption au bout des 4 à 5 premières heures, correspondant au temps d'hydratation du ciment.

Les essais d'absorption des fibres permettent d'évaluer le rapport (**Eau/Ciment**) optimum à utiliser dans les composites pour avoir un matériau de meilleures performances mécaniques.

II.1.1.7 Taux d'Humidité des fibres de diss

Le taux d'humidité des fibres végétales est une caractéristique importante à prendre en compte puisqu'il peut modifier les propriétés de la fibre et perturber les procédés de mise en forme.

Pour cette raison on a calculé le taux d'humidité de fibres de diss par la formule suivante :

$$TH(\%) = \frac{M_H - M_S}{M_S} * 100$$

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

M_H : Poids de fibres à l'état naturel

M_S : Poids de fibres à l'état sec (après séchage dans une étuve à 50°C pendant 24h jusqu'à la stabilisation du poids).

Le taux d'humidité de fibres de diss est égal à ;

TH=6,3%

Donc, on peut dire que les fibres de diss présentent un taux d'humidité faible par rapport aux autres fibres végétales, par ce que plus le taux d'humidité est élevé, plus le module d'élasticité, la contrainte maximale et la stabilisation thermique du composite diminuent.

Plusieurs études font état d'un taux d'humidité inférieur à 8% mais il est conseillé de travailler avec un taux d'humidité inférieur à 5%, Sombatsompop et al [SOM03].

II.1.1.8 Propriétés mécaniques des fibres de diss (résistance de traction)

Les essais de traction directe des fibres de diss ont été réalisés à l'aide de la machine **ZWICK/ROELL 20KN**, spécialement conçue pour ce type de matériaux (figure II.20). La machine étant reliée à un système d'acquisition automatique de données, permet de mesurer les déformations unitaires ou les déplacements à différents pas de chargement, qui peuvent être choisis au préalable.



Figure II.20 : Essai de traction sur une fibre de diss

Les différents programmes utilisés pour cet essai, sont capables de donner la force en fonction du déplacement ou de la contrainte en fonction de déformation, il suffit de bien introduire les paramètres de calcul.

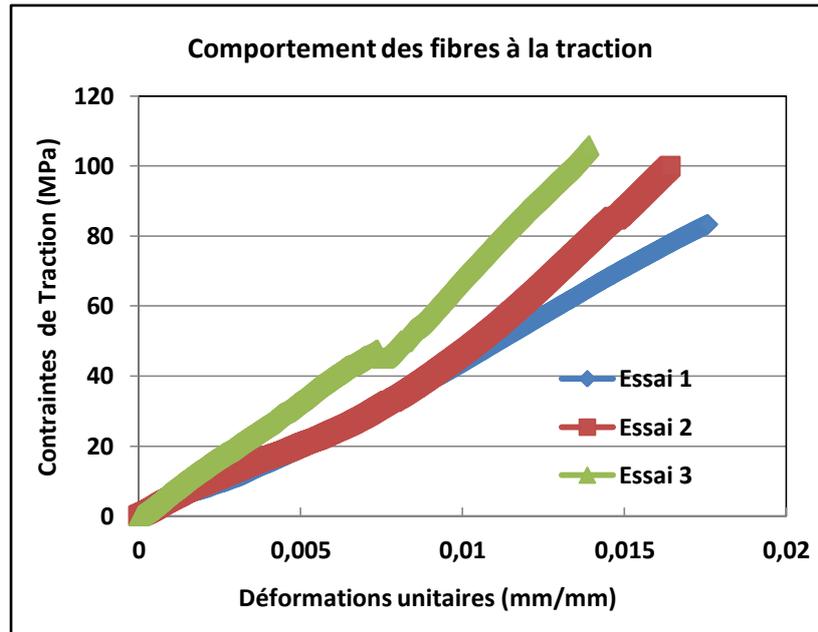


Figure II.21 : Comportement des fibres de diss à la traction directe

D'après les résultats, la fibre de diss présente une résistance à la traction très importante de l'ordre de **100 MPa** et un module d'élasticité de l'ordre de **6000 MPa**.

II.1.2 Ciment

II.1.2.1 Définition

Le ciment est un liant hydraulique qui se présente sous la forme d'une poudre très fine, composée d'oxydes minéraux dont les deux principaux sont la chaux (CaO) et la silice (SiO₂). Il réagit avec l'eau en donnant des hydrates stables qui lui confèrent une résistance mécanique.

Les réactions d'hydratation du ciment conduisent à la formation d'une pâte durcissant progressivement à l'air ou dans l'eau.

II.1.2.2 Constituants

Le ciment portland artificiel (CPA) se compose principalement de clinker. Ce dernier est obtenu par mélange de matières premières naturelles de composition chimique adéquate.

La préparation du cru consiste à mélanger de manière homogène du calcaire (**80%**) et l'argile (**20%**). Le cru est calciné à 1450°C pour former le clinker.

Les granules de clinker, dont la taille varie de 5 à 40 mm de diamètre, sont finement broyés avec addition de gypse (3 à 5%) pour réguler la prise. En général, le ciment est composé de quatre phases principales ; **C₃S**, **C₂S**, **C₃A**, **C₄AF**.

Les phases C₃A et C₂ (A.F), plus couramment dénommée C₄AF, se situent généralement entre les grains de C₃S et C₂S. Le clinker contient aussi des éléments mineurs tels que : Na₂O, K₂O, MgO, CaO libre, TiO₂, SO₃, P₂O₅ et Cr₂O₃

II.1.2.3 Hydratation du ciment portland

Le contact du ciment avec l'eau déclenche un mécanisme d'hydratation comprenant (dans l'ordre ou elles s'effectuent) les réactions d'adsorption, d'hydrolyse, de dissolution, de solvation, de précipitation, de cristallisation, de germination, de migration et de diffusion.

Ce mécanisme doit être considéré dans toute sa complexité, en tenant compte des différentes interactions mutuelles de ses différentes réactions.

L'hydratation du CPA correspond à une suite de réactions chimiques entre les différents composants du clinker, le gypse et l'eau. Celles-ci s'effectuent suivant un processus de dissolution précipitation très complexe ([SEI80], [JAW85], [VER89]) qui peut être schématisé sur la figure II.22.

L'ordre de réaction des composants du ciment est connu : $C_3A > C_3S > C_4AF > C_2S$.

L'hydratation du ciment est un phénomène complexe faisant intervenir divers processus (mécanisme d'hydratation) qui ont été élucidés dès la fin du 19^{ème} siècle par **Henri Le Chatelier 1887**. Il a notamment décrit trois étapes relatives à la prise du ciment :

- L'adsorption physique et chimique de l'eau par les grains de ciment.
- La dissolution ou solvation, correspondant à un changement d'état du solide ionique (ciment) en présence de solvant (eau).
- La cristallisation, qui débute par la germination et se poursuit par la croissance de cristaux.

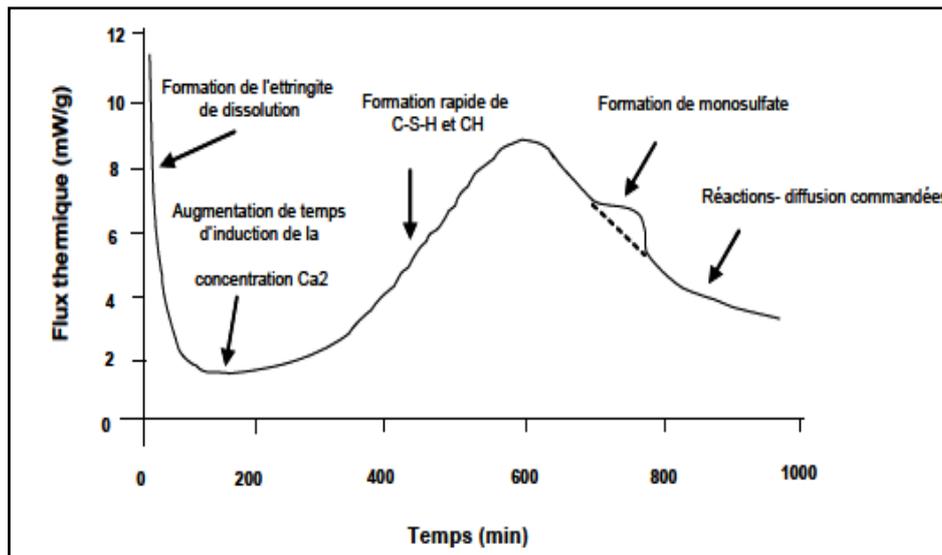


Figure II.22 : Représentation schématique de l'hydratation du ciment [JAW85]

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

II.1.2.4 Fabrication du ciment portland

La fabrication de ciment se réduit schématiquement aux trois opérations suivantes :

- Préparation du cru
- Cuisson
- Broyage et conditionnement

Il existe quatre méthodes de fabrication du ciment qui dépendent essentiellement du matériau :

- Fabrication du ciment par voie humide (la plus ancienne).
- Fabrication du ciment par voie semi-humide (en partant de la voie humide).
- Fabrication du ciment par voie sèche (la plus utilisée).
- Fabrication du ciment par voie semi-sèche (en partant de la voie sèche).

Le composé de base des ciments actuels est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃) et l'oxyde de fer (Fe₂O₃).

Le principe de la fabrication du ciment est le suivant : calcaires et argiles sont extraits des carrières, puis concassés, homogénéisés, portés à haute température (1450°C) dans un four. Le produit obtenu après refroidissement rapide est le **clinker**.

La figure suivante présente les principales méthodes de fabrication du ciment :

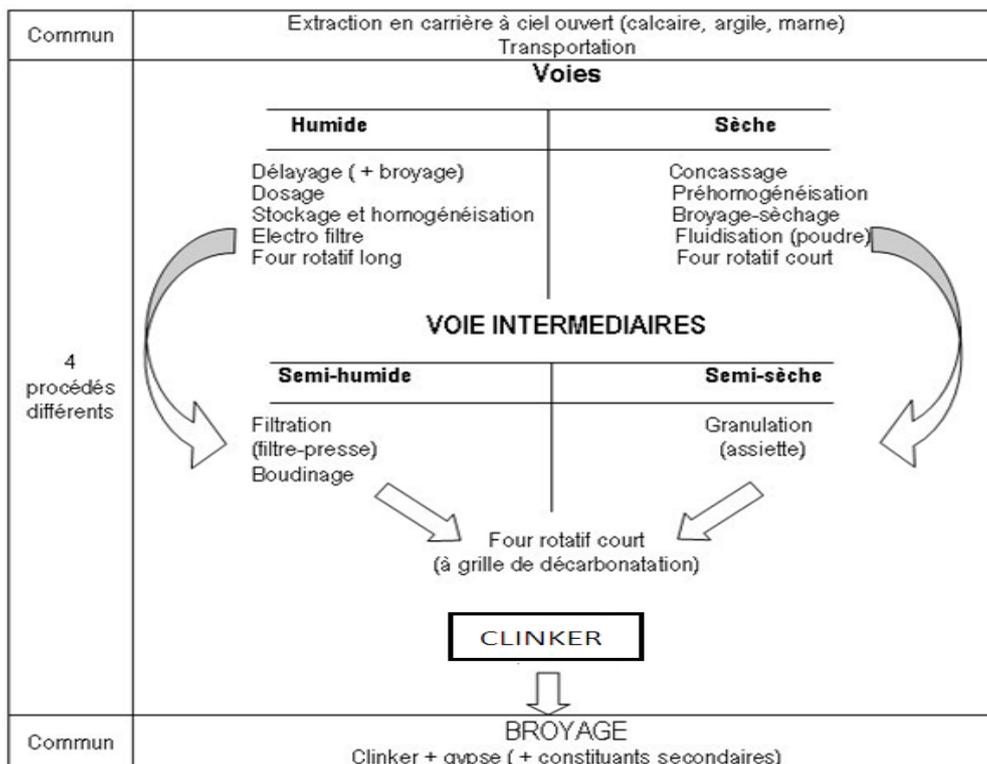


Figure II.23 : Principales méthodes de fabrication du ciment

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

Le ciment utilisé dans notre composite est un ciment portland de type **CEM II/ CPJ 42.5** conforme à la norme NEF 15-301 et fabriqué par la cimenterie d' **Hadjar Essoud**.

Le ciment se caractérise par un certain nombre de critères mesurés de façon conventionnelle, soit sur la poudre, soit sur la pâte, soit sur le « mortier normal » (mélange normalisé de ciment, de sable et d'eau défini par la norme NF EN 196-1).

II.1.2.5 Propriétés physiques

II.1.2.5.1 Masse volumique apparente

Elle a été défini dans le paragraphe **II.1.1.6.1**

II.1.2.5.2 Masse volumique absolue

Elle a été défini dans le paragraphe **II.1.1.6.2**

II.1.2.5.3 Consistance normale

Cet essai est réalisé selon la norme **NF EN 196-3**, l'appareil utilisé est le même que pour l'essai de prise sauf que l'aiguille est remplacée par une sonde, au bout du quel la distance entre l'extrémité de la sonde et le fond du moule est de 6 ± 1 mm.

II.1.2.5.4 Finesse de mouture

Elle est caractérisée par la surface spécifique des grains de ciment, exprimée en pourcentage (%), plus la finesse de mouture est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation est élevée et plus ses résistances mécaniques à jeune âge sont grandes. En outre, la finesse de mouture influe sur la plasticité et la cohésion de la pâte de ciment à l'état frais, ainsi que son pouvoir de rétention d'eau et la ressuée.

II.1.2.5.5 Résistance réelle

La résistance réelle d'un ciment est la résistance mécanique à la compression déterminée conformément à la norme **NF EN 196-1**, après 28 jours.

Le tableau II.7 présente les propriétés physiques et mécaniques du ciment.

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

Tableau II.7 : Caractéristiques physiques et mécaniques du ciment utilisé

Caractéristiques physiques et mécaniques	Unités	Valeurs
Masse volumique apparente	(kg/m ³)	1200
Masse volumique absolue	(kg/m ³)	3000
Consistance normale	(%)	29
Finesse de mouture (tamis 0,08 mm)	(%)	9,6
Résistance vraie (après 28 jours)	MPA	39.5

II.1.2.5.6 Composition chimique du ciment

La composition chimique élémentaire fournie par la cimenterie **d'Hadjar Essoud**, d'Annaba. Les pourcentages sont exprimés au tableau suivant :

Tableau II.8 : Composition chimique donnée par la cimenterie d'Hadjar Essoud

CaO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Cl ⁻	SO ₃	CaO libre
%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
63	6	27	3.5	2	0.6	0.5	0.2	2.5	1.5

II.1.3 Eau de gâchage

Provient du réseau de distribution d'eau potable de la région d'Annaba, et sa composition chimique a été effectuée au sein du laboratoire de la société d'eau et d'assainissement d'El-Tarf et d'Annaba (**SEATA**), et elle a été bien déterminée dans le paragraphe **II.1.1.3.2**.

II.1.4 Influence de fibres de diss brutes sur la prise du ciment

Le ciment est un matériau fortement alcalin (PH=12.5) et contient des groupes hydroxydes de métal, dus à l'hydratation et à l'hydroxydation des silicates, des alumines et des ferrites de calcium qui sont présents dans la matrice ciment. La prise du ciment provient de l'augmentation du volume des produits hydratés, conduisant à la diminution des distances entre les particules individuelles, jusqu'à ce que l'écoulement plastique soit réduit par la force de cohésion.

Certain nombre d'auteurs ont montré qu'il y a un retard de prise du ciment hydraté en présence des fibres végétales, ce qui a été le cas pour les fibres de diss. Ce retard de prise a été bien vérifié par les essais de prise sur des échantillons de pâte de ciment pur, en utilisant l'eau du réseau et l'eau d'ébullition du diss.

Les essais de délais de prise sont effectués selon la norme **NF P 15-431**.

Le tableau suivant présente les délais de prise d'une pâte cimentaire avec différentes eaux de gâchage :

Tableau II.9 : Essai de prise avec différentes eaux de gâchage

Echantillons	Début de prise	Fin de prise
Ciment+eau du réseau	4H, 30min	7H
Ciment +eau d'ébullition	8H	15H, 20min

D'après les résultats, on peut voir nettement le retard de prise qui nous donne le mélange (ciment+eau d'ébullition), donc le retard de prise est dû à la présence des sucres avec des grandes quantités. Et les délais de prise dans ce cas sont presque en double par rapport à l'eau du réseau.

II.2 Méthode d'élaboration et de caractérisation des composites étudiés

Dans cette partie, on va décrire les méthodes de caractérisation à l'état frais et durci de nos composites étudiés avec différentes formulations.

II.2.1 Configuration des composites étudiés

Les composites renforcés par des fibres végétales ont fait l'objet de plusieurs études effectuées ces dernières années, car ces fibres possèdent beaucoup d'avantages comparées aux fibres minérales.

Cette partie est découpée en deux étapes principales ;

- Dans la première étape, on a configuré des composites à base de fibres de diss avec différentes formulations et différents rapport **E/C** pour trouver l'optimum de chaque formulation sur la base de leurs comportements mécaniques. Trois formulations ont été utilisées avec trois différents rapports **E/C**, et un mélange témoin (pâte ciment pure) pour faire la comparaison.
- Dans la deuxième étape, et à partir des formulations optimales ainsi trouvées précédemment, on a élaboré des composites avec des fibres pré-mouillées, pour permettre aux fibres d'absorber l'eau nécessaire pour leur saturation, et en utiliser le reste pour la réaction d'hydratation avec la pâte de ciment.

Le tableau suivant résume les proportions en volume.

Tableau II.10 : Formulations des composites utilisés

Proportion en volume				
	Diss	Ciment	E/C	Formulation
Composites	4	1	0.6, 0.7, 0.8	4 :1 :0.6 4 :1 :0.7 4 :1 :0.8
	5	1	0.7, 0.8, 0.9	5 :1 :0.7 5 :1 :0.8 5 :1 :0.9
	6	1	0.8, 0.9, 1.0	6 :1 :0.8 6 :1 :0.9 6 :1 :1.0
Témoin	/	1	0.29	0 :1 :0.29

II.2.2 Caractérisation du composite à l'état frais

II.2.2.1 Maniabilité du composite de Diss

Essai de maniabilité est effectué selon la norme **NF P18-452, EN 413/2**

L'essai consiste à utiliser un maniabilimètre (figure II.20). Il consiste en un boîtier parallélépipédique métallique (60x30x30) cm³, posé sur des supports en caoutchouc, équipé d'un vibreur et muni d'une cloison amovible. Un malaxeur normalisé est également requis pour la réalisation du composite. Le composite est introduit dans la partie la plus grande délimitée par la cloison et mis en place par piquage en 2 couches. 4 minutes après la fin du malaxage, la cloison est retirée, provoquant la mise en route du vibreur et le déclenchement d'un chronomètre par l'opérateur. Sous l'effet de la vibration le composite s'écoule. Le chronomètre est arrêté quand le composite atteint un trait repère sur la paroi opposée du boîtier.



Figure II.24 : Essai de maniabilité du composite de diss (IUT d'Amiens, France)

Tableau II.11 : Temps d'écoulement des composites avec différentes formulations

Composite	Temps (S)
4 :1 :0.7	26s
5 :1 :0.8	27s
6 :1 :0.9	30s

II.2.2.2 Essai de prise du composite de Diss

Les essais de délais de prise sont effectués selon la norme **NF P 15-431**.

L'appareil utilisé est toujours l'appareil de Vicat, mais surchargé par une masse additionnelle de 700g. La procédure d'essai est ; l'aiguille cesse de s'enfoncer sous l'effet de ce chargement à une distance (d=2.5 mm) du fond du moule c'est le début de prise, et la fin de prise lorsque l'aiguille ne pénètre plus dans la pâte (figure II.25).

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

Tableau II.12 : Délais de prise du composite de diss (IUT d'Amiens, France)

Composite	Début de prise	Fin de prise
Ciment+fibres de diss	4H, 10min	7H, 30min

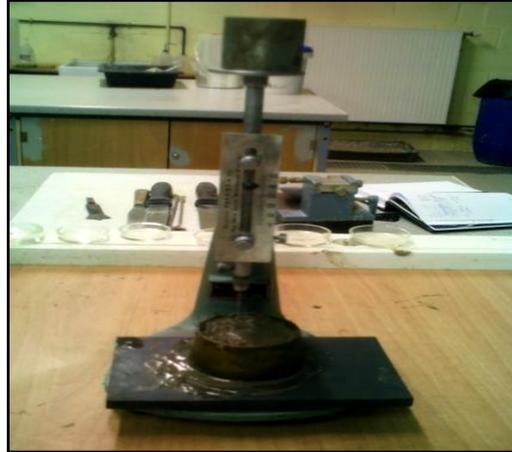


Figure II.25 : Essai de prise d'un composite cimentaire à base de fibres de diss

II.2.3 Confection des éprouvettes et conservation

Afin d'élaborer des composites à base de fibres de diss, on a passé par les étapes suivantes :

1 ^{ère} Etape	2 ^{ème} Etape	3 ^{ème} Etape
Préparations des matériaux (fibres, ciment et eau)	Elaboration des composites étudiés et préparation des moules	La mise en place du composite (table à chocs)
		
		

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

Après l'homogénéisation du matériau frais, celui-ci est mis en place dans des moules de dimensions $(40 \times 40 \times 160)$ mm³. Pour chaque essai, trois échantillons ont été préparés et conservés après démoulage en salle de conservation à température et hygrométrie contrôlées ($20 \pm 2^\circ\text{C}$, HR=98%), pendant 28 jours. Avant les essais, les échantillons ont été séchés dans une étuve à $50 \pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'à une masse constante.

II.2.4 Caractérisation mécanique des composites obtenus

II.2.4.1 Résistances Mécaniques

Les essais de flexion et de compression permettent de définir les propriétés mécaniques des matériaux. Les essais ont été effectués à l'aide d'une machine de type **Zwick/Roell 20 KN** (figure II.26).



Figure II.26 : Machine de traction Zwick/Roell 20 KN

➤ Description de la machine Zwick/Roell 20KN :

Les systèmes d'essai **ZWICK** sont des systèmes universels. Ils sont conçus pour les demandes d'essais effectuées d'après normes nationales et internationales, de même que pour un grand nombre de problèmes d'essais.

Une accessorisation très large permet les applications les plus variées. Les machines sont équipées de composants de sécurité, électroniques et mécaniques. Ces sécurités sont doublées par le logiciel qui assure une protection maximale de l'utilisateur, des éprouvettes, et des données.

Les essais de traction par flexion sont réalisés à l'aide d'un banc de trois points, équipés d'un système d'acquisition, sur des éprouvettes prismatiques $(40 \times 40 \times 160)$ mm³ (figure II.27)

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

Les essais de compression sont réalisés sur la moitié des éprouvettes testées en flexion (figure II.28), et les résistances ont été déterminées suivant la norme ASTM D 695.



Figure II.27 : Essai de traction par flexion



Figure II.28 : Essai de compression

II.2.4.2 Microstructure des composites

Les images microscopiques des composites à base de fibres de diss ont été pris à l'aide d'un microscope optique, et les images concernant les fibres de diss ont été pris à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB).

Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter et caractériser les différents matériaux utilisés dans cette recherche, à savoir les fibres de diss, et le ciment, et le composite issu de ces matériaux.

L'analyse chimique et lignocellulosique des fibres de diss permet de déterminer les différents composés renfermés dans ces fibres, qui sont responsables des liaisons entre les fibres et la pâte de ciment, qui peuvent être favorables comme la cellulose et le lignine qui sont responsables de leur résistance à la traction, et les sucres qui sont défavorables à leur liaison avec la pâte de ciment, qui sont responsables du retard de prise, et du fait de la perte de résistance.

La quantité de cellulose est déterminée en utilisant la méthode gravimétrique, aussi appelée la « méthode Weende », et l'une des plus ancienne technique pour le dosage des matières insolubles "cellulosiques" mis au point par l'institut agronomique de Weende. Selon la norme ISO-AFNOR (NF V 03-040, 1977), les matériaux dits (cellulosiques insolubles) correspondent aux substances perdues lors de l'incinération de matières acides et alcalines par attaques successives. L'analyse de l'hydrolysats lipidique est effectuée avec la méthode de chromatographie sur couche mince **CCM**, appelé le procédé de criblage.

Les fibres de diss utilisées renferment une quantité très importante de cellulose qui assure à nos composites des meilleures performances mécaniques, et en revanche un taux de sucres

Chapitre II : Matériaux utilisés et Méthodes expérimentales

assez important plus de 30%, est un problème à partir du moment où le diss, combiné avec un matériau cimentaire cause un retard de prise, et de perte de résistance. Pour cela on a effectué différents types de traitements pour modifier la surface de fibres et augmenter les résistances mécaniques des composites obtenus.

L'analyse minéralogique effectuée montre que les fibres de diss sont riches en silice qui confère à cette plante une très grande résistance à la traction.

Le ciment utilisé est un ciment CPJ 42.5 d'Hadjar Essoud avec des caractéristiques physiques et mécaniques acceptables et conforme aux normes.

CHAPITRE III
Résultats Expérimentaux et Discussions

Sommaire

Introduction.....	90
III.1 Caractérisation des composites étudiés avec différents volumes de fibres et différents rapports E/C.....	90
III.1.1 Masse volumique	90
III.1.2 Résistances mécaniques	91
III.2 Comportement des composites en flexion.....	92
III.3 Comportement des composites en compression.....	95
III.4 Influence de volume de fibres sur les résistances mécaniques des composites.....	96
III.5 Influence de volume de fibres sur la masse volumique des composites.....	97
III.6 Comportement général des composites renforcés par les fibres.....	98
III.7 Etude des performances mécaniques des composites à base de fibres de diss pré-mouillés	99
III.8 Influence de la microstructure des fibres de diss sur le comportement mécanique et hydrique des composites.....	100
III.8.1 Microstructure des fibres de diss.....	100
III.8.2 Effet du traitement thermique et par huile de lin sur la morphologie des fibres de diss.....	102
III.8.3 Effet du traitement sur les résistances mécaniques.....	104
III.8.3.1 Effet de traitement par ébullition et huile de lin	104
III.8.3.2 Effet de traitement alcalin	104
III.9 Analyse microstructurale des composites obtenus.....	107
Conclusion	107

Introduction

Dans ce chapitre, et à l'issue des essais préliminaires élaborés sur les composites à base de fibres de diss à matrice cimentaire, nous avons fait varier le pourcentage volumétrique de ces fibres introduites, et en déterminer le rapport (E/C) optimum sur la base des caractéristiques mécaniques (résistance à la flexion et à la compression).

Notre intérêt porte essentiellement sur l'influence des pourcentages de fibres sur les résistances mécaniques des formulations optimales au cours du chargement, et l'application de nouveaux traitements aux composites dans le souci d'améliorer leurs comportements.

III.1 Caractérisation des composites étudiés avec différents volumes de fibres et différents rapports E/C

III.1.1 Masse volumique

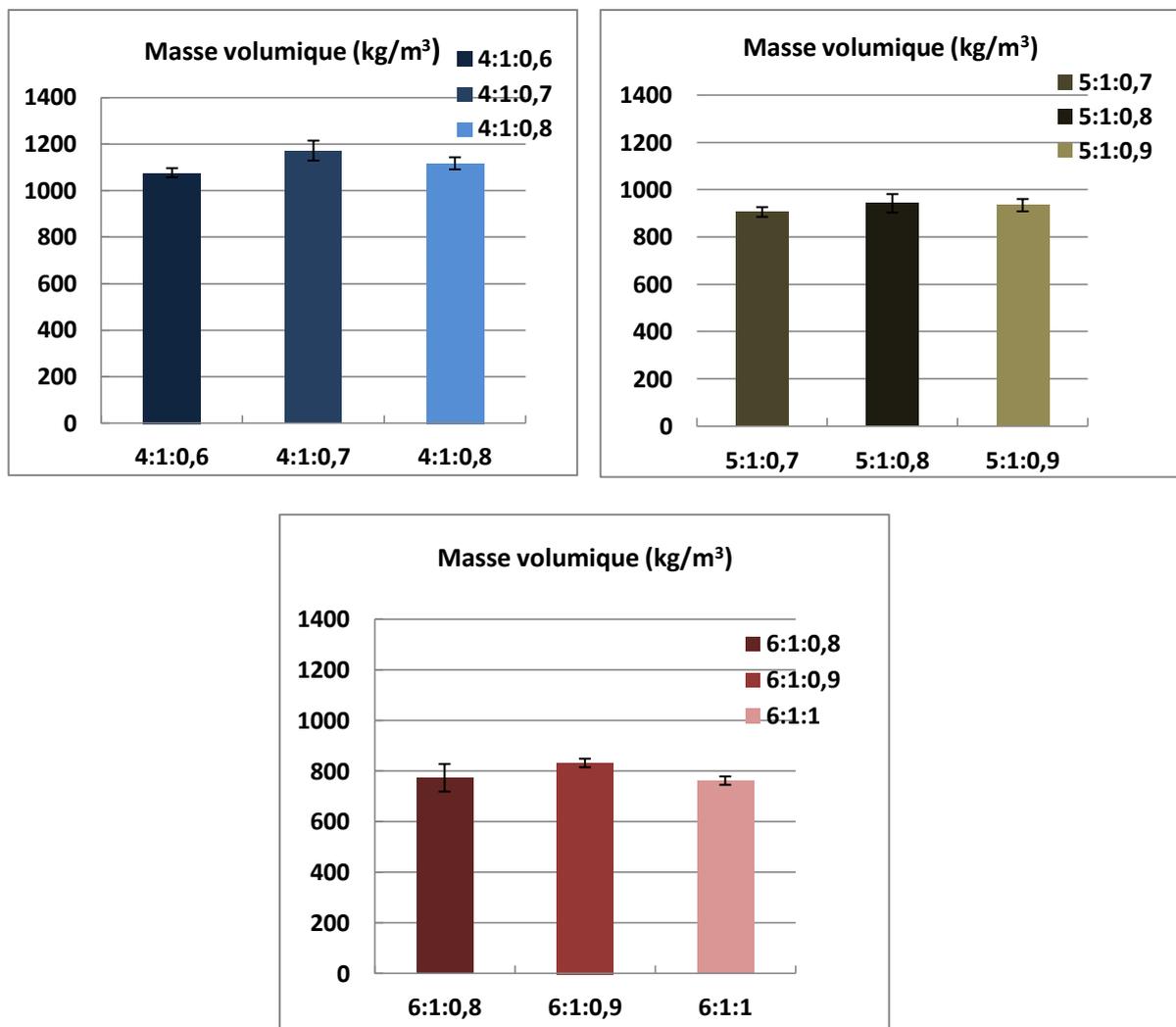
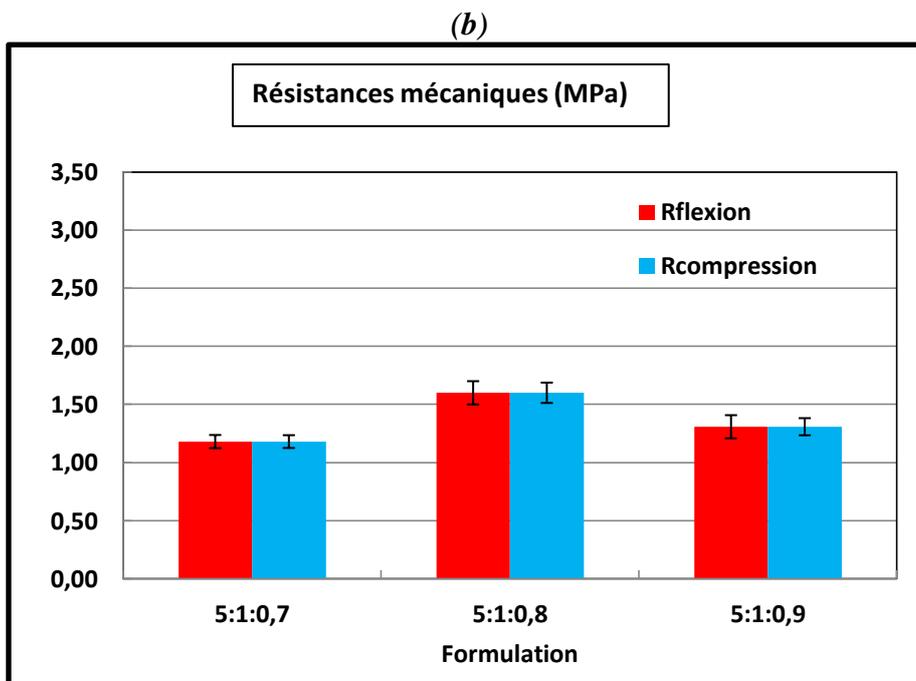
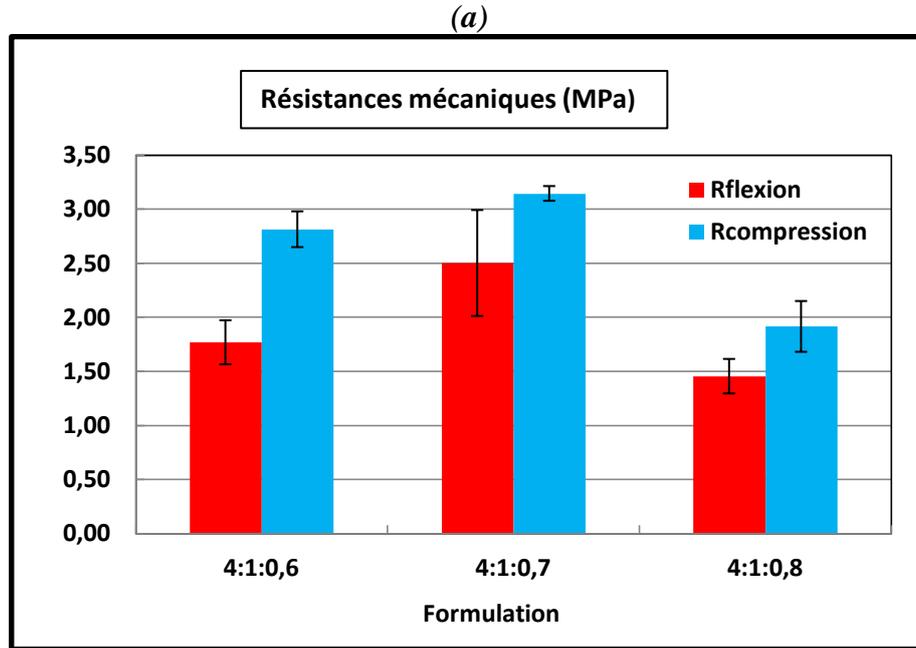


Figure III.1 : Masse volumique des composites avec différents volumes de fibres et différents rapports E/C

Chapitre III : Résultats Expérimentaux et Discussions

Les résultats obtenus à la figure III.1 montre que les masses volumiques des composites diminuent plus le volume des fibres augmente, et pour chaque formulation la plus grande masse volumique correspondait bien à l'optimum E/C sur la base des résistances mécaniques.

III.1.2 Résistances mécaniques



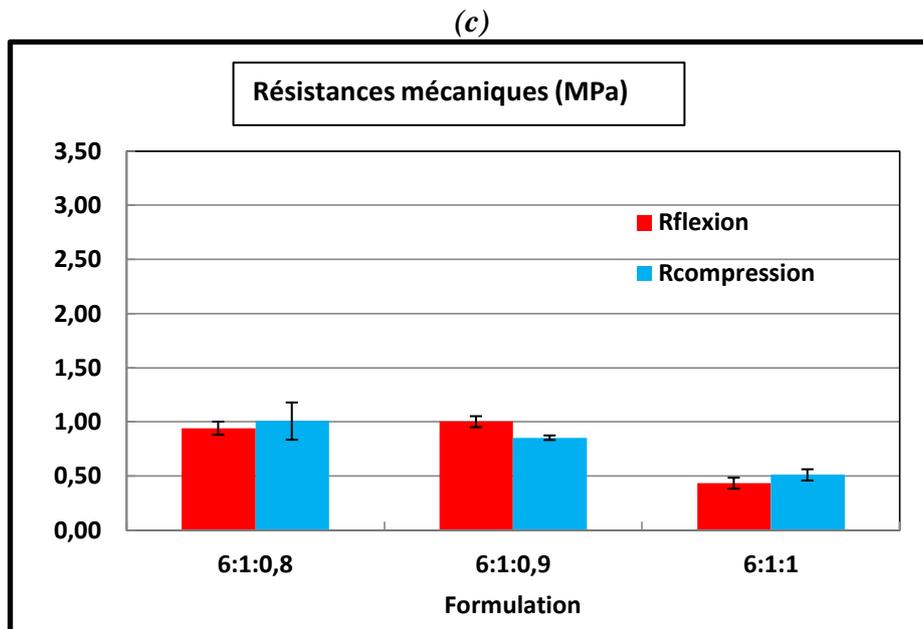


Figure III.2 : Résistances mécaniques des composites en fonction du rapport E/C : (a) avec 4 volumes de fibres, (b) avec 5 volumes de fibre et (c) avec 6 volumes de fibres

Le tableau suivant regroupe les résultats obtenus ;

Tableau III.1 : Rapports optimums E/C de différentes formulations

Formulations	Rapports optimums
4 volumes de fibres (Diss/Ciment)	E/C=0.7
5 volumes de fibres (Diss/Ciment)	E/C=0.8
6 volumes de fibres (Diss/Ciment)	E/C=0.9

D'après les résultats de la figure III.2, on peut conclure que les rapports (**E/C=0.7**, **E/C=0.8** et **E/C=0.9**) sont les rapports optimums pour les formulations 4, 5 et 6 volumes de fibres par rapport au liant respectivement. Ces mêmes rapports de E/C ont également présenté des maniabilités conformes aux normes.

On peut dire que ces rapports sont les rapports qui assurent une bonne maniabilité des composites ainsi que les performances mécaniques.

III.2 Comportement des composites en flexion

Les courbes contraintes-déformations des composites à base de fibres de diss à matrice cimentaire sont reportés sur la figure III.3, et correspondent respectivement aux formulations optimales 4 :1 :0.7, 5 :1 :0.8 et 6 :1 :0.9.

Chapitre III : Résultats Expérimentaux et Discussions

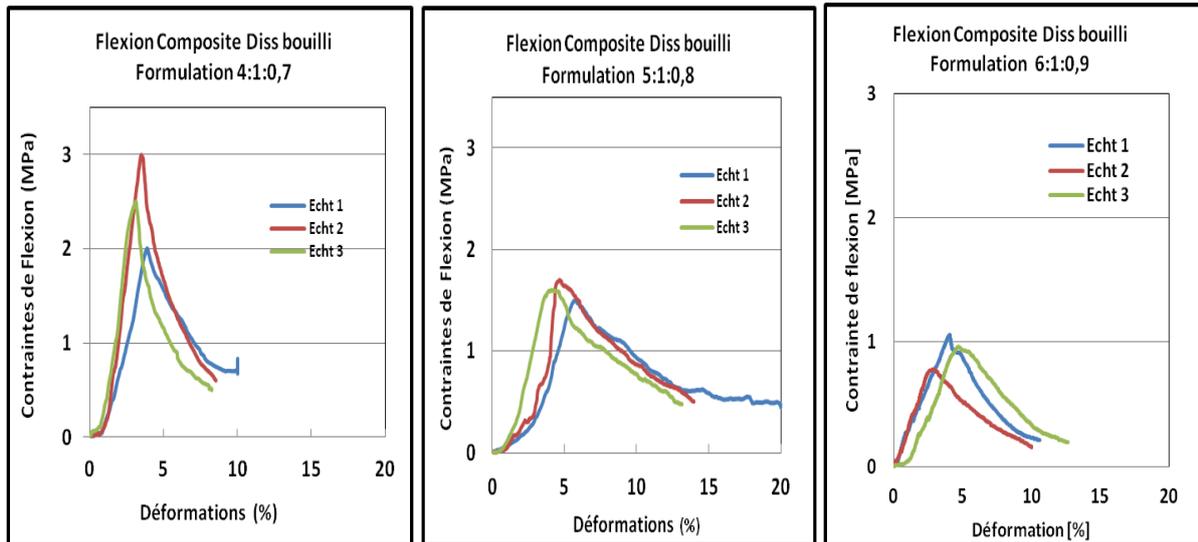


Figure III.3 : Courbes contraintes-déformations des différentes formulations en flexion trois points

On pourra tirer de ces courbes mises à la même échelle, que les fibres offrent au composite une ductilité importante qui peut atteindre pour les formulations à 4 et 5 volumes de diss en moyenne 15% si on n'a pas arrêté l'essai à 10% lors du contrôle des déformations, et environ de 10% pour les composites à 6 volumes de diss. On constate que la résistance à la flexion et la masse volumique diminuent plus on augmente la quantité de fibres, (figure III.4).

Les déformations à la rupture sont de l'ordre de 3% pour le composite 4 :1 :0.7 et de l'ordre de 5% pour les deux autres composites.

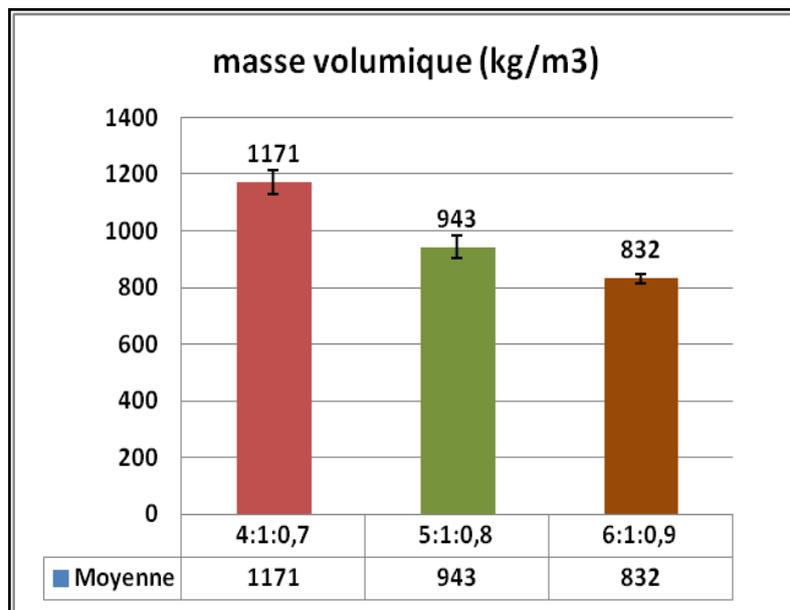


Figure III.4 : Masse volumique des composites avec différents volumes

Chapitre III : Résultats Expérimentaux et Discussions

Le rapport E/C optimal pour les différentes formulations est assez logique, il est plus important, plus on augmente le pourcentage de fibres, ceci est lié au taux d'absorption d'eau des fibres de diss qui avoisine les 90%.

En comparant les composites à fibres de diss à la pâte de ciment qui en forme la matrice du composite, on constate que la matrice présente une contrainte beaucoup plus importante que le composite, mais une très faible ductilité, ce qui rend le matériau fragile (figure III.5).

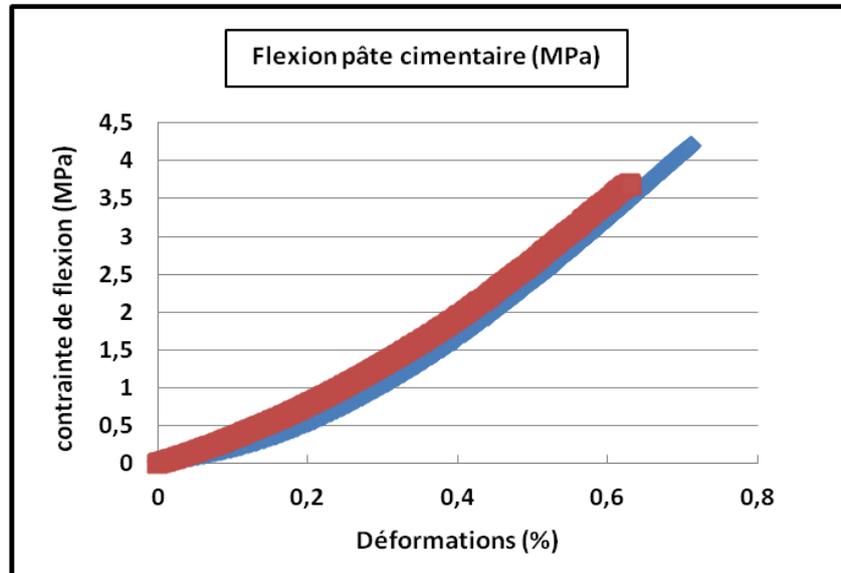


Figure III.5 : Courbes contraintes-déformations de la pâte de ciment en flexion trois points

L'évolution du comportement des composites en flexion trois points (figure III.3) par rapport à celui de la pâte pure (figure III.5), montre que les fibres de diss jouent le rôle de renfort pour la matrice en lui offrant une ductilité intéressante. Ce type de composite pourra être intéressant en tant que remplissage pour les structures soumises aux actions sismiques.

Les photos des composites après essais de flexion et représentés sur la figure III.6, et ce pour les trois différents rapports de fibres de diss sur le ciment.

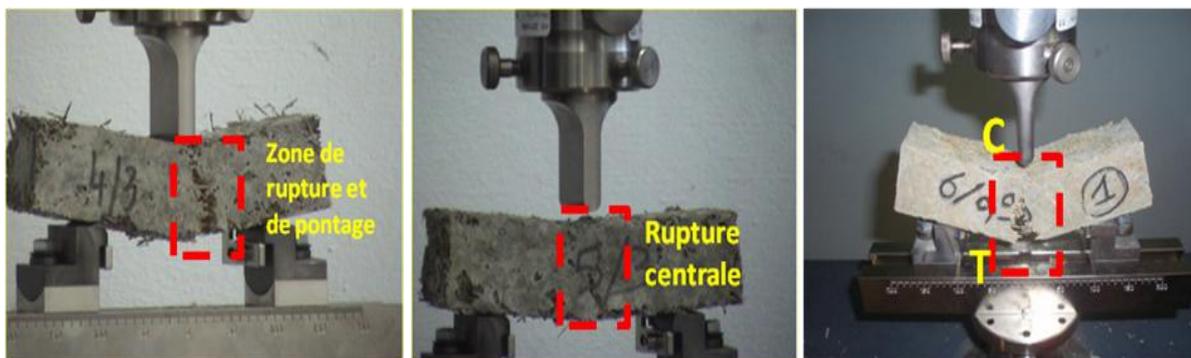


Figure III.6 : Mode de rupture en flexion des composites avec différents volumes

III.3 Comportement des composites en compression

La résistance à la compression est aussi une caractéristique importante dans le comportement des matériaux de construction, elle est surtout liée aux différents éléments constituant le matériau ou le composite.

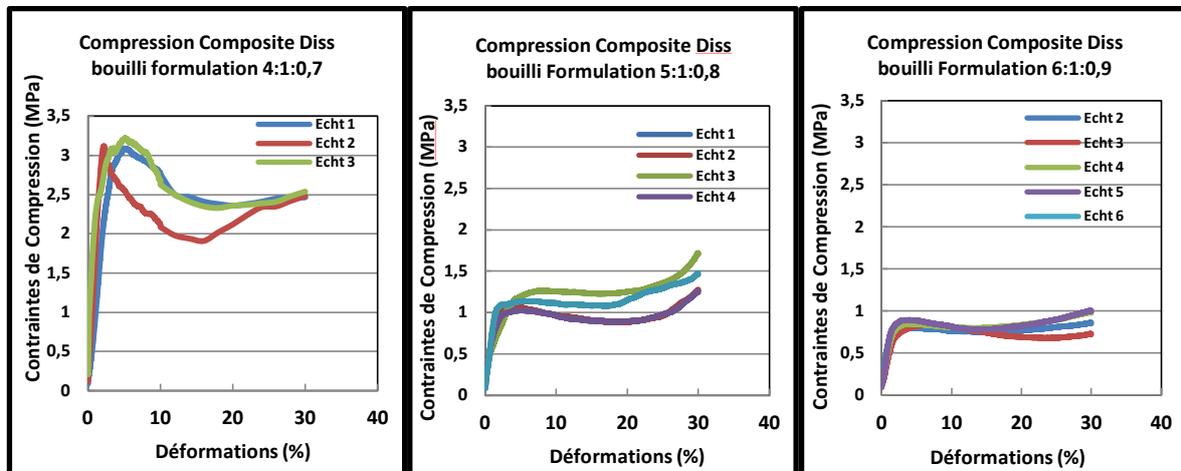


Figure III.7 : Courbes contraintes-déformations des différentes formulations en Compression simple

En reportant les valeurs des contraintes et des déformations sur la même échelle, on constate que plus le pourcentage de fibres augmente plus la résistance diminue, elle passe de 3.14 MPa pour les composites à rapport de diss/ciment égal à 4.0, puis descendre à 1.09 MPa pour le rapport diss/ciment égal à 5.0 et atteindre la contrainte de 0.85 MPa pour le rapport diss/ciment égal à 6.0, et la déformation à la rupture est de l'ordre de 3.5% pour les trois différentes formulations.



Figure III.8 : Essai de compression sur des composites avec différents volumes

On constate que pour toutes les formulations, le comportement des composites est ductile, et aussi une augmentation de la charge à partir de 20% de déformations, qui peut s'expliquer par la diminution des vides du composite, et la charge pourra certainement augmenter si on n'a pas interrompu l'essai à 30% de déformation, valeur qui a été imposée à la presse avant l'essai.

On distingue également qu'il y a une bonne corrélation entre les résistances à la flexion et à la compression pour toutes les formulations.

III.4 Influence de volume des fibres sur les résistances mécaniques des composites

Les propriétés mécaniques dans un composite dépendent principalement de la teneur en fibres et leur orientation ainsi que la teneur en eau, et aussi de l'interaction fibre/matrice en terme adhésion. Le transfert d'efforts entre la fibre et la matrice a en lieu au niveau de leur interface et joue un rôle essentiel dans le comportement du composite. Cet effet est amplifié par la répartition aléatoire des fibres dans le composite.

D'après les recherches de Brandt, l'adhésion inter-faciale est une combinaison de trois phénomènes agissant simultanément à des degrés différents [BRA95] ;

- ✓ Interpénétration mécanique entre la pâte de ciment et la surface des fibres
- ✓ Adhésion physique
- ✓ Adhésion chimique

Donc, il est important de s'intéresser à l'interaction fibre/matrice et étudier l'influence de la teneur en fibres du composite sur les performances mécaniques.

Pour cela on a étudié trois différents volumes de fibres et rapports (**E/C**).

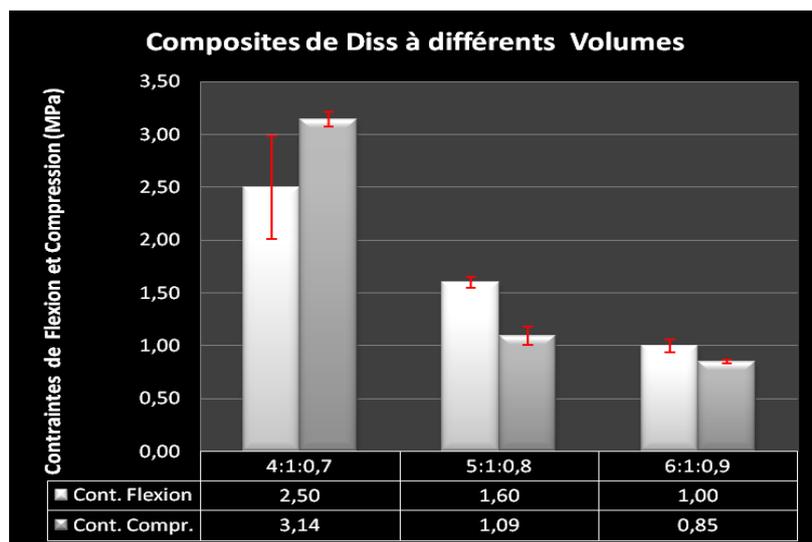


Figure III.9 : Résistances mécaniques des composites avec différents volumes de fibres

D'après une analyse des résultats, on a constaté que la formulation (**4 : 1 : 0.7**) présente les meilleures performances mécaniques par rapport aux deux autres formulations et les résistances mécaniques chutent avec l'augmentation de volume des fibres, et ceci est expliqué par certains auteurs (Langlet et al [LAN07]) que l'augmentation de volume de fibres dans la pâte cimentaire retarde d'une façon remarquable la prise du ciment, et ce retard est dû d'après les recherches de Sedan [SED07] à la diminution de la concentration en ions de calcium

d'une part, et l'élévation de la concentration en ions silicium, aluminium et les ions de fer d'autre part, (figure III.10).

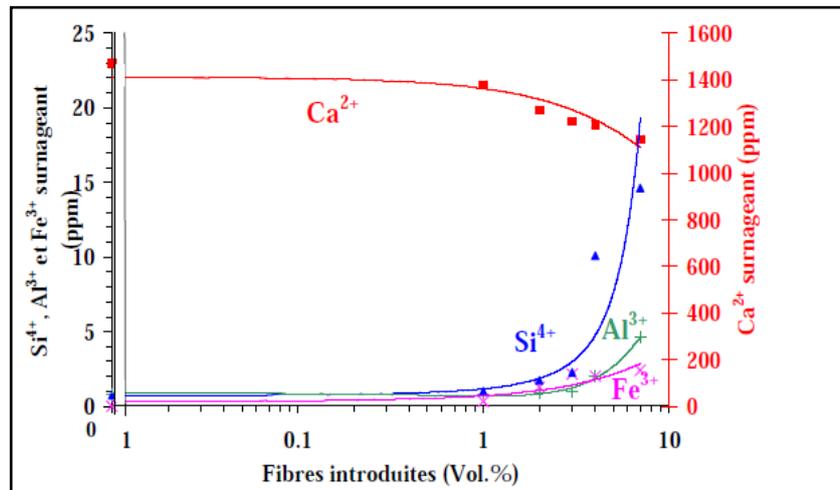


Figure III.10 : Evolution de la concentration en ions Ca^{2+} , Si^{4+} , Al^{3+} et Fe^{3+} en fonction de volume de fibres[SED07]

Outre, il a observé aussi une chute du rapport (CaO/SiO_2) avec l'augmentation de volume de fibres. On a enregistré aussi une diminution de la maniabilité de la pâte avec l'augmentation de volume de fibres, et ceci est dû d'après Agrawal et al [AGA95] à une augmentation de l'absorption d'eau par les fibres.

III.5 Influence de volume des fibres sur la masse volumique des composites

La figure III.11 montre les valeurs des masses volumiques pour les différentes formulations et la pâte de ciment témoin.

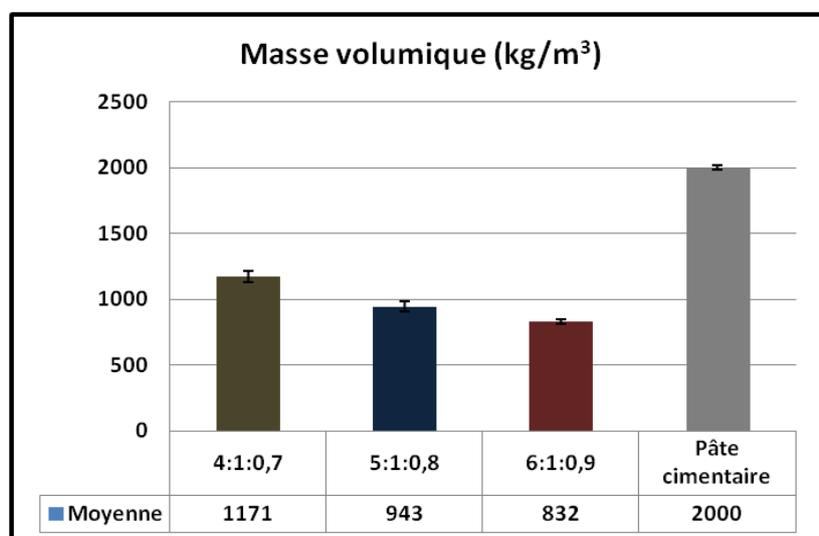


Figure III.11 : Masse volumique des composites avec différents volumes de fibres comparée par la masse volumique de la pâte cimentaire

On constate de la figure III.11 que pour la formulation (4 : 1 : 0.7) la masse volumique moyenne est de l'ordre de 1171 kg/m^3 , pour la formulation (5 : 1 : 0.8) la masse volumique est de l'ordre de 943 kg/m^3 et pour la formulation (6 : 1 : 0.9) la masse volumique est de l'ordre de 832 kg/m^3 . Tandis que la matrice seule, la moyenne de la masse volumique est d'environ 2000 kg/m^3 , donc on peut dire que les composites deviennent plus légers avec l'augmentation de volume des fibres. De ces constatations, on peut conclure que la teneur en fibres influe sur la masse volumique des composites.

III.6 Comportement général des composites renforcés par les fibres

D'après un essai de flexion d'un composite et d'une éprouvette de ciment pure, deux types de comportements ont été observés ;

Le premier (1), correspond à une éprouvette de ciment pure qui présente un comportement linéaire fragile avant rupture, et le second (2), relatif au ciment renforcé conserve son intégrité même au delà de la charge maximale, et continue à supporter une charge significative dans la partie post-pic, qui caractérise la ductilité des composites fibrés (figure III.12).

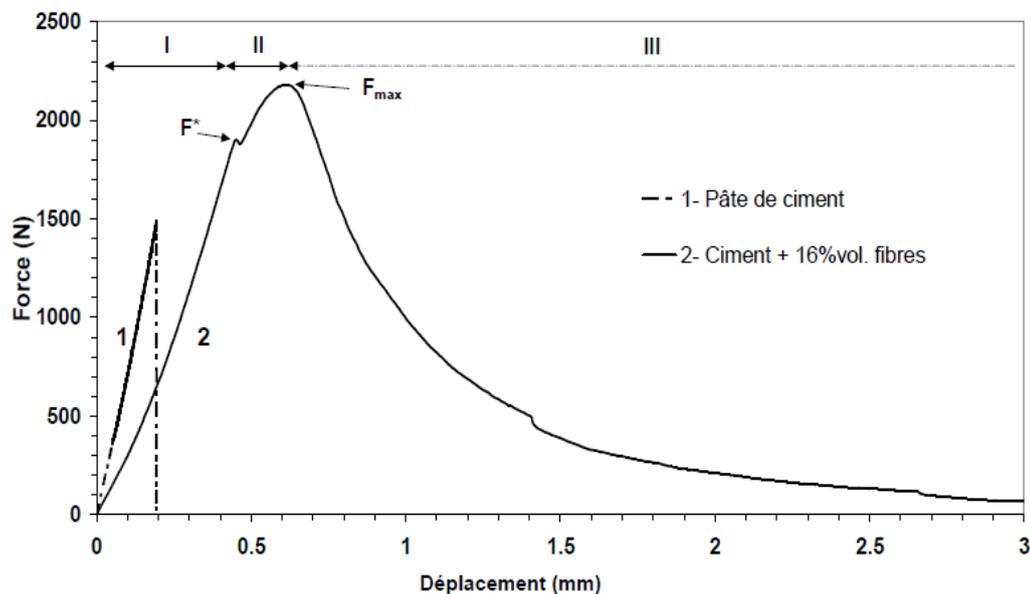


Figure III.12 : Courbes du comportement typique d'un échantillon de ciment pur (1), et d'un composite ciment/fibres (2) en flexion trois points [SED07]

Sedan [SED07] distingue trois phases dans le comportement du composite fibré :

- ✓ Phase I : comportement quasi-linéaire proche de celui de la pâte de ciment seule, dans cette phase les efforts sont majoritairement repris par la matrice ;
- ✓ Phase II : à partir de F^* apparition de la première fissure de la matrice, puis reprise de la charge par les fibres, qui d'après Sedan, limitent la propagation de la fissure par un effet de pontage ;

- ✓ Phase **III** : au-delà de F_{max} on remarque une diminution de la charge contrairement à la pâte de ciment seule qui casse brutalement. L'auteur associe cette phase à une rupture progressive des interfaces fibres/matrice suivie d'un déchaussement des fibres.

Donc, on peut dire que les fibres influent sur le comportement des composites, et font le passage d'un comportement fragile à un comportement ductile.

III.7 Etude des performances mécaniques des composites à base de fibres de diss pré-mouillés

L'incorporation de fibres végétales à une matrice conduit à une diminution de sa maniabilité, et cette diminution est due principalement à la teneur en eau.

Les fibres de diss comme toutes les fibres présentent un pourcentage d'absorption d'eau très élevé (90%) qui, en partie est responsable du retard de prise de la matrice, pour cela on a fait un pré-mouillage des fibres de diss afin d'augmenter les performances mécaniques des composites obtenus.

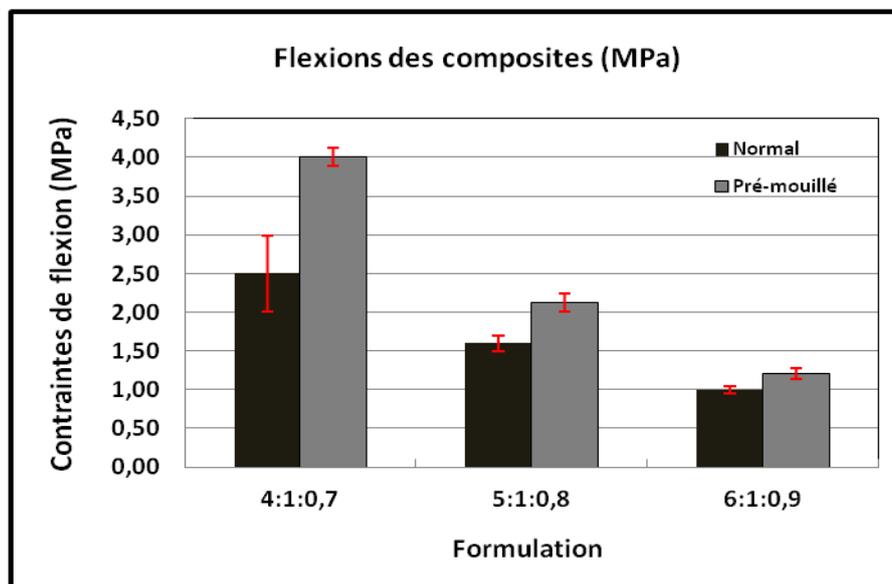


Figure III.13 : Comparaison des résistances à la flexion des composites avec des fibres de diss bouillies et bouillies pré-mouillées

Les résultats obtenus montrent que les performances mécaniques des composites avec des fibres de diss bouillies pré-mouillées jusqu'à leur saturation sont meilleures que les composites avec des fibres de diss bouillies préalablement séchées et placées directement avec la pâte de ciment, ceci est dû au fait que les fibres pré-mouillées absorbent l'eau nécessaire pour leur saturation avant l'incorporation du ciment, et l'eau ajoutée permettra au ciment de s'hydrater convenablement.

III.8 Influence de la microstructure des fibres de diss sur le comportement mécanique et hydrique des composites

Les composites à base de fibres de diss ont tous présenté des comportements ductiles aussi bien en flexion qu'en compression, dû essentiellement à la morphologie des fibres de diss.

III.8.1 Microstructure des fibres de diss

Le Diss est une espèce végétale sauvage qui se trouve en abondance sur les rives de la Méditerranée. Cette plante fibreuse peut fournir des matériaux de ciment avec renforcement des propriétés similaires au béton renforcé de l'acier classique ou de polypropylène. En outre, la fibre brute de diss a une surface extérieure recouverte d'épines qui améliorent l'adhérence une fois mélangée avec le liant. L'adhésion est une propriété très recherchée en ce qui concerne les fibres de renfort.

La surface extérieure de la fibre de Diss brute présente des épines d'une taille d'environ 100 μm soit 5 fois plus grande que celles de la surface intérieure (Sellami et al [SEL13]). La morphologie de ces épines est par ailleurs la même mais si leur répartition est beaucoup moins dense (figure III.14).

La surface des épines n'est pas homogène et recouverte d'une substance dont la texture ressemble à la cire naturelle. La surface entre les épines affiche des stries visibles de façon homogène avec de fines aiguilles enchevêtrées (Sellami et al [SEL13]).

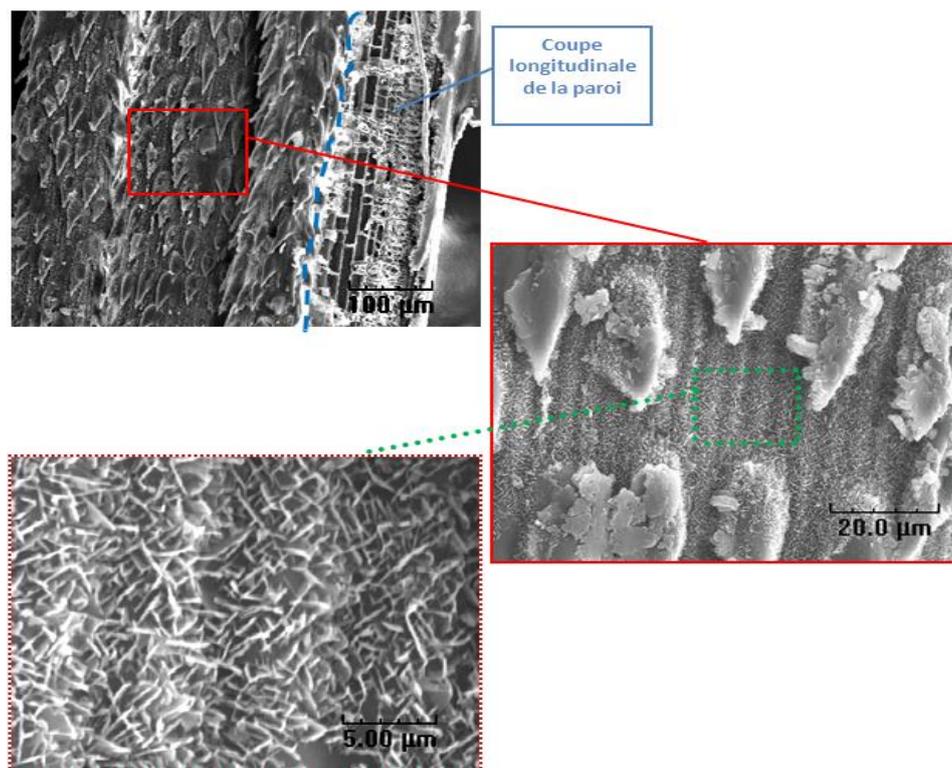


Figure III.14 : Observation au MEB de la structure externe de la fibre de diss brute à différentes échelle

Chapitre III : Résultats Expérimentaux et Discussions

De plus, l'examen au MEB (figure III.15) montre que la surface intérieure de la fibre de diss est recouverte d'épines de 20 μm de long avec un diamètre à la base de 10 μm . Ces épines sont uniformément espacées tous les 10 μm et distribuées sur toute la surface des fibres de façon homogène.

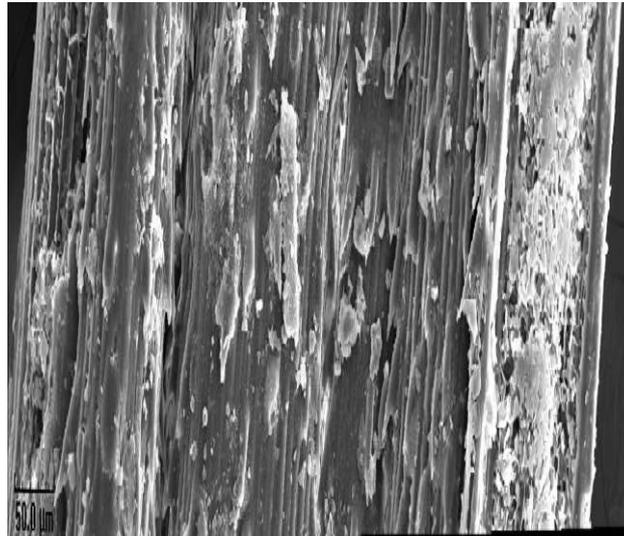


Figure III.15 : Observation au MEB de la structure interne d'une fibre de diss brute

Une structure tubulaire-caverneuse mixte est observé à l'intérieur de la profondeur de la paroi de la fibre. La plupart des cavités sont fermées, cependant, et ne portent pas la sève (figure III.16). Cette structure cellulaire présente des avantages et des inconvénients. Sa légèreté offre aux matériaux de construction un excellent isolant thermique. Pourtant, il a un très fort taux d'absorption d'eau, ce qui rend la gestion de l'eau au cours de la phase d'hydratation du liant compliquée.

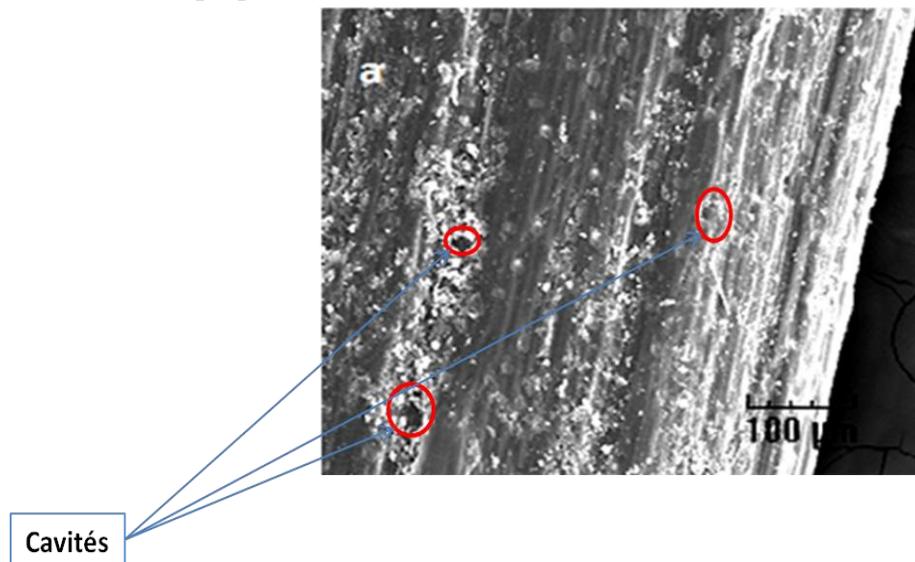


Figure III.16 : Observation au MEB de la fibre à l'intérieur (vision des cavités)

III.8.2 Effet du traitement thermique et par huile de lin sur la morphologie des fibres de diss

Merzoud [MER07] a montré que l'ajout de fibres végétales dans une matrice minérale (milieu alcalin) donne lieu à divers problèmes liés à la faible réactivité du liant, notamment le ciment. En effet, la présence de substances inhibitrices dans les produits végétaux provoque une inhibition de la réaction d'hydratation du ciment, caractérisée par un retard dans la prise et le durcissement des matériaux. Le retard de prise observé serait lié à la présence de sucres libres issus des fibres végétales ainsi qu'aux oligosaccharides produits par la dégradation de l'hémicellulose en milieu alcalin. Par ailleurs, ces phénomènes sont également responsables de la dégradation observée, à long terme, des matériaux à base de produits végétaux. Cependant, la viabilité de l'utilisation des matériaux lignocellulosiques dans une matrice minérale, dépend du traitement approprié qui peut être utilisé pour prévenir les composants qui entravent les propriétés des matériaux.

Afin de contourner le problème de l'incompatibilité du composite Diss/Ciment, différents traitements d'extraction des sucres sont appliqués sur les fibres de diss. Le premier traitement consiste en un traitement thermique pour extraire la matière soluble dans l'eau contenue dans les fibres. Le second traitement consiste à enrober les fibres avec l'huile de lin à empêcher la vitesse d'absorption et d'empêcher le contact entre le liant et les sucres solubles dans l'eau.

Le traitement thermique consiste à bouillir les fibres de diss dans l'eau pendant quatre heures, puis laver et rincer pour enlever toutes les traces des composants hydrosolubles renfermés dans les fibres. Le traitement à l'huile de lin consiste à mélanger le diss préalablement bouilli et séché à l'huile de lin. Le mélange est ensuite placé dans l'étuve à 50°C pour s'assurer que toutes les fibres sont couvertes de façon homogène avec de l'huile et d'ajouter des fibres dans le cas de l'existence de l'huile en excès à l'intérieur du bac. Les proportions sont déterminées une fois l'absorption d'huile est nulle. Le rapport en poids Diss/Huile est à peu près **1,28**.

Comme pour les fibres qui ont juste été bouillies, il semble que certains composés hydrosolubles présents en surface des épines et des zones interstitielles aient disparus. En revanche, il est visible que la morphologie des épines a quelque peu évolué. Elles sont désormais plus minces et allongées. Par ailleurs, des produits de dégradation d'une taille allant de 1 à 10µm sont également visibles (figure III.17).

L'extérieur de la fibre bouillie puis lavée est identique à celle uniquement bouillie mais présente un certain nombre de dépôts en surface (figure III.17).

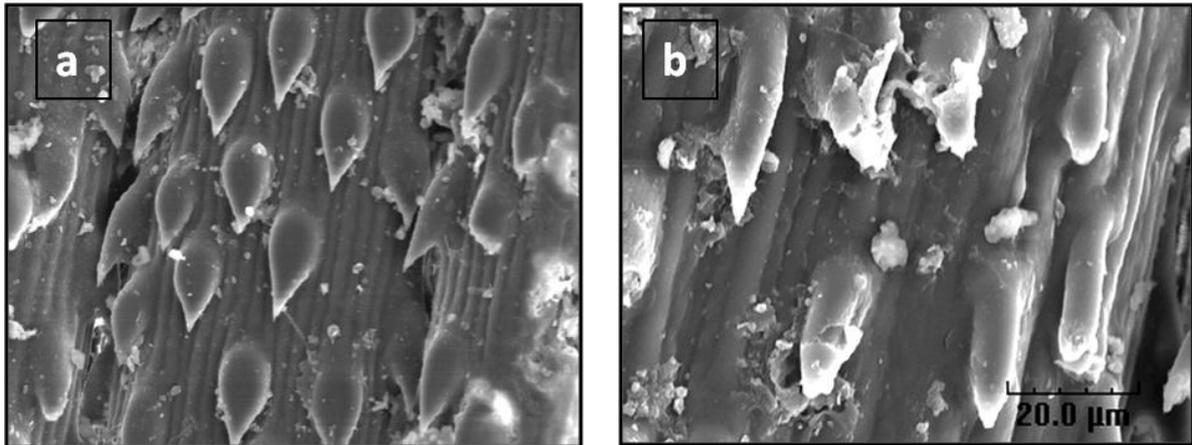


Figure III.17 : Observation au MEB d'une fibre de diss (a) bouillie lavée (b) bouillie non lavée

L'observation au MEB permet aussi de constater que le traitement à l'eau bouillante n'élimine pas les épines à la surface de la fibre.

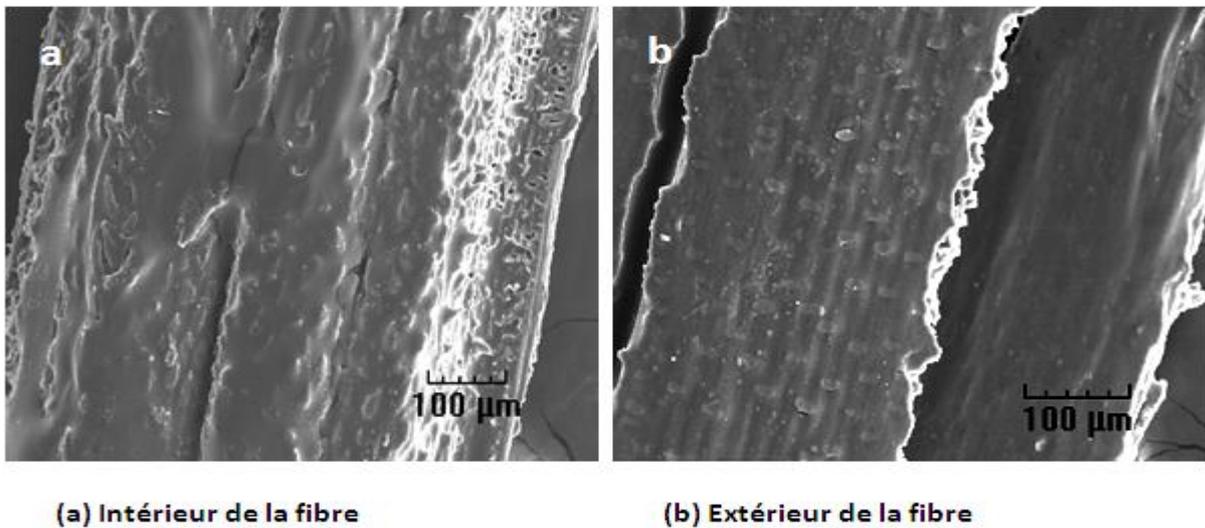


Figure III.18 : Observation au MEB des fibres saturées d'huile de lin

On constate à partir de la figure III.18, que l'huile de lin recouvre totalement la fibre quelque soit son relief, et ne gêne pas les fibres, c'est-à-dire que les épines sont toujours visibles en surface, et que les alvéoles sont complètement obstruées, ce qui rend la fibre étanche.

III.8.3 Effet du traitement sur les performances mécaniques

III.8.3.1 Effet du traitement par ébullition et huile de lin

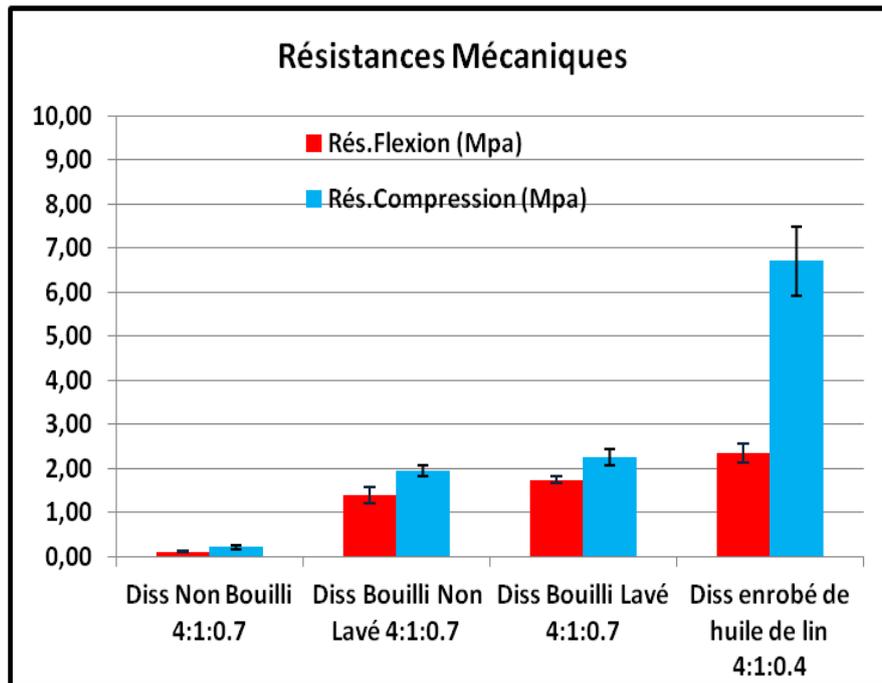


Figure III.19 : Résistances mécaniques des composites avec différents traitements de fibres

Merzoud [MER07] a montré que l'utilisation du diss non bouilli dans des composites cimentaires donne des résistances mécaniques très faibles, et malgré la présence des épines, qui réellement permettent une bonne adhésion des fibres à la pâte de ciment.

Les composites à base de fibres de diss bouillies lavées et enrobées en huile de lin donnent les meilleures résistances mécaniques par rapport aux composites à base de diss non bouilli et bouilli non lavé, et ce pour la bonne adhérence des fibres à la pâte de ciment, puisque l'huile de lin diminue la rugosité des fibres, et permettent un facile glissement à l'intérieur de la pâte de ciment, ceci est bien expliqué par la densité du nouveau matériau.

III.8.3.2 Effet du traitement alcalin

La technique de traitement par des solutions alcalines (immersion dans l'eau de mer avec PH=8.10 et l'eau du robinet PH=7.88) des fibres de diss peut jouer un rôle plus important sur les propriétés mécaniques des composites et augmente l'adhérence entre les fibres et la matrice.

La figure suivante résume les résultats obtenus ;

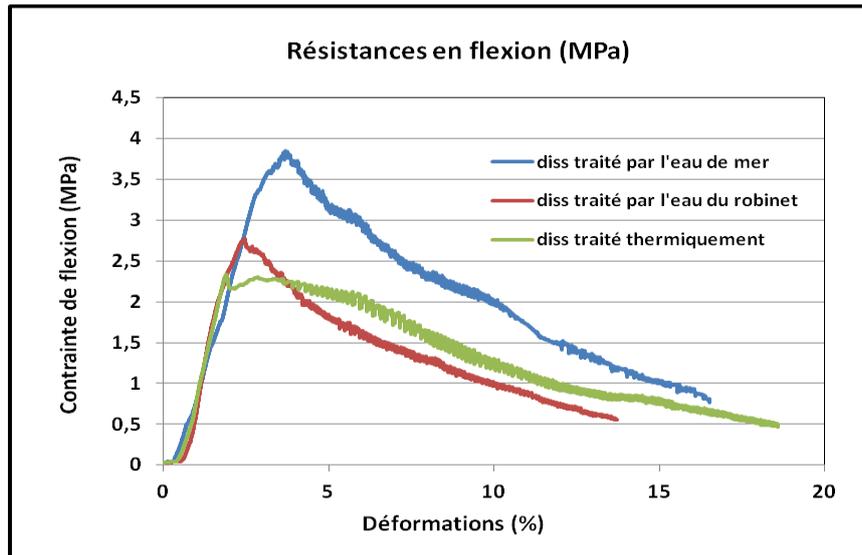


Figure III.20 : Résistances en flexion des composites à base de diss traité par l'eau de mer et l'eau du robinet

Les résultats obtenus indiquent que le traitement alcalin présente une amélioration assez importante des résistances à la flexion, de l'ordre de 12.5% pour les composites avec des fibres de diss traitées par l'eau du robinet et très importante de l'ordre de 54% pour les composites avec des fibres traitées par l'eau de mer comparé au traitement thermique, ceci s'explique d'une part que le traitement par des solutions alcalines augmente la surface de contact entre les fibres et la matrice, et certains auteurs disent que cette amélioration est due à l'élimination presque complète des composés de lignine, les pectines et les polysaccharides d'hémicelluloses qui sont aussi d'après des recherches étudiées auparavant (Arsene et al [ARS01] et Govin [GOV04]) des retardateurs de prise plus que les sucres, et d'autre part la diminution de l'absorption d'eau des fibres (figure III.21).

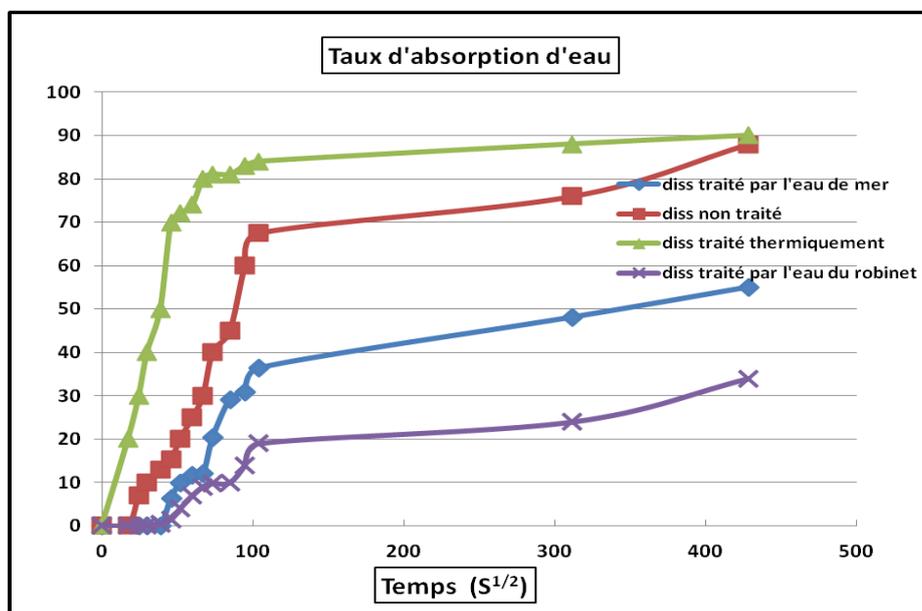


Figure III.21 : La cinétique d'absorption d'eau de fibres de diss avec différents traitements

Chapitre III : Résultats Expérimentaux et Discussions

Les fibres de diss naturelles et traitées thermiquement présentent presque les mêmes taux d'absorption d'eau de l'ordre de **88% à 90%**, ainsi qu'une même cinétique d'absorption et un temps de saturation avoisinant une heure, ceci confirme que l'ébullition n'affecte pas profondément la structure des fibres, par contre les fibres de diss traitées par l'eau de mer présentent un taux d'absorption faible d'environ **55%**, et les fibres traitées par l'eau du robinet présentent un taux plus faible par rapport aux deux premiers traitements, et qui est de l'ordre de **34%** (Sellami et al [SEL14]).

Les taux d'absorption au bout des trois premières heures correspondant au temps de prise du ciment sont aussi faibles de l'ordre de **29.2%** pour le traitement par l'eau de mer et **10%** pour le traitement par l'eau du robinet.

Donc, on peut estimer que les traitements par des solutions alcalines diminuent les taux d'absorption d'eau des fibres et le temps de prise de la pâte cimentaire, ceci explique bien le gain de résistances obtenu par ces traitements et ce dernier est lié à certains paramètres tels que le PH et la durée du traitement.

Pour les résistances à la compression, on constate également que, le traitement alcalin des fibres améliore les résistances des composites, et ces dernières sont assimilées à celle du béton, dans ce cas on peut dire que les fibres jouent bien le rôle de renfort (figure III.22)

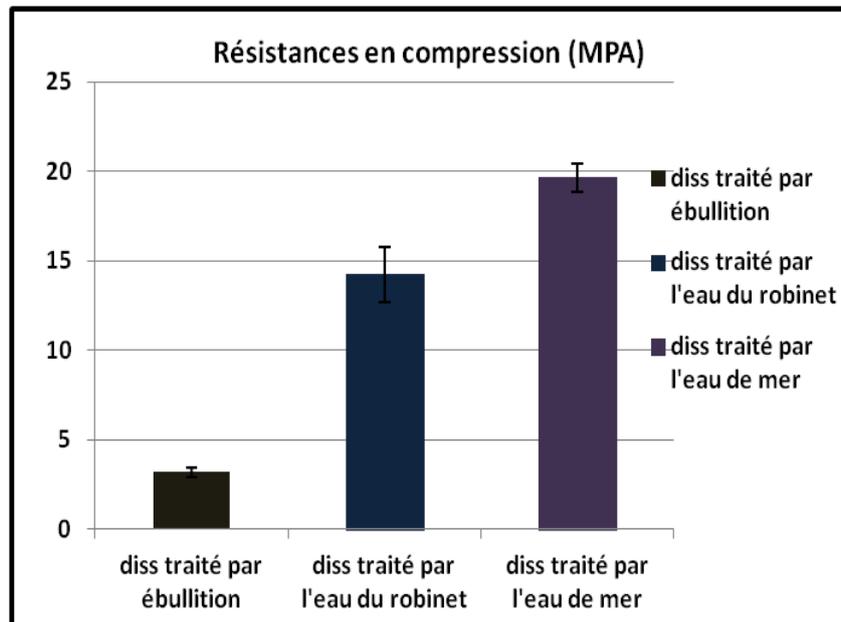


Figure III.22 : Résistances en compression des composites avec différent traitement des fibres

III.9 Analyse microstructurale des composites obtenus

Les analyses au microscope optique des composites avec différents volumes de fibres ont permis d'évaluer l'homogénéité de la distribution des fibres ainsi que l'influence de leur teneur sur la zone d'interaction fibre/matrice et pour justifier les résultats des essais mécaniques de ces composites.

La figure III.23 illustre les images microscopiques des formulations optimales des composites avec différents volumes de fibres.

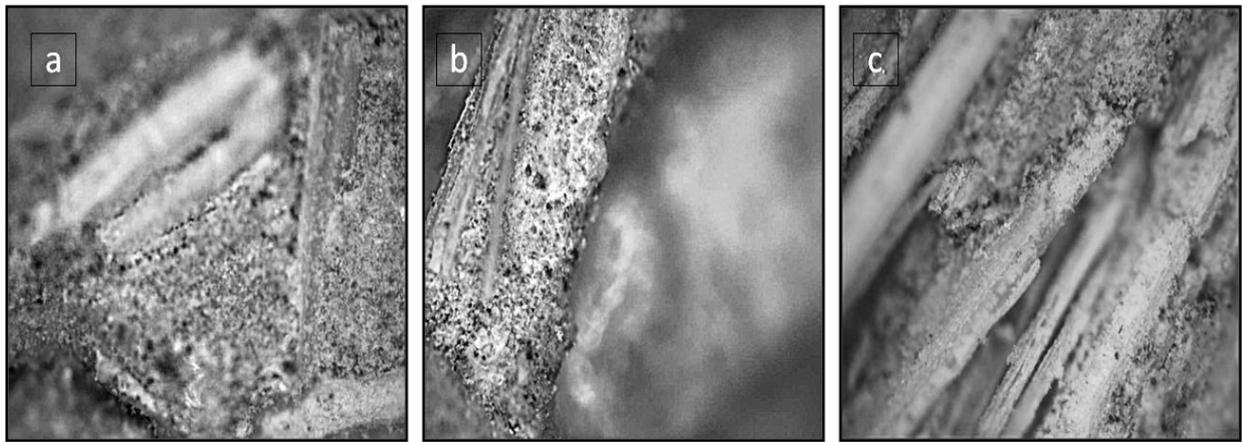


Figure III.23 : Images microscopiques des composites, (a) avec 4 volumes de fibres (b) 5 volumes de fibre (c) 6 volumes de fibres

On constate d'après les images au microscope optique, que plus le volume de fibres augmente, plus l'adhérence fibre-matrice diminue, ceci est dû au fait que les surfaces de contact augmentent considérablement, jusqu'à un seuil où la pâte de ciment qui permet de coller les fibres entre elles, ne sera plus suffisante, et là on pourra certainement noter une chute de résistance. Les images au microscope optique montrent justement la forte présence de la pâte de ciment pour les volumes de fibres les plus faibles.

Conclusion

Les formulations optimales choisies pour différents traitements dépendent de la vitesse d'absorption d'eau et la résistance mécanique des fibres. Les formulations optimales en volume des composites de diss bouillies sont trouvées ainsi **4 : 1 : 0.7**, **5 : 1 : 0.8** et **6 : 1 : 0.9** (Fibres de diss : Ciment et Eau/Ciment).

La formulation optimale en volume des fibres de diss enrobées de huile de lin est **4 : 1 : 0.4**, puisque les fibres de diss enrobées de huile de lin deviennent imperméables, et étanches à l'eau.

Dans les composites de fibres, la pâte de ciment se comporte comme une protection et un liant. D'un point de vue mécanique, il transmet les contraintes d'une fibre à l'autre.

Chapitre III : Résultats Expérimentaux et Discussions

Le Traitement de l'eau bouillie améliore considérablement les caractéristiques mécaniques des composites mais n'affectent pas la structure de la fibre. Cependant, le traitement peut éliminer les bio-composants, tels que des sucres solubles dans l'eau, en particulier, qui sont de 30,78% pour les fibres de diss non traitées et de 1,95% pour les fibres de diss bouillies non lavées, et de 0,72% pour les fibres de diss bouillies et lavées.

L'élimination des sucres renfermés dans les fibres permet aux fibres de se combiner de façon satisfaisante avec du ciment. Les matériaux composites obtenus sont très résistants en comparaison avec les composites de fibres de Diss non bouillies, où la résistance mécanique qui a été trouvée très faible.

La résistance des composites en flexion et en compression de fibres dépourvues des composants hydrosolubles est surtout assurée par la résistance à la traction des fibres de diss qui sont de l'ordre de 100 MPa, et par la disposition horizontale des fibres qui reprennent les résistances en tension latérale des composites soumis en compression, et à la traction des composites soumis à la traction par flexion.

Les principaux résultats de cette étude sont les suivants:

- Procédé d'absorption de la fibre ne modifie pas la résistance mécanique des matériaux composites, si le rapport (Eau/Ciment) est approprié.
- La disposition horizontale des fibres augmente leur résistance à la traction.
- Des échantillons de composites fibres traités thermiquement et à l'huile de lin ont résisté à des contraintes de traction considérables en comparaison avec les composites de Diss naturel. Aucune fissure n'a été observée au cours des premières charges de rupture. En compression, la rupture des échantillons du composites de fibre bouillies et enrobées d'huile de lin ne se fait pas sous la forme de rupture fragile. Les échantillons apparaissent presque intacts.

Les composites de fibres bouillies enrobées de huile de lin présentent des valeurs de résistances les plus élevées parce que la structure épineuse est conservée, les fibres humides sont meilleurs que les fibres sèches de la qualité de mélange, l'absorption d'eau est moindre et la compacité est meilleure.

Des améliorations significatives apportées par l'introduction de fibres dans les composites sont principalement dues à ;

- 1-La propriété de liaison des fibres de la pâte de ciment en raison de leur structure épineuse;
- 2-La structure fine de fibres, qui permettent aux fibres de prendre une position horizontale au cours de la préparation des échantillons. Par conséquent, les fibres résistent mieux à une contrainte de traction qui se produit parallèlement aux fibres; lors des essais de compression et à la flexion.

Les résultats obtenus indiquent que le traitement alcalin à court terme présente une amélioration assez importante des résistances à la flexion , on y trouve les meilleures résistances des composites avec les fibres traitées à l'eau de mer, moyennes avec les fibres

Chapitre III : Résultats Expérimentaux et Discussions

traitées à l'eau du robinet et plus faibles pour les composites simplement bouillies, ceci s'explique d'une part que le traitement par des solutions alcalines augmente la surface de contact entre les fibres et la matrice, et certains auteurs disent que cette amélioration est due à l'élimination presque complète des composés de lignine, les pectines et les polysaccharides d'hémicelluloses qui sont aussi des retardateurs de prise plus que les sucres.

Les images au MEB et au microscope optique permettent bien de visualiser la morphologie des fibres et des composites après rupture.

CHAPITRE IV
Etude Expérimentale et Numérique des
prismes des briques à base de fibres
végétales « Diss »

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

Sommaire

Introduction.....	112
IV.1 Etude expérimental	112
IV.1.1 Elaboration des briques à base de fibres de diss.....	112
IV.1.2 Caractérisation physique et mécanique des briques de diss.....	113
IV.1.2.1 Masse volumique	113
IV.1.2.2 Résistance à la flexion	113
IV.1.2.3 Résistance à la compression.....	114
IV.1.3 Confection de mur ou prisme	115
IV.1.4 Essai de compression sur un prisme.....	115
IV.1.5 Discussion des résultats	116
IV.2 Etude numérique	118
IV.2.1 Modèle de calcul.....	118
IV.2.2 Données de base de logiciel	119
IV.2.3 Hypothèse	119
IV.2.4 Résultats	119
IV.2.5 Modélisation numérique des assemblages de briques	120
Conclusion.....	126

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

Introduction

Le comportement des assemblages de briques soumis à la compression axiale et normale aux joints de mortier a été l'objet de plusieurs études expérimentales, théoriques et approches numériques.

La rupture des prismes en maçonnerie soumis à la compression axiale, dépend de plusieurs paramètres, principalement de l'interaction entre les briques et le mortier, de la résistance de ces deux matériaux et leurs comportements. Les différences des propriétés élastiques des matériaux (briques et mortier), influencent considérablement les modes de rupture des assemblages, qui se traduit généralement par des fissures parallèles à la direction du chargement, dues aux tensions latérales au niveau des briques.

Le but de ce chapitre qui sera présenté porte sur l'étude du comportement des prismes de briques fabriquées par des fibres de diss, soumis à la compression axiale, et déterminer toutes les caractéristiques correspondantes, en prenant des pas de chargement dans le programme de calcul, en considérant le comportement linéaire élastique des deux matériaux.

IV.1 Etude expérimentale

IV.1.1 Elaboration des briques à base de fibres de diss

Les briques ont été confectionnées à base de composite (ciment+fibres de diss) et moulées manuellement dans une presse spécialement conçue pour la fabrication des briques normalisées de dimensions $(70 \times 110 \times 220)$ mm³, et ensuite conservées dans une chambre humide pendant 28 jours puis séchées dans une étuve à 50°C jusqu'à une masse constante. Les briques ont été élaborées au sein de laboratoire de Génie Civil de notre département.

Nous avons pour cela choisi la meilleure formulation des composites des fibres de diss déjà étudiée, qui est celle correspondant à (4 : 1 : 0.7).



Figure IV.1 : Briques à base de fibres de Diss de type $(70 \times 110 \times 220)$ mm³

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

IV.1.2 Caractérisation physique et mécanique des briques de diss

IV.1.2.1 Masse volumique

La figure suivante présente la masse volumique moyenne de 10 briques de composites de fibres de diss, comparés avec de celle les brique de terre simples et d'autres renforcée par des fibres de paille.

Les résultats montrent que la masse volumique des briques de fibres de diss est la plus faible que celles élaborées avec la paille, et la masse volumique des briques sans renforcement ont donné les plus importantes valeurs.

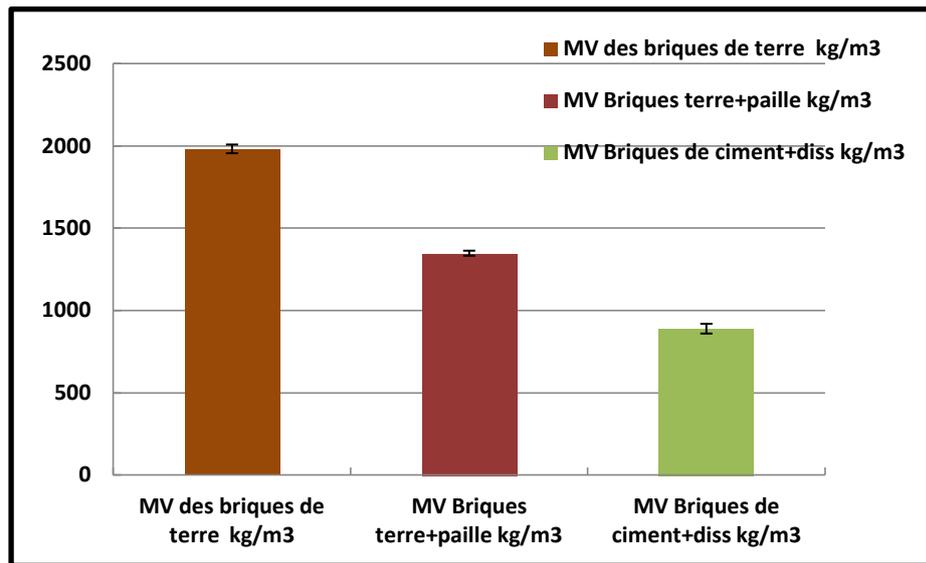


Figure IV.2 : Masse volumique de différents types de briques

IV.1.2.2 Résistance à la flexion

La figure IV.3 montre un essai de flexion de trois points d'une brique de composite de diss ;



Figure IV.3 : Essai de flexion de trois points sur une brique de diss

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

IV.1.2.3 Résistance à la compression

L'essai de compression d'une brique à base de fibres de diss a été réalisé au sein de laboratoire des technologies innovantes (IUT d'Amiens, France), sur une presse de type **PERRIER**.



Figure IV.4 : Essai de compression sur une brique de diss

La figure IV.5 présente la résistance en compression de différent type de briques, les résultats montrent que la résistance des briques de diss est la plus importante que celle les briques de (Terre+Paille) et brique de terre, et cela est du à plusieurs paramètres (la composition chimique de la matrice et les fibres, l'interaction de fibre / matrice).

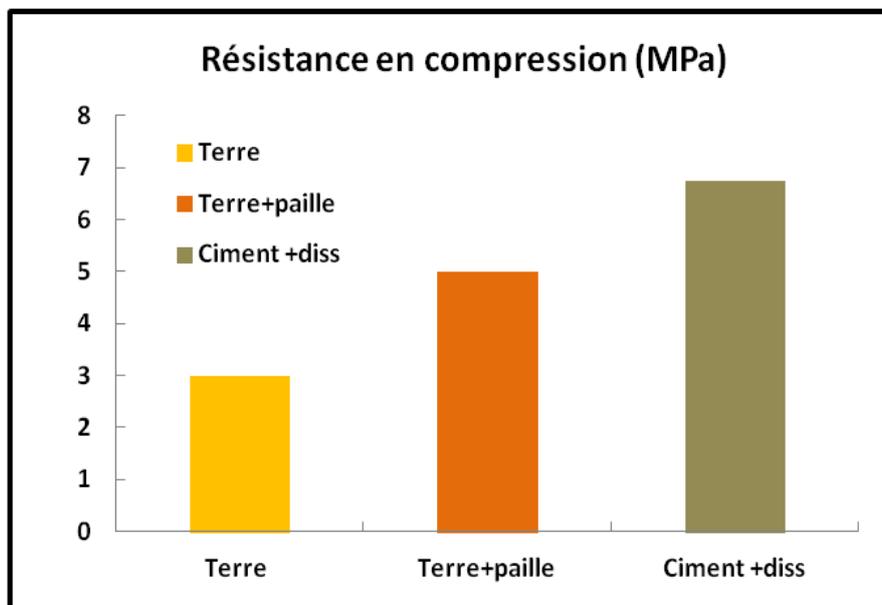


Figure IV.5 : Résistance en compression de différent type de briques

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

IV.1.3 Confection de mur ou prisme

Le prisme est confectionné avec cinq briques de fibres de diss de format (70x110x220) mm³ avec un joint de mortier (ciment+sable+eau) de **10 mm** d'épaisseur, après la confection on a laissé le mini-mur ou le prisme pendant 28 jours enveloppé avec du tissu de jute mouillé . Les deux prismes ont été construits pour estimer la résistance et le comportement des assemblages de briques à base de fibres de diss.



Figure IV.6 : Prismes confectionnés avec des briques de fibres diss

IV.1.4 Essai de compression sur un prisme

L'essai de compression axiale permet d'évaluer les caractéristiques mécaniques et physiques des prismes de maçonnerie.

L'essai de compression a été fait à l'aide d'une machine hydraulique de type **PERRIER** avec une charge maximale de **150 KN**, l'essai a été réalisé au sein de laboratoire des technologies innovantes (IUT d'Amiens, France).



Figure IV.7 : Essai de compression sur un prisme de briques de diss

IV.1.5 Discussion des résultats

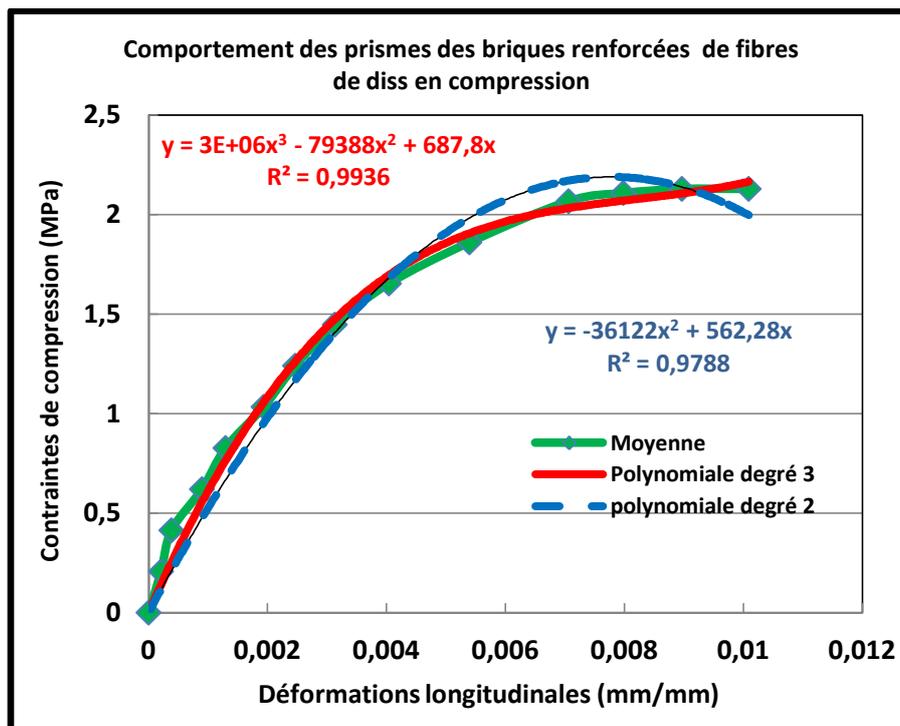


Figure IV.8 : Courbe contrainte/déformation d'un assemblage de briques à base de fibres de diss

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

La courbe contrainte/déformation des assemblages de briques renforcées par des fibres de diss a présenté un comportement ductile, et les prismes testés en compression sont restés solidaires avec apparition de fissures au niveau des briques, et le mortier est resté intact.

La résistance à la compression des assemblages de briques de diss a été évaluée à 2.10 MPa, et leur module d'élasticité moyen est de 1050 MPa, pour une résistance des briques en compression de 6.75 MPa, et une résistance à la traction par flexion de 1.5 MPa.

La relation ($E_m=500f_m$) trouvée pour les prismes de briques de diss se rapproche bien de la relation suggérée par Maurenbrecher [MAU85] qui pour les assemblages de briques d'argile à faible résistance et les blocs d'argile, la valeur de E serait d'environ 570 à 770 f_m et il recommande donc une valeur caractéristique de E de l'ordre de 700 f_m .

Grimm [GRI75] a proposé une formule empirique basée sur la résistance à la compression et sur le rapport (h/t) :

$$E = 6.25 f_m [80 + (h/t)]$$

Avec f_m : résistance à la compression à 28 jours.

L'application de la relation de Grimm [GRI75] donne une valeur de E égale à 1448 MPa, qui est surestime la valeur de E_m trouvée expérimentalement de 1050 MPa.

La connaissance des caractéristiques mécaniques des assemblages de briques de diss ou d'autres végétaux nécessite un programme expérimental assez élargi pour en tirer les expressions ou formulations adéquates qui sont différentes des briques usuelles utilisées en constructions, telles que les briques d'argile, de béton ou silico-calcaires.



Figure IV.9 : Rupture des assemblages de briques à base de fibres de diss

IV.2 Etude numérique

IV.2.1 Modèle de calcul

Le modèle de calcul choisi est schématisé sur la figure IV.10.

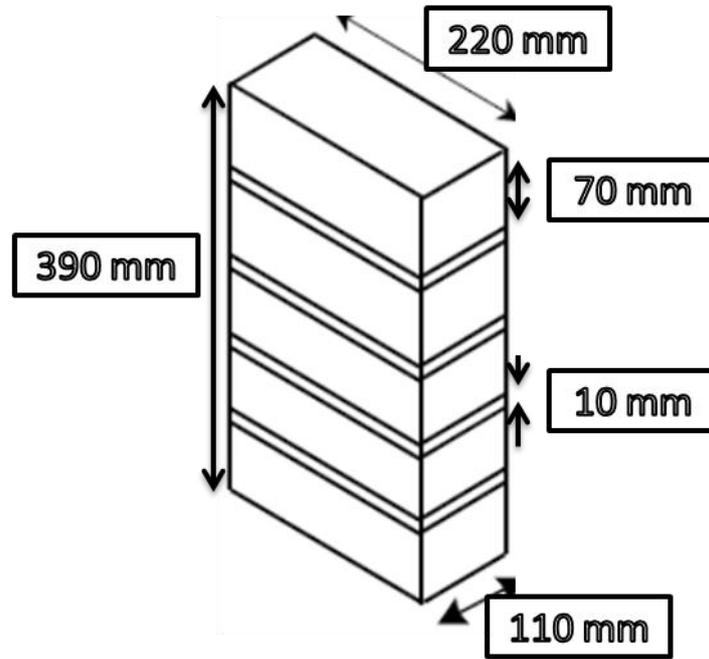


Figure IV.10 : Modèle de validation

Les caractéristiques mécaniques de matériaux correspondants à ce modèle sont représentées sur le tableau suivant.

Tableau IV.1 : Caractéristiques mécaniques des briques et du mortier du modèle

Matériaux	Briques	Mortier
Largeur (mm)	220	220
Profondeur (mm)	110	110
Epaisseur (mm)	70	10
Module d'élasticité (MPa)	Variable de 1000 à 25000	12000
Coefficient de poisson	0.35	0.25

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

IV.2.2 Données de base de logiciel

Le logiciel **Abaqus** est un logiciel interactif, qui permet d'introduire les données selon le schéma suivant :

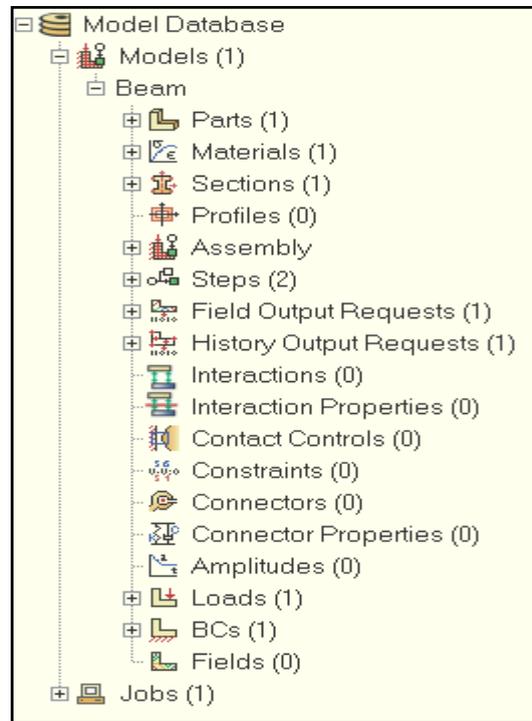


Figure IV.11 : Données de base de logiciel

IV.2.3 Hypothèse

Pour le premier test, nous avons considéré un contact normal et tangential avec un coefficient de frottement de 0.5, avec un chargement uniforme de 3 MPA, et un maillage plus ou moins régulier d'environ 10mm pour les briques et plus raffiné pour le mortier 5mm. Nous avons fixé un minimum cinq incréments de charge, pour connaître l'histoire du chargement de 0 à la charge maximale de 3 MPA.

IV.2.4 Résultats

Les résultats obtenus sont données suivants la direction (1, 2 et 3). La direction 1 est celle qui est normale à la profondeur, la direction 2 est celle normale au chargement, et la direction 3 est normale à la charge des briques ou du mortier.

Le logiciel abaqus permet de donner les résultats des contraintes et des déformations suivants les directions (11, 22, 33, 12, 13 et 23), et des déplacements nodaux et des réactions nodales suivant la direction (1, 2 et 3).

Pour un premier temps, on s'intéressé uniquement aux résultats nécessaires (les contraintes et les déplacements) pour valider le modèle choisi. Ces résultats nous permettent de déterminer

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

le module d'élasticité moyen du prisme, qui est le rapport des contraintes normales au joint du mortier sur les déformations moyennes, correspond aux pas de chargements choisis.

Les déformations moyennes sont définies comme étant les déplacements des briques extrêmes sur la longueur initiale des prismes, égale dans notre cas à **390mm**.

Les valeurs des contraintes et déplacements normaux dans la direction 22 ont été pris la longueur du milieu du prisme, puisque nous pouvons choisir n'importe quel point pour déterminer les valeurs désirées.

IV.2.5 Modélisation numérique des assemblages de briques

Pour la modélisation numérique des assemblages de maçonnerie, qui a été validé par Mezigheche [MEZ10], nous avons essayé d'adopter des modèles qui seront applicables à des briques qui peuvent rentrer dans la gamme des briques de faible résistance à la compression, telles que les briques de fibres végétales, en adoptant en premier lieu un modèle linéaire élastique avec des différents modules d'élasticité des briques variant de 1000 MPa (briques de faibles résistances) à 25000 MPa (briques de haute résistance) et un module d'élasticité des joints de mortier ordinaire fixe et égal à 12000 MPa. Les valeurs trouvées en considérant un modèle à interaction normal et tangentiel avec un coefficient de frottement égal à 0.5, qui s'adapte bien à de telles briques rugueuses sont représentés sur les figures (IV.12 et IV.13).

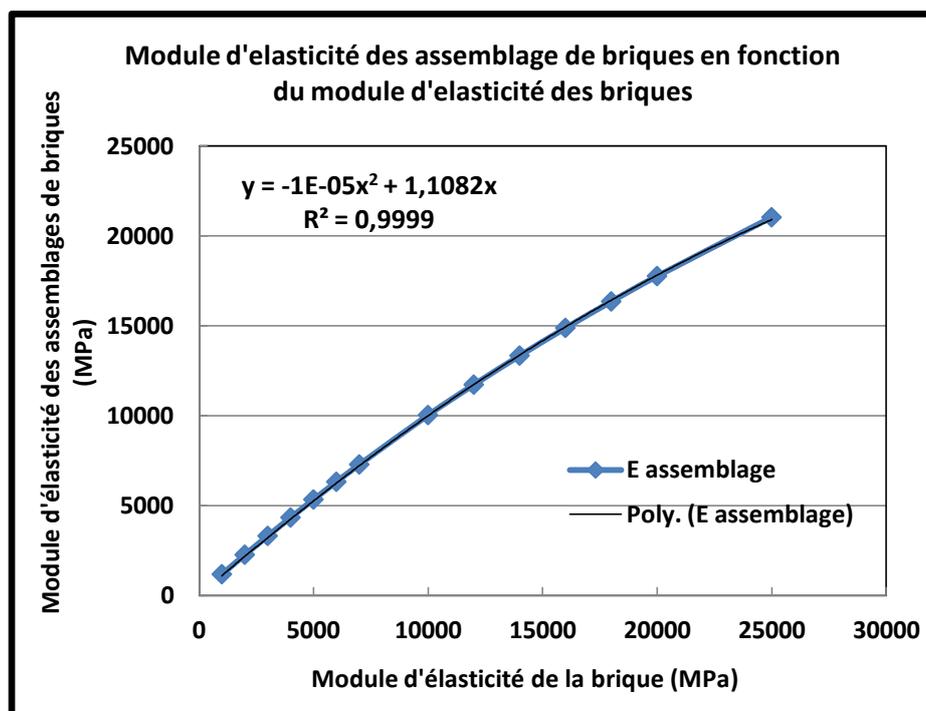


Figure IV.12 : Modules d'élasticité des assemblages de briques en fonction des modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 12000 MPa

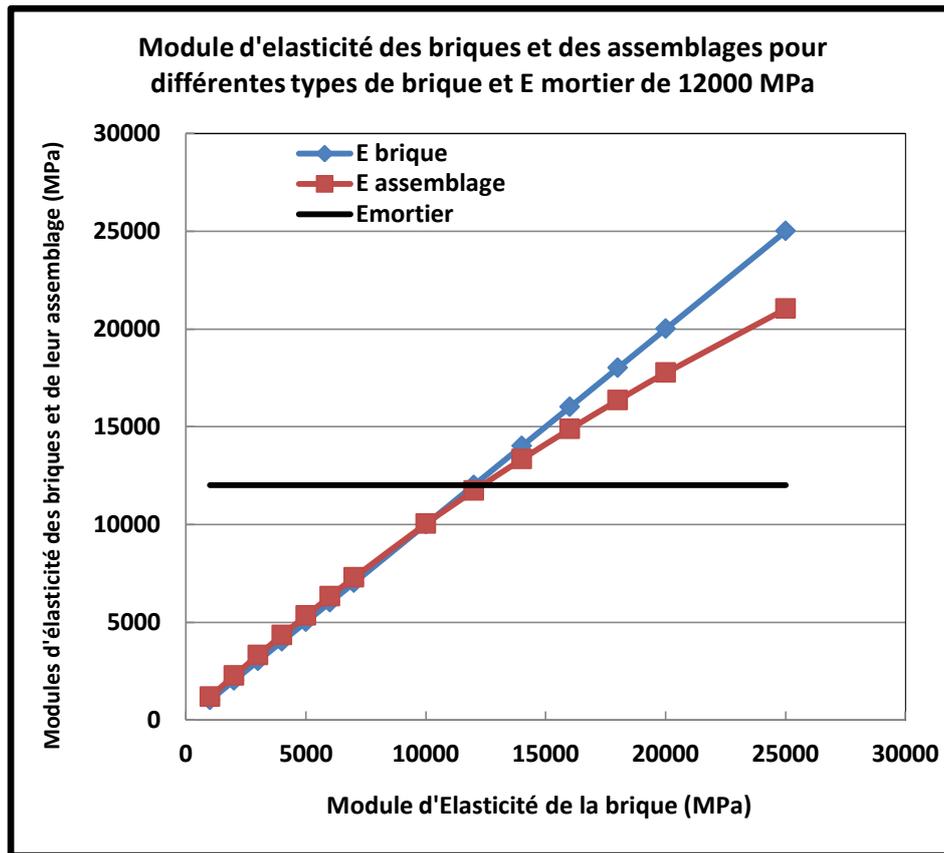


Figure IV.13 : Evolution des modules d'élasticité des assemblages de briques pour différents modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 12000 MPa

Des figures IV.12 et IV.13, on constate que pour les faibles résistances des briques, le module d'élasticité des assemblages de briques est régi par le module d'élasticité des briques jusqu'à la limite du module d'élasticité du mortier, qui correspond dans notre cas à 12000 MPa. Une fois le module d'élasticité des briques dépasse celui du mortier, les valeurs des modules d'élasticité des assemblages seraient régies par la combinaison des briques et du mortier, qui deviennent comme élément monolithique, et le module d'élasticité de l'assemblage dépasse le module d'élasticité du mortier, puisque dans ce cas, le mortier sera confiné par la traction latérale que subissent les éléments de briques.

Dans le même contexte, nous avons considéré de la même manière des tests pour le même type de briques, dont les modules d'élasticité variant de 5000 à 25000 MPa, en considérant deux types de mortier le premier avec un module d'élasticité de 5000 MPa, dont les résultats sont représentés sur les figures (IV.14 et IV.15) et le second de 8000 MPa dont les résultats sont représentés sur les figures (IV.16 et IV.17).

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

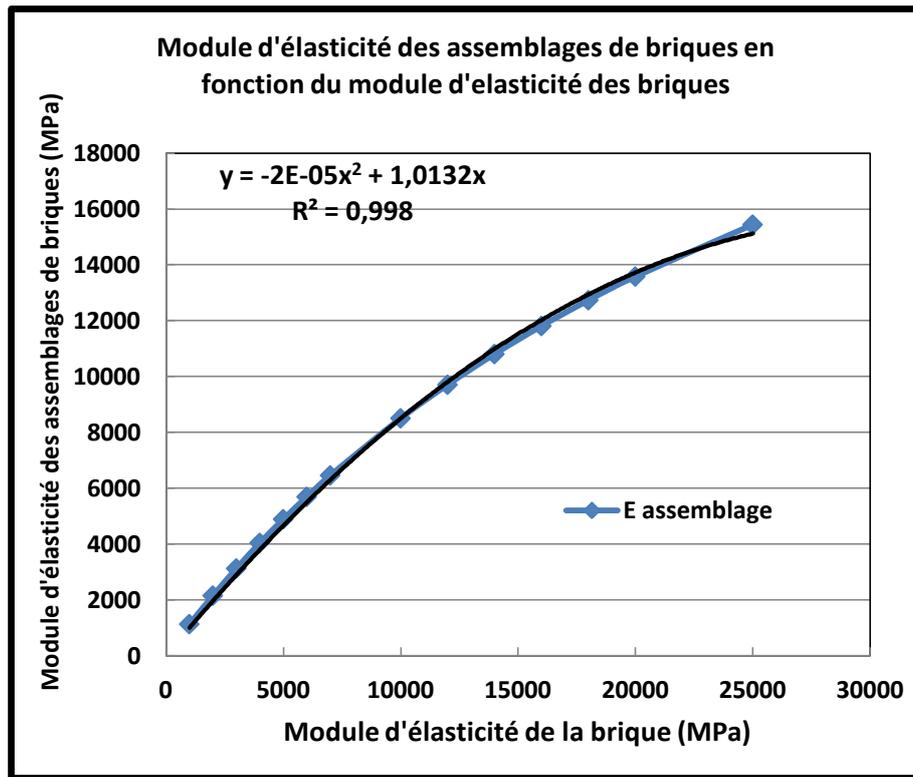


Figure IV.14 : Modules d'élasticité des assemblages de briques en fonction des modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 5000 MPa

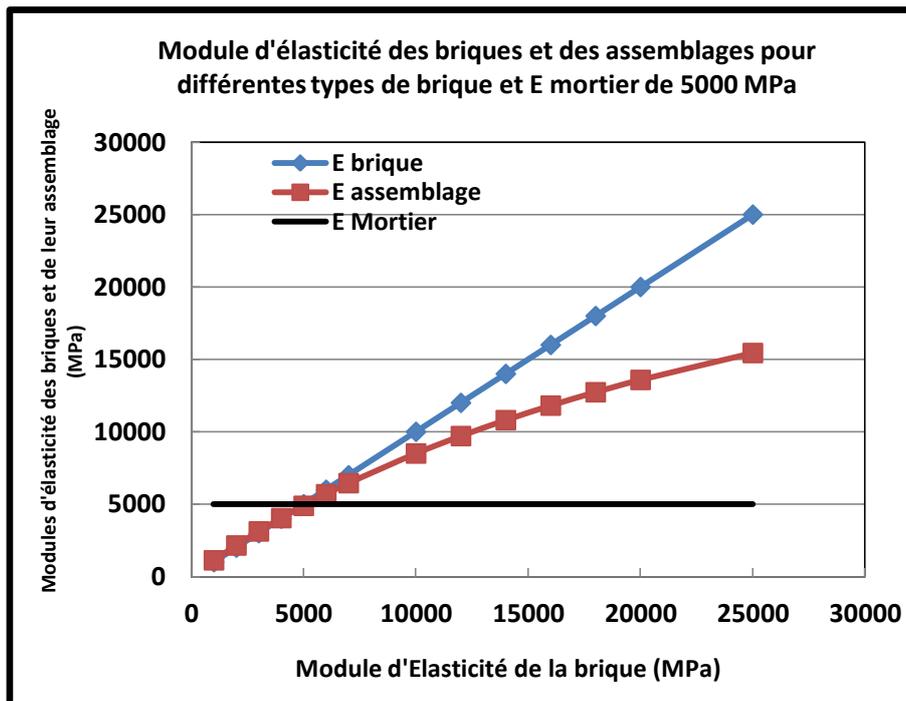


Figure IV.15 : Evolution des modules d'élasticité des assemblages de briques pour différents modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 5000 MPa

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

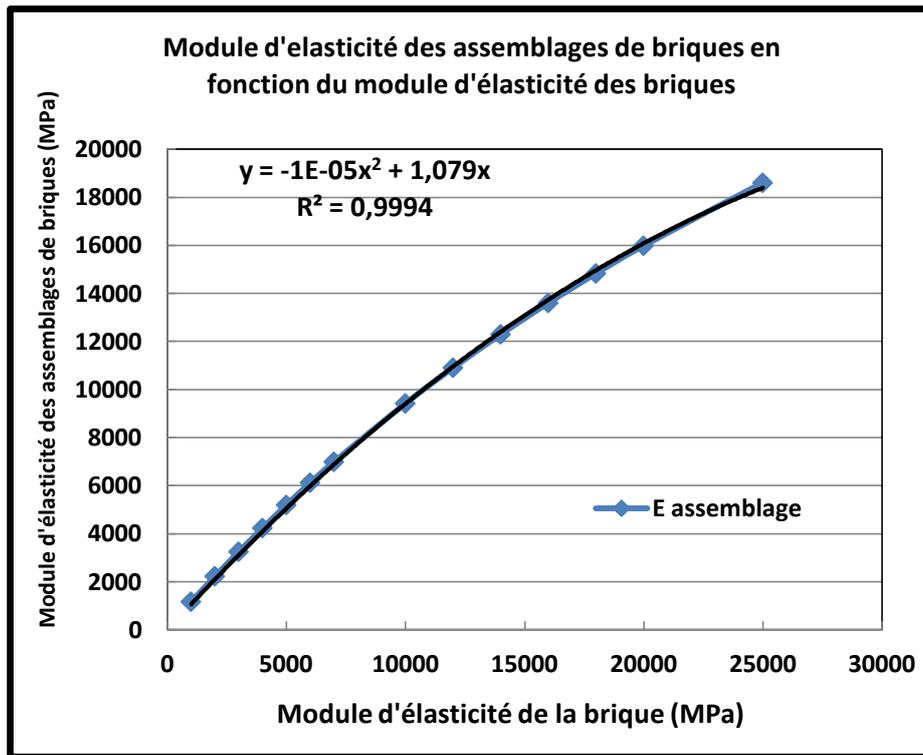


Figure IV.16 : Modules d'élasticité des assemblages de briques en fonction des modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 8000 MPa

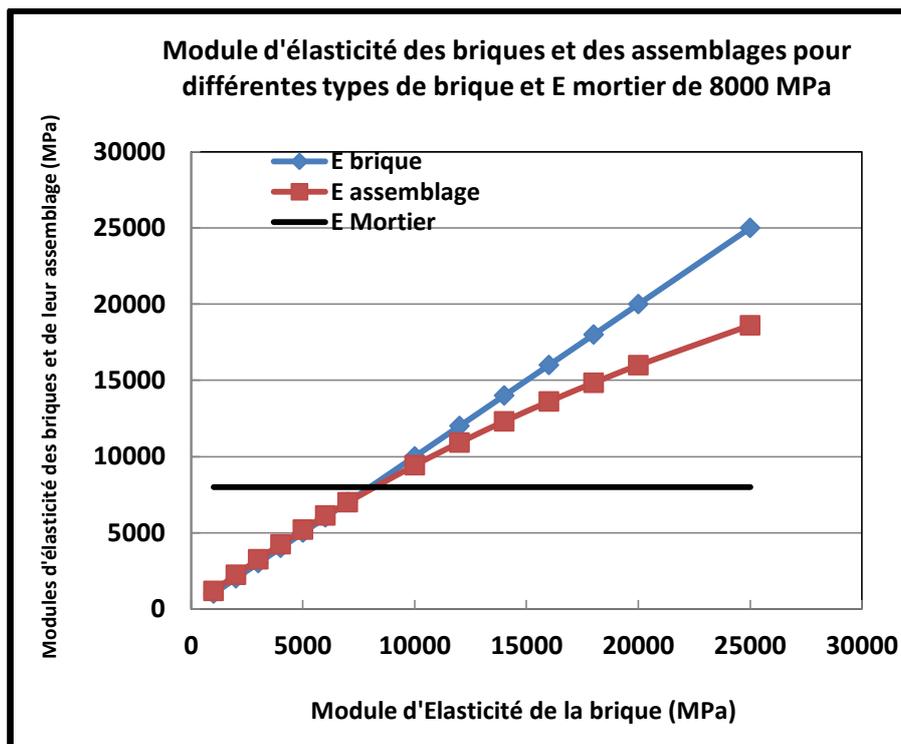


Figure IV.17 : Evolution des modules d'élasticité des assemblages de briques pour différents modules d'élasticité des unités de briques, pour un mortier de 8000 MPa

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

Les résultats de la modélisation linéaire du comportement des assemblages des prismes de briques pour les différents types de briques et de mortier sont rassemblés sur la figure IV.18.

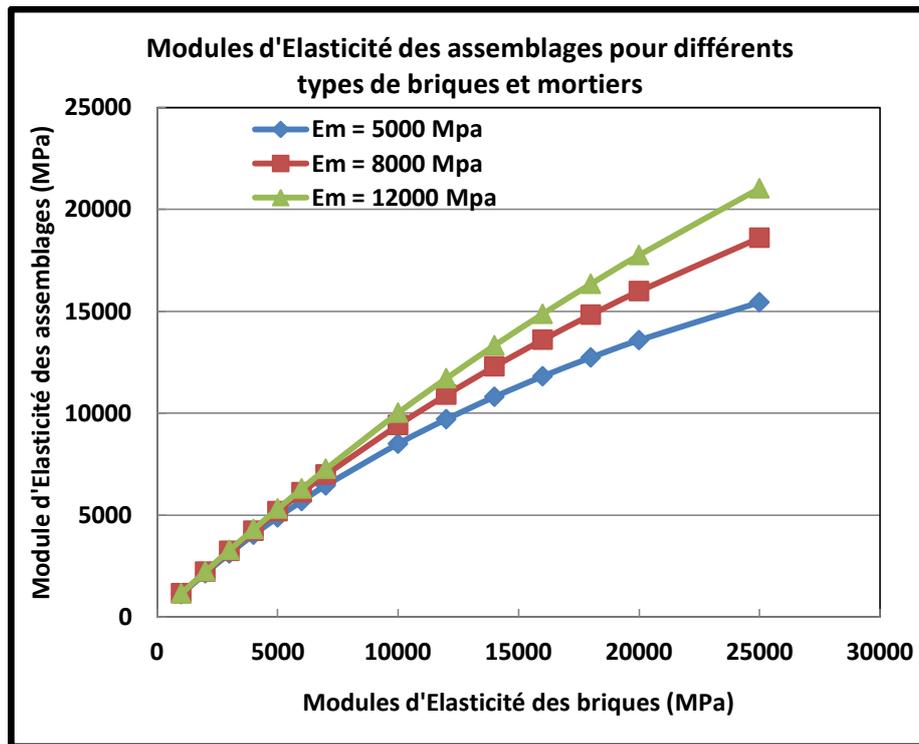


Figure IV.18 : Evolution des modules d'élasticité des assemblages de briques pour différents modules d'élasticité des unités de briques, pour différents types de mortiers

De la figure IV.18, on constate pour les faibles modules d'élasticité des briques, les modules d'élasticité des assemblages sont régis par les modules d'élasticité des briques, et le mortier sera assimilé à une base de réactions des efforts qui sont transmis des briques extrêmes au reste des briques. Dans ce cas les efforts sont repris uniquement par les briques extrêmes.

Par contre quand on est en présence de briques de plus forte résistance, qui dépasse le module d'élasticité des mortiers de joints, c'est l'ensemble du prisme qui va contribuer à la reprise des efforts de chargement, et le module d'élasticité de l'assemblage dépassera celui du mortier, dans ce cas on dit que le mortier est confiné, et le module d'élasticité des prismes sera compris entre celui du mortier et celui des briques. Ces derniers résultats confirment bien les résultats expérimentaux trouvés généralement dans les prismes en maçonnerie tel que montré sur la figure IV.19.

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

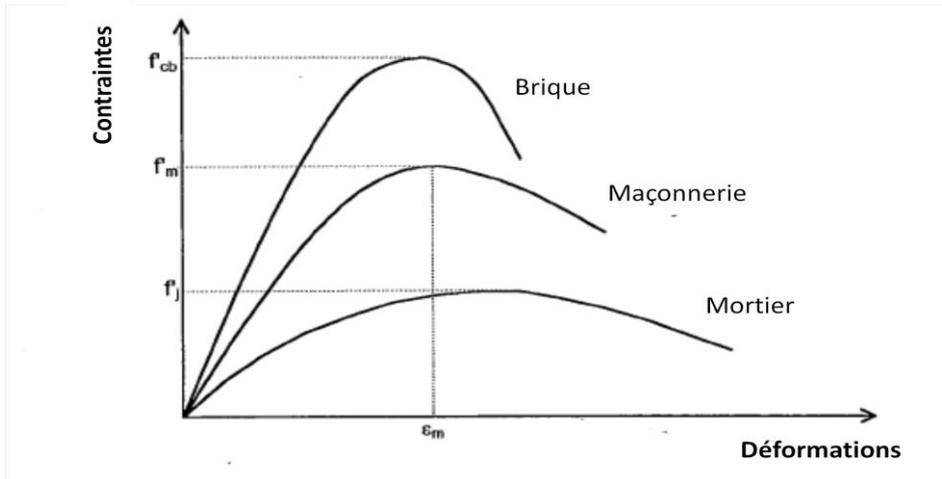


Figure IV.19 : Relation type contrainte-déformation du mortier, brique et assemblage de briques

Ce comportement a été prédit en considérant que la rupture est due à l'interaction entre les unités de briques et les joints de mortier, résultant des différentes déformations. Quand un assemblage de maçonnerie est soumis à la compression, les briques et le mortier subissent des déformations latérales, mais les deux matériaux ont des propriétés différentes. En général le mortier a un faible module d'élasticité, et un coefficient de Poisson plus important que ceux des briques. Ainsi les déformations latérales dans le mortier seront plus importantes que celles des briques.

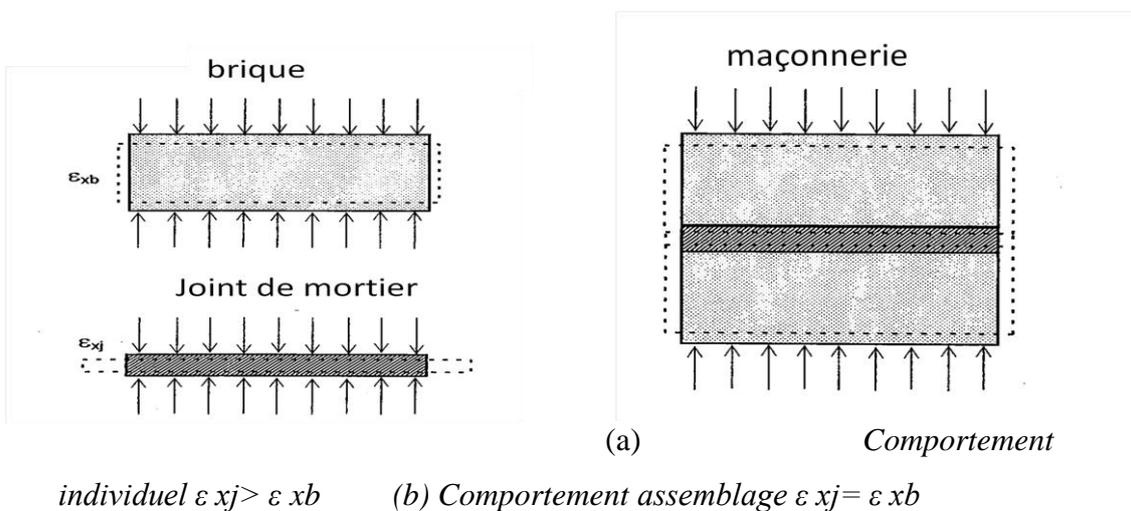


Figure IV.20 : Comportement individuel et de l'assemblage des briques et du mortier en compression

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

A l'équilibre de l'assemblage, les déformations latérales deviennent égales à cause des contraintes de frottement et d'adhésion entre les briques et le mortier. Cet effet induit des contraintes de tension et de compression dans les deux matériaux. De cet état de contraintes, les deux matériaux se trouvent dans un état triaxial des contraintes.

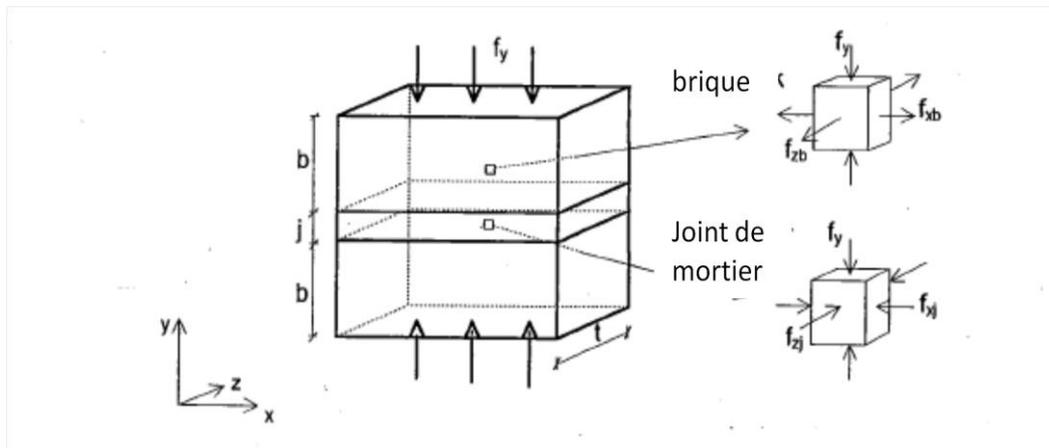


Figure IV.21 : Etat de contraintes dans les briques et le joint de mortier

La résistance à la compression du mortier est augmentée grâce à l'effet positif de confinement produit par l'effet triaxial latéral. Cependant, le mortier est capable de supporter des contraintes plus importantes au niveau du joint. Par contre, au niveau des briques, la combinaison de la compression et de la tension latérale diminuent la résistance des briques, et la rupture des briques apparait à des contraintes de compression inférieures que celles obtenues en absence de tension latérale.

Conclusion

L'étude du comportement des assemblages de briques en compression axiale, explique bien l'intérêt de l'utilisation des briques à base de fibres végétales dans les remplissages en maçonnerie vu le comportement ductile observé lors du chargement du prisme.

On constate à travers l'étude numérique élaborée par le logiciel Abaqus, que le comportement des prismes dépend du module d'élasticité des briques et celui du mortier.

On constate pour les faibles modules d'élasticité des briques, les modules d'élasticité des assemblages sont régis par les modules d'élasticité des briques, et le mortier sera assimilé à une base de réactions des efforts qui sont transmis des briques extrêmes au reste des briques. Dans ce cas les efforts sont repris uniquement par les briques extrêmes.

Chapitre IV : Etude Expérimental et Numérique des prismes des briques à base de fibres végétales « Diss »

Par contre quand on est en présence de briques de plus forte résistance, qui dépasse le module d'élasticité des mortiers de joints, c'est l'ensemble du prisme qui va contribuer à la reprise des efforts de chargement, et le module d'élasticité de l'assemblage dépassera celui du mortier, dans ce cas on dit que le mortier est confiné, et le module d'élasticité des prismes sera compris entre celui du mortier et celui des briques.

**CHAPITRE V
Durabilité des composites à base de fibres
végétales (Diss)**

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

Sommaire

Introduction.....	130
V.1 Vieillissement naturel des composites à base de fibres diss	130
V.1.1 Définition de vieillissement	130
V.1.2 Propriétés physiques des composites après vieillissement naturel	132
V.1.3 Propriétés mécaniques des composites après vieillissement naturel	132
V.2 Vieillissement alcalin des composites à base de diss (l'eau de mer)	134
V.2.1 Généralités sur la durabilité du béton en milieu marin	134
V.2.2 Les mécanismes d'attaque par l'eau de mer	134
V.2.2.1 Processus d'attaque par les chlorures	134
V.2.2.1.1 Action du chlorure de magnésium	135
V.2.2.1.2 Action du chlorure de calcium	135
V.2.2.2 Processus d'attaque par les sulfates	135
V.2.2.2.1 Action du sulfate de sodium	135
V.2.2.2.2 Action du sulfate de magnésium.....	135
V.2.2.2.3 Action du sulfate de calcium.....	135
V.2.2.2.4 Action du sulfate de potassium.....	136
V.2.3 Généralités sur la durabilité des bétons ou composites renforcés par des fibres végétales.....	136
V.2.4 Propriétés physiques des composites après vieillissement alcalin	137
V.2.5 Propriétés mécaniques des composites après vieillissement alcalin	137
Conclusion.....	139

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

Introduction

La durabilité des bétons de fibres ou les composites fibrés à long terme fait aujourd'hui l'objet de recherche de certains auteurs, car un regain d'intérêt se manifeste dans le monde pour l'utilisation de ce type de composites dans l'industrie du bâtiment pour différentes applications. Elle dépend principalement de la nature et du traitement des fibres, ainsi que la qualité des ciments utilisés ([KHE90], [MOK91]) et du mode de conservation (Toledo et al [TOL03], [MOK91], Khenfer et al [KHE00]).

La durabilité détermine la durée de vie des structures d'une façon très significative. En raison des interactions du béton ou composite avec des influences externes, la durabilité peut être menacée et perdue. Et parmi les facteurs menaçant sont ; les attaques chimiques, la carbonatation, la corrosion, le cycle gel/dégel et les alcalis réactions.

Dans ce chapitre, on va étudier le comportement physico-mécanique des composites cimentaires à base de fibres de diss après vieillissement naturel (l'air ambiant du laboratoire) et vieillissement alcalin (l'eau de mer) pendant 120 et 210 jours de vieillissement.

V.1 Vieillissement naturel des composites à base de fibres diss

V.1.1 Définition de vieillissement

Fayolle et al [FAY05] donnent la définition du vieillissement, « le vieillissement correspond à tout phénomène d'évolution lente et irréversible de la structure et ou de la composition du matériau sous l'instabilité propre de l'interaction avec l'environnement, de sollicitations mécaniques ou de la combinaison de plusieurs autres de ces causes». Cette évolution affecte les propriétés mécaniques du composite. Lorsque les sollicitations extérieures sont trop importantes ou trop agressives, les performances de la structure diminuent.

Le vieillissement peut donc agir aussi bien sur chacun des constituants, comme sur les deux, mais aussi au niveau de l'interface entre la matrice et les fibres. Le vieillissement d'un matériau composite a donc un impact sur sa durée de vie, ce qui s'exprime par le temps pendant lequel les performances du matériau sont assurées afin d'évaluer cette durée de vie, il est possible d'effectuer des expériences en vieillissement naturel, qui sont souvent très longues. Il est donc souvent préférable de recourir au vieillissement accéléré en laboratoire, qui permet ainsi de réduire les temps d'expérimentation. Un vieillissement naturel sera nécessaire afin de valider les conditions et les résultats du vieillissement accéléré.

Placet [PLA09] a étudié un vieillissement environnemental accéléré (bain d'eau à 80°C) sur un biocomposite PLA/Chanvre, et les résultats obtenus comparés aux valeurs obtenus avec des échantillons non vieillis.

Il existe deux catégories de vieillissement [MOR05] : le **vieillissement physique** (structure chimique non modifiée) et **vieillissement chimique**. Diverses méthodes permettant de réaliser ces vieillissements en laboratoire ont été mises en place pour refléter au mieux les conditions réelles durant le cycle d'utilisation du composite.

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

Dans le cas de la matrice, le mécanisme de vieillissement est principalement chimique, alors que le vieillissement des fibres est physique et généralement dû à une prise en eau, mais aussi à des attaques fongiques et à l'effet des rayons ultraviolets [ROU12].

Dans un composite renforcé par des fibres végétales, ce sont généralement les fibres qui absorbent l'eau car la matrice est supposée hydrophobe [ROU12].

Certains auteurs ont mis en évidence l'effet des impacts environnementaux sur les performances mécaniques des composites renforcés par des fibres végétales.

Sedan [SED07b] a testé le comportement mécanique d'une matrice cimentaire renforcée par des fibres de chanvre brutes et des fibres de chanvre traitées avec une solution de soude, de chlorure d'aluminium et de chaux à 28 jours et après 12 mois de vieillissement naturel, il a constaté que le comportement mécanique des composites est totalement modifié.

Des résultats comparables sont obtenus par Mohr et al [MOH05] sur des composites de ciment renforcés par de la pâte kraft de conifères. Les éprouvettes soumises à des cycles de saturation en eau/séchage présentent une perte de la résistance maximale de 50,8 à 72,4% et une chute de la ténacité de 97,5 à 98,8%.

Dans notre recherche on a fait un vieillissement naturel avec les conditions du laboratoire pour voir l'influence de l'environnement sur les performances mécaniques de nos composites étudiés (figure V.1).



Figure V.1 : Vieillissement naturel des éprouvettes en fibres de diss

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

V.1.2 Propriétés physiques des composites après vieillissement naturel

Après conservation des éprouvettes à 28 jours dans la chambre humide, les composites sont vieillies dans laboratoire avec 20°C de température et 50% humidité, pendant 120 jours et 210 jours.

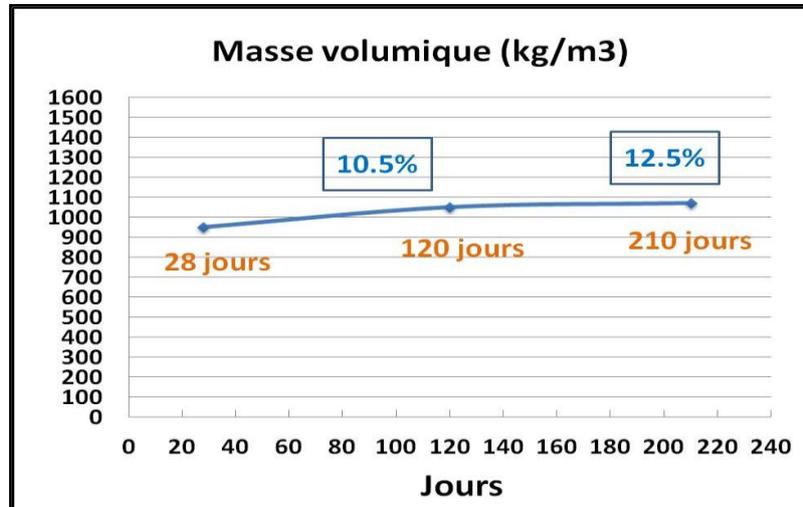


Figure V.2 : Masse volumique des composites après vieillissement naturel

Le premier résultat observé concerne l'augmentation de la masse volumique après vieillissement, et ceci s'explique par un gonflement des fibres par l'absorption d'eau au cours du temps, et ce phénomène est dû principalement à l'effet de l'humidité de l'environnement (l'air du laboratoire) ainsi que la température. Et cette conclusion est remarquée par certains auteurs Wang [WAN78].

V.1.3 Propriétés mécaniques des composites après vieillissement naturel

Certains auteurs ont constaté qu'il y a une chute de la ductilité des bétons renforcés par des fibres végétales à long terme.

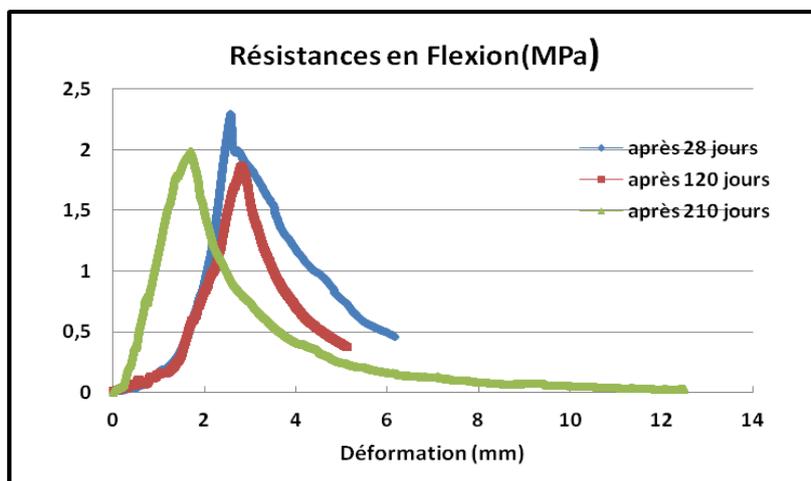


Figure V.3 : Résistances en flexion après vieillissement naturel

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

On a enregistré une diminution des résistances en flexion après chaque vieillissement, de l'ordre de 21% après 120 jours de vieillissement et de l'ordre de 25.6% pour les composites vieillis à 210 jours, ce ci s'explique par une chute de ductilité des composites d'une part, et la dégradation de la zone interfaciale (fibres/matrice) d'autre part, comme le montre la photo au microscope optique (figure V.4).

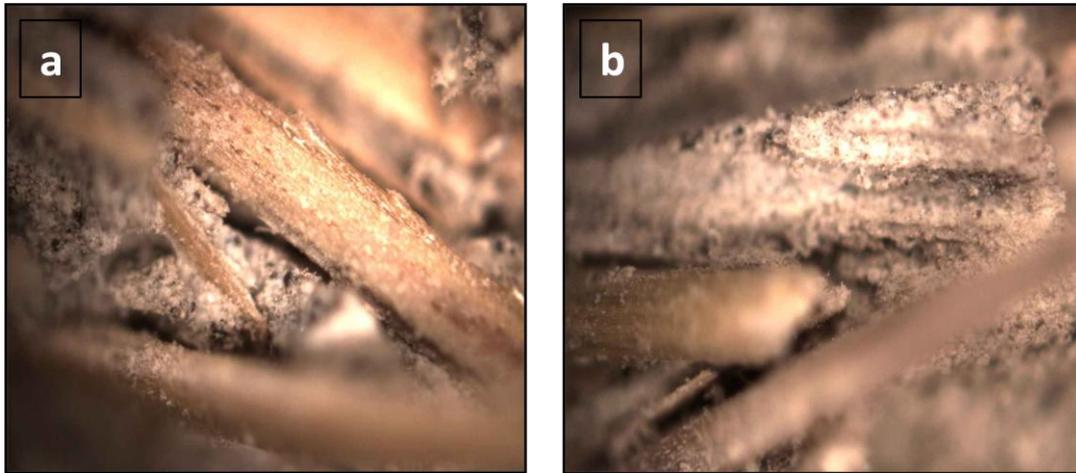


Figure V.4 : Images microscopiques sur un composite (a) après 120 jours (b) après 210 jours de vieillissement naturel

La figure suivante illustre les résistances en compression après chaque vieillissement.

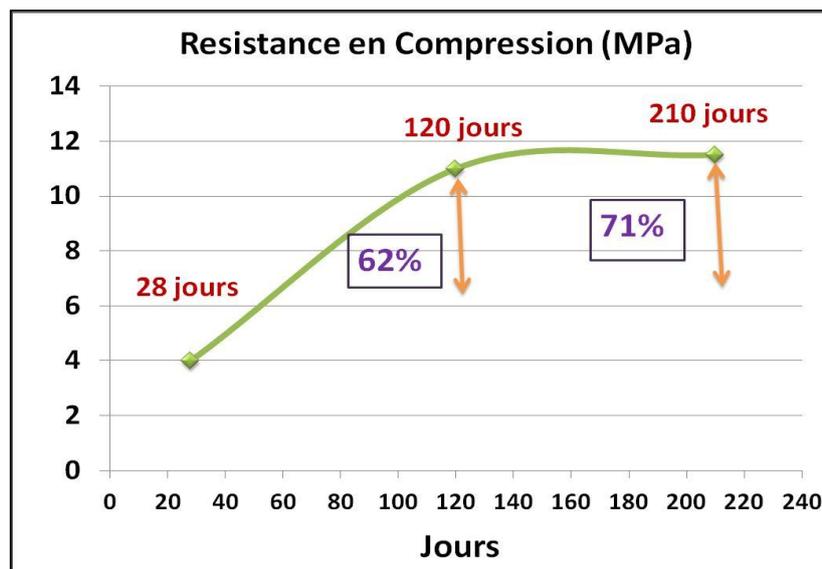
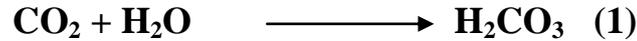


Figure V.5 : Résistances en compression après chaque vieillissement naturel

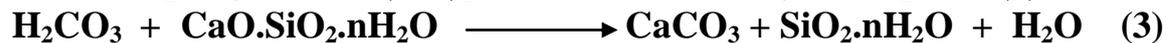
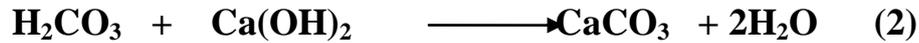
On a constaté une amélioration très importante des résistances en compression après chaque vieillissement, ceci est éventuellement dû au phénomène de carbonatation, car l'air ambiant contient du CO_2 qui en présence d'humidité réagit avec le ciment hydraté, et la réaction passe par trois étapes fondamentales ;

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

- Diffusion du dioxyde de carbone CO_2 dans le composite
- Diffusion du CO_2 dans l'eau contenue dans les pores (solution interstitielle) en formant l'acide carbonique selon la réaction suivante (1):



- Réactions chimiques entre l'acide carbonique et les produits d'hydratation du ciment (la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et les hydrates C-S-H) et la formation de carbonate de calcium (CaCO_3) ou la calcite sous forme de poudre blanche et la libération de l'eau (2 et 3):



Donc, on peut conclure que la calcite formé (CaCO_3) par l'effet de carbonatation augmente les résistances à la compression des composites.

V.2 Vieillessement alcalin des composites à base de diss (l'eau de Mer)

V.2.1 Généralités sur la durabilité du béton en milieu marin

La durabilité des bétons en milieu marin a fait l'objet de plusieurs recherches, et les composants agressifs du milieu marin sont nombreux, on distingue quatre catégories de facteurs ;

- **Facteurs chimiques** : action propre de l'eau de mer, qui contient des ions avec différentes concentrations.
- **Facteurs physiques** : les fluctuations du niveau marin font que le béton est soit totalement immergé ou alternativement immergé.
- **Facteurs physico-chimiques** : action de l'embrun salin, qui dépend des conditions climatiques.
- **Facteurs mécaniques** : l'énergie cinétique des vagues constituent des causes d'érosion et de fissuration du béton.

V.2.2 Les mécanismes d'attaque par l'eau de mer

Le processus chimique d'attaque des bétons par l'eau de mer résulte de plusieurs réactions plus ou moins simultanées et interdépendantes faisant appel à différents mécanismes : dissolution-lixiviation, réactions d'échanges de bases, précipitation de composés insolubles et cristallisation de sels expansifs.

V.2.2.1 Processus d'attaque par les chlorures

Une partie des chlorures est fixée par les silicates de calcium hydratés, et une autre partie se combine avec C_3A sous forme de monochloroaluminate de calcium ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaCl}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$).

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

V.2.2.1.1 Action du chlorure de magnésium

Le chlorure de magnésium ($MgCl_2$) réagit avec la portlandite selon la réaction :



V.2.2.1.2 Action du chlorure de calcium

Le chlorure de calcium réagit avec l'aluminat tricalcique (C_3A) du ciment selon la réaction :



V.2.2.2 Processus d'attaque par les sulfates

V.2.2.2.1 Action du sulfate de sodium

La dégradation des bétons par les sulfates est due principalement à des phénomènes d'expansion en relation avec la cristallisation d'ettringite dite ettringite secondaire expansive, à distinguer de l'ettringite « primaire », obtenue lors de l'hydratation des ciments portland par réaction avec le gypse, car cette ettringite primaire n'est jamais expansive.

Schématiquement, la formation de l'ettringite secondaire se déroule en deux étapes :

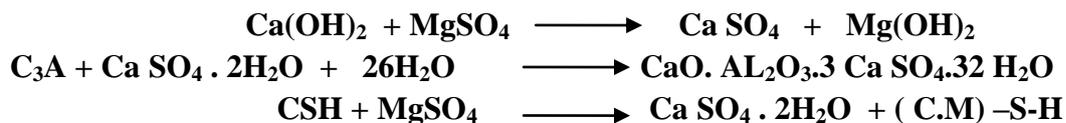
- **Formation de gypse secondaire** : la formation de gypse secondaire par opposition au gypse primaire ajouté au ciment comme régulateur de prise résulte d'une réaction de substitution entre la portlandite et le sulfate selon la réaction suivante :



- **Formation de l'ettringite secondaire** : la formation de l'ettringite secondaire peut résulter de la réaction chimique entre le gypse secondaire et les aluminates de calcium anhydres C_3A ou hydratés C_4AH_{13}

V.2.2.2.2 Action du sulfate de magnésium

Le sulfate de magnésium est particulièrement agressif par double action du cation Mg^{2+} qui s'échange avec le cation Ca^{2+} et l'anion SO_4^{-2} selon les réactions :



V.2.2.2.3 Action du sulfate de calcium

Le sulfate de calcium est agressif dans le béton malgré sa faible solubilité relative, le processus de dégradation, plus lent que dans le cas des sulfates de magnésium, est dû essentiellement à la formation de l'ettringite secondaire expansive.

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

V.2.2.2.4 Action du sulfate de potassium

Le sulfate de potassium K_2SO_4 a une action voisine de celle du sulfate de sodium, cependant la vitesse d'attaque est un peu plus lente.

V.2.3 Généralités sur la durabilité des bétons ou composites renforcés par des fibres végétales

Le renforcement des composites cimentaires par des renforts fibreux ne permet seulement d'augmenter la résistance après fissuration, mais il permet aussi d'augmenter la durabilité en divers milieux.

L'influence d'un milieu marin sur les performances mécaniques des composites fibrés a été largement étudiée ces dernières années. Plusieurs travaux réalisés ont trouvé que les fibres végétales résistaient mal aux alcalis. Le faible taux de ces fibres en milieu alcalin, en particulier dans la chaux libérée par les ciments lors d'hydratation, constitue une contrainte qui limite le champ d'utilisation de ce type de fibres dans le ciment. Et ce phénomène se manifeste au niveau de la fibre, soit par détérioration, soit par diminution de sa résistance en traction.

Les composites à base de fibres de diss sont vieillis dans l'eau de mer pendant 120 jours et 210 jours.



Figure V.6 : Vieillesse alcaline des composites à base de fibres de diss

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

V.2.4 Propriétés physiques des composites après vieillissement alcalin

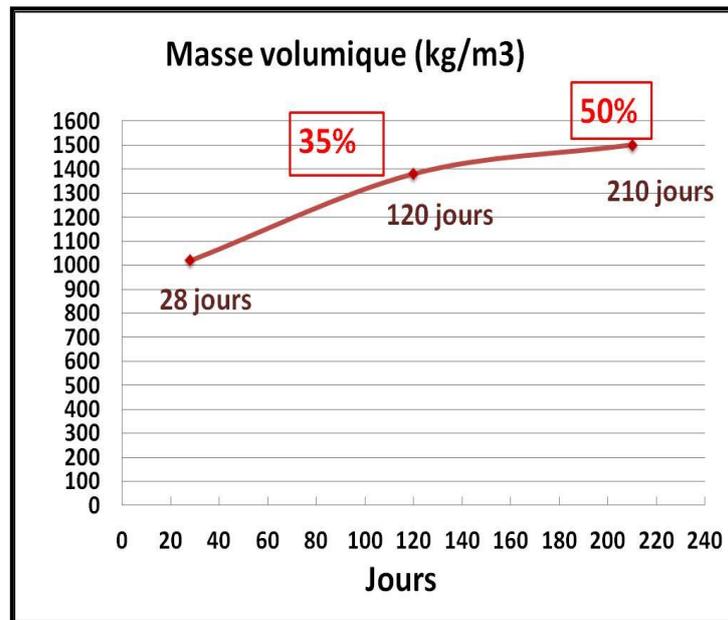


Figure V.7 : Masse volumique après vieillissement à l'eau de mer

Les résultats montrent que les masses volumiques des composites augmentent après 120 jours et 210 jours de vieillissement à l'eau de mer, et cette augmentation est due à un gonflement des éprouvettes pendant ces durées.

V.2.5 Propriétés mécaniques des composites après vieillissement alcalin (Eau de Mer)

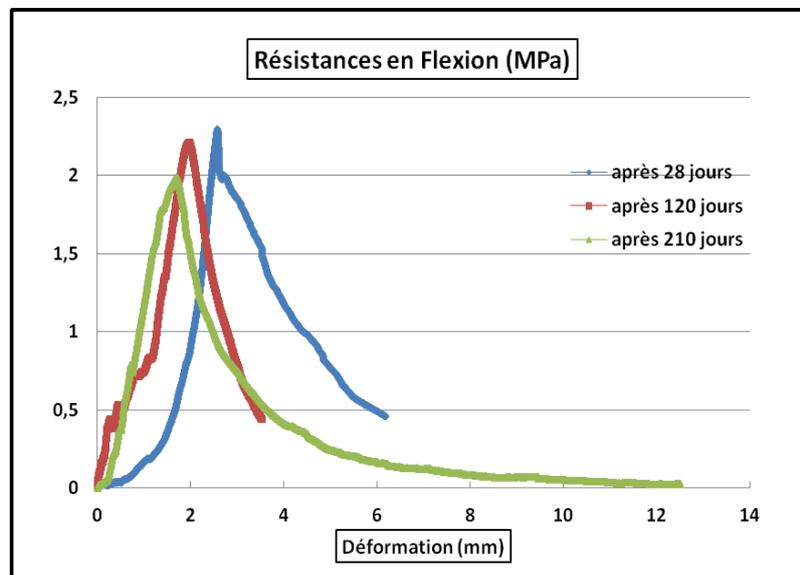


Figure V.8 : Résistances en flexion des composites à base de diss vieillis à l'eau de mer

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

Les résistances à la flexion des composites vieillis à l'eau de mer chutent au cours du temps, car la ductilité des fibres dans un milieu alcalin diminue (figure V.9), et ceci due à la décomposition de certains composants chimiques de ces fibres tels que la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, et ces constatations ont fait l'objet de recherches antérieures.



Figure V.9 : Essai de flexion après chaque vieillissement alcalin

Gram [GRA88] a résumé la décomposition de la cellulose en milieu alcalin en deux phénomènes ;

- Le « peeling-off » qui concerne les extrémités des chaînes moléculaires, constituées de groupes réducteurs qui réagissent avec les ions OH^- de la solution alcaline. Cette réaction conduit à la formation d'acides isosacchariniques qui se partagent la chaîne.
- L'hydrolyse alcaline qui entraîne la division de la chaîne moléculaire et la diminution du degré de polymérisation, conduisant à une plus grande sensibilité au premier mécanisme.

Donc, d'après Gram [GRA88] la dégradation des fibres végétales est causée principalement à la décomposition chimique de la lignine et l'hémicellulose de la lamelle mitoyenne ainsi que la rupture de la liaison entre les fibres individuelles (figure V.10).

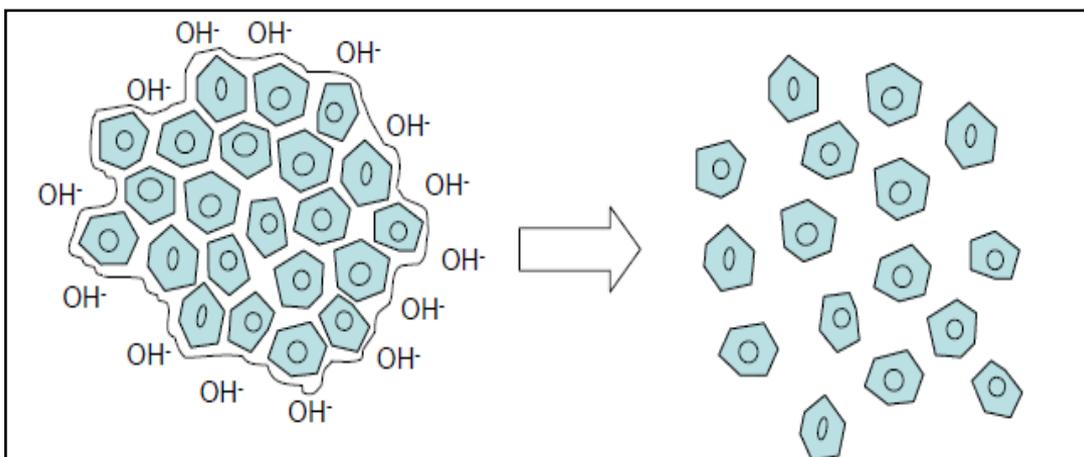


Figure V.10 : Décomposition chimique des fibres de sisal en milieu alcalin [GRA88]

Chapitre V : Durabilité des composites à base des fibres végétales (Diss)

Outre, la salinité de l'eau de mer influe sur les performances mécaniques des composites. Une forte concentration en sels conduit à dégrader le composite complètement, et ils attaquent les hydrates (C-S-H) et la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) par plusieurs mécanismes qui sont définis précédemment dans ce chapitre.

Pour les résistances à la compression ;

- A 120 jours, on a enregistré une augmentation des résistances de l'ordre de 62%, est ceci peut être du à la formation d'autre hydrates.
- A 210 jours, on a enregistré une chute des résistances de l'ordre de 22%, à cause des attaques des sulfates présentes dans l'eau de mer, qui devient agressif.

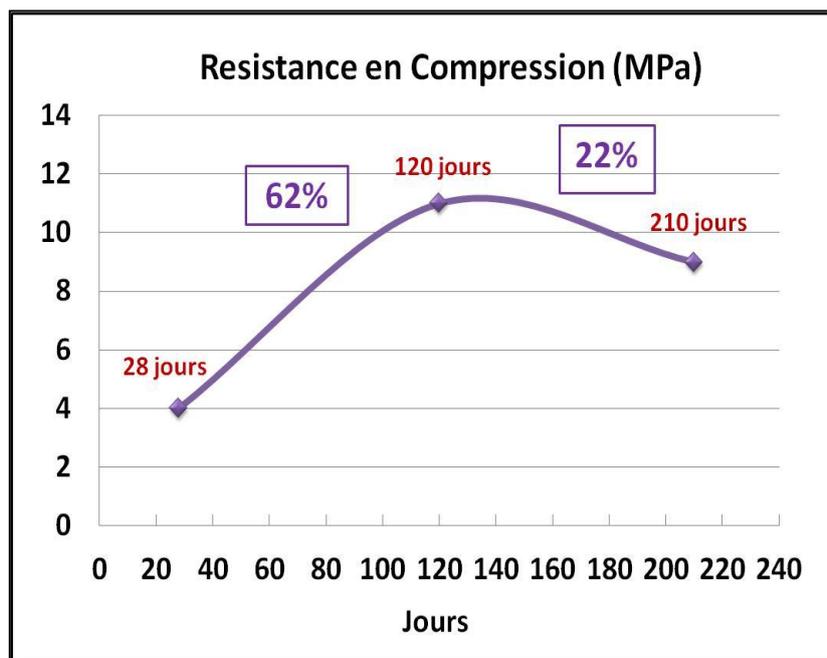


Figure V.11 : Résistances en compression des composites après vieillissement à l'eau de mer

Conclusion

Plusieurs points intéressants peuvent être extraits dans ce chapitre ;

- L'humidité de l'air ambiant peut influencer sur les performances mécaniques des composites à base de fibres de diss.
- Le milieu alcalin peut modifier les performances mécaniques des composites au cours du temps, et l'influence de milieu sur les fibres est remarquable.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Les travaux présentés dans cette étude s'inscrivent dans l'objectif général de valorisation de co-produits végétaux en abondance sur tout le pourtour méditerranéen et à l'état sauvage qui présentent d'excellentes caractéristiques mécaniques, qui sont utilisés comme granulats dans des composites à matrice cimentaire.

Les fibres de diss utilisées sont caractérisées chimiquement par plusieurs composants, on a trouvé qu'elles renferment une quantité très importante de cellulose qui assure à nos composites des meilleures performances mécaniques, et en revanche un taux de sucres assez important plus de 30% qui sont responsables de la faiblesse des résistances. Pour cela on a effectué plusieurs différents types de traitements pour modifier la surface de fibres et augmenter les résistances mécaniques des composites obtenus.

L'analyse minéralogique effectuée montre que les fibres de diss sont riches en silice qui confère à cette plante une très grande résistance à la traction.

Pour identifier les différentes structures des fibres de leur composites, on a utilisé des prises de vues au MEB et au microscope optique, qui ont pu expliquer certains phénomènes qui étaient abstraits au départ. Ces prises de vue détaillées au MEB des fibres de diss avec différents traitements nous ont permis d'expliquer les problèmes d'absorption et de résistance des composites élaborées avec les différents types de fibres de diss.

Ces analyses montrent que les fibres de diss présentent une structure externe épineuse qui améliore l'adhésion avec la matrice, et une structure interne très poreuse, responsable de la forte absorption dans les fibres naturelles et de diss bouilli, mais nulles quand les fibres sont enrobées de huile de lin, qui rendent les fibres très étanches.

Le ciment utilisé est un ciment CPJ 42.5 de Hadjar Essoud, avec des caractéristiques physiques acceptables et conforme aux normes.

Pour appréhender les problèmes d'incompatibilité chimique, observés dans les composites cimentaires à base de fibres végétales à l'état brut, ces dernières ont été traitées à l'eau bouillante afin d'extraire les constituants hydrosolubles responsables de la baisse des performances mécaniques des matériaux à matrices minérales. Il s'agit d'évaluer les propriétés des matériaux élaborés telles que la masse volumique, les résistances mécaniques en compression et en flexion, pour des ratios volumiques (fibres de diss/liant) de 4, 5 et 6 et des longueurs de fibres aléatoires allant de 1 à 1.5 cm.

Pour les différentes formulations utilisées, nous avons pu déterminer les rapports optimums du rapport E/C sur la base des caractéristiques mécaniques, sont de 0.7, 0.8 et 0.9 pour le rapport diss/ciment égal à 4, 5 et 6 respectivement. Cette augmentation du rapport E/C est liée à l'augmentation du volume de fibres, qui absorbent un pourcentage d'eau avoisinant les 90%.

Le comportement mécanique en flexion et en compression des composites des fibres de diss sont inversement proportionnels au volume de ces fibres, plus le pourcentage de fibres augmente plus les résistances mécaniques diminuent, ceci montre que le meilleur pourcentage

Conclusion Générale

volumique des fibres par rapport au ciment a été trouvé égal à 4.0 pour des composites rentrant dans les matériaux légers.

Des courbes du comportement mécanique des composites à différentes formulations, on note une ductilité importante qui peut atteindre pour les formulations à 4 et 5 volumes de diss en moyenne 15% si on n'a pas arrêté l'essai à 10% lors du contrôle des déformations, et aux environs de 10% pour les composites à 6 volumes de diss. On constate que la résistance à la flexion et la masse volumique diminuent plus on augmente la quantité de fibres. Ces ductilités sont dues aux meilleures dispositions des fibres dans toutes les zones fragiles, qui jouent le même rôle que les armatures dans les poutres en béton armé.

Les composites comportant des fibres de diss ont présenté des comportements très ductiles aussi en flexion qu'en compression, contrairement aux pâtes pures des liants qui ont un comportement fragile.

Le Pré-mouillage permet aux fibres d'absorber l'eau nécessaire pour leur saturation, qui avoisine les 90%, et le reste d'eau ajoutée permet l'hydratation du ciment dans le composite. Par ailleurs le Pré-mouillage des fibres augmente considérablement les résistances à la flexion et à la compression des composites, comparés aux fibres de diss bouillies et séchées, et ce pour toutes les différentes formulations adoptées. Le pré-mouillage augmente bien l'adhésion entre les fibres et la pâte de ciment.

Les composites à base de fibres de diss ont tous présenté des comportements ductiles aussi bien en flexion qu'en compression, dû essentiellement à la morphologie des fibres de diss, qui présentent des épines qui assurent bien la liaison entre les fibres et la pâte de ciment.

Les composites obtenus ont une masse volumique très réduite, qui permet de classer ces matériaux comme étant légers et ont un comportement très ductile, qui laisse envisager utiliser ce matériau comme remplissage dans les zones sismiques.

La courbe contrainte-déformation des assemblages de briques renforcées par des fibres de diss a présenté un comportement ductile, et les prismes testés en compression sont restés solidaires avec apparition de fissures au niveau des briques, et le mortier est resté intact.

La résistance à la compression des assemblages de briques de diss a été évaluée à 2.10 MPa, et leur module d'élasticité moyen est de 1050 MPa, pour une résistance des briques en compression de 6.75 MPa, et une résistance à la traction par flexion de 1.5 MPa.

La conservation des composites à base de fibres de diss dans le milieu environnant du laboratoire affectent légèrement les résistances à la flexion, par perte de résistance due certainement à une perte de ductilité, mais ces pertes restent faibles. Par contre on note une augmentation des résistances à la compression ceci est éventuellement dû au phénomène de carbonatation, car l'air ambiant contient CO_2 qui en présence d'humidité réagit avec le ciment hydraté, et la réaction passe par les trois étapes fondamentales responsables de l'hydratation du ciment et où, on peut conclure que la calcite formé (CaCO_3) par l'effet de carbonatation augmente les résistances à la compression des composites.

Conclusion Générale

Dans le cas de conservation des composites dans l'eau de mer, on constate également une perte de résistance en flexion à long terme, due aussi à l'attaque qui peut subir les fibres de diss dans un milieu alcalin, et ceci due à la décomposition de certains composants chimiques de ces fibres tels que la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, et ces constatations ont fait l'objet de recherches antérieures. Par contre on note pour un premier temps une augmentation de la résistance à la compression, puis au cours du temps une défaillance de la résistance à cause de l'attaque que peuvent subir les fibres à long terme. Cette étude serait plus complète, si on laisse encore plus longtemps les composites dans la solution de l'eau de mer, pour étudier le problème de durabilité des composites.

Le diss en fibres est considéré finalement comme un élément de renfort par excellence dans les matrices cimentaires, il permet d'obtenir des composites assez résistants à la flexion, qui lui confère un comportement ductile, aussi bien en tant élément de construction seul ou dans les assemblages.

Perspectives

Perspectives

L'utilisation des tiges de diss comme élément de renfort est une technique ancienne, elle a été utilisée par nos ancêtres pour le renforcement des murs en argile naturelle, et ces constructions résistent encore malgré les aléas de la nature. Mais son utilisation au niveau recherche est très récente. Pour cela des efforts doivent être concentrés pour développer son utilisation en tant que tiges ou en fibres comme renfort dans des matrices cimentaires, argileuses et/ou de chaux.

On a étudié dans cette thèse l'optimum du rapport E/C pour trois différents rapports de volume de Fibres/Ciment, il serait intéressant de voir aussi l'optimum de ce rapport pour d'autres pourcentages de fibres aussi bien inférieures que supérieures.

L'étude de l'effet des longueurs des fibres (fixée dans notre recherche entre 1 et 1.5 cm), sur le comportement mécanique des composites mérite une attention particulière, et permet d'optimiser au mieux les dimensions des fibres qui donnent des résistances et des comportements plus intéressants.

L'utilisation de plusieurs autres traitements habituellement utilisés pour les fibres végétales, comme l'enrobage des fibres par du ciment ou de la chaux ou de traitement chimique des fibres par des silicates permet également d'améliorer le comportement mécanique de leurs composites.

On a utilisé dans notre étude des éprouvettes de dimensions (40x40x160) mm³, d'autres dimensions plus importantes peuvent faire l'objet de recherche comparative, pour étudier l'effet de dimensions sur le comportement mécanique des différents composites sur la base des différents traitements et paramètres cités ci-avant.

L'étude des composites en tant que briques dans des assemblages en compression axiale, pourra s'étendre à d'autres sollicitations telles que la résistance au cisaillement avec ou sans pré-compression.

L'amélioration du comportement des composites ou de leurs assemblages serait possible, si des études approfondies seraient menées sur les différents traitements usuellement utilisés sur des fibres similaires.

La durabilité des fibres et des composites serait un sujet d'actualité, en étudiant le comportement des différents composites dans différents milieux et en étudiant également l'effet des variations dimensionnelles de séchage et extrêmes, qui nous renseignent mieux sur le comportement à long terme de ces composites.

Référence bibliographique

- [AAM04] E.H. Aamr Daya, “**Contribution à la valorisation de coproduits du lin, poussières obtenues par aspiration lors du teillage, dans une matrice cimentaire** ”.
Thèse de doctorat de l’Université de Picardie Jules Verne., Septembre 2004.
- [ACI96] Reported by ACI Committee 544, “**State-of-the-art report on fiber reinforced Concrete**”.
ACI 544.1-96
- [AGA95] L.K. Agarwall., “**Bagasse-reinforced cement composites**”.
Cement and Concrete Composites, 1995, Vol. 17, pp. 107-112.
- [ALI03] R. Ali, S. Iannace, L. Nicolais, “**Effect of processing conditions on mechanical and viscoelastic properties of Biocomposites**”.
J Appl Polym Sci 2003; 88:1637–42.
- [AOU91] S. Aouadi, A. Heyraud, F. Seigle-Murandi, R. Steinmann, J. Kraus, G. Franz, “ **Structure and Properties of an Extracellular Polysaccharide from Laetisaria arvalis: Evaluation of its Antitumor Activity**”.
Carbohydr. Polymers 16, 155-160(1991).
- [ARS01] M. Arsene, K. Bilba & A. Ouensanga, “**Influence des constituants de la fibre de bagasse sur la prise du matériau composite bagasse/ciment** ”.
Revue des composites et des matériaux avancés, 2001, pp. 7-20.
- [AVE04] L. Averous, N. Boquillon, “**Biocomposites based on plasticized starch: thermal and mechanical behaviours**”.
Carbohydrate Polymers 56 (2004) 111–122.
- [AZI84] M.A. Aziz, P. Paramasivam, S.L.Lee, “**New Reinforced Concretes “Concrete reinforced with natural fibers”**”.
Surrey University Press, 1984
- [BAH09] O. Bahloul, A. Bourzam, A. Bahloul, “**Utilisation des fibres végétales dans le renforcement de mortiers de ciment**” .
SBEIDCO, 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, 2009
- [BAL02] Ch. Baley, Y. Grohens, G. Levesque, F. Busnel, C. Pommel, O. Sire “ **influence des traitements chimiques sur les propriétés interfaciales et l’adhérence du système fibre de lin-résine polyester**” .
Matériaux, (2002).
- [BAL04] Ch. Baley., “**Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites**”.
(AM6 AM5130):P.1-12.2004.

Références Bibliographiques

- [BLE99] AK. Bledzki, J. Gassan, **“Composites Reinforced With Cellulose Based Fibres”**.
Progress in Polymer Science, Vol 24, p. 221-274, 1999.
- [BOD07] E. Bodros, I. Pillin , N. Montrelay, C. Baley, **“Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications? ”**.
Composites Science and Technology 67 (2007) 462–470.
- [BRA76] M. M. Bradford, **“A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye Binding”**.
Anal. Biochem. 72:248-254 (1976).
- [BRA95] A.M. Brandt., **“Cement based composites Materials”** .
Mechanical properties and performance,
Editions E&FN Spon, (1995), Londres.
- [BRA08] A. M. Brandt, **“Fiber reinforced cement-based (FRC) composites after 40 years of development in building and civil engineering”**.
Composite Structures, Volume 86 (2008) 3-9, citée par [MAG10]
- [CAS81] J. Castro, A.E. Naaman, **“Cement Mortar Reinforced with Natural Fibers”**.
ACI Materials Journal. Volume 78-6 (1981) 69-78 , citée par [MAG10]
- [CLA07] Claire.S. Peyratout, M. Le Troëdec, T. Chotard, J. Pierre Bonnet, A. Smith **“Modification physico-chimiques des interactions entre les fibres de chanvre et la chaux : impacts sur les propriétés mécaniques des mortiers”**.
18^{ème} congrès Français de Mécanique, 27-31 08 (2007)
- [CRE70] R. Cready, **“Pectic materials”**.
Methodes in food analysis, 2nd edition, New York academic press, pp 565-599
- [DAL12] M. Dallel, **“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, Laboratoire De Physique Et Mécanique Textiles (LPMT) ,2012.
- [DOB07] L. Dobircau, J.M. Saiter, N. Leblanc, R. Saiah, R. Gattin, **“Propriété physique des composites 100% naturels renforcés par des fibres de coton”** .
AMAC, 2007
- [FAO10] Food and Agriculture Organization of the United Nations, 2010

Références Bibliographiques

- [FAY05] B. Fayolle, J. Verdu., **“Vieillessement physiques des matériaux composites”**.
Techniques de l'Ingénieur, AM 3150:1-19, 2005.
- [FER11] S. Fertikh, M. Merzoud, A. Benazzouk, O. Douzane, T. Langlet, **“Elaboration et caractérisation de composites à base de fibres naturelles de diss à matrice argile/chaux”**.
Récents Progrès en Génie des Procédés, Numéro 101 – 2011 ISSN 1775-335X-ISBN 2-910239-75-6, Ed. SFGP, Paris, France
- [FER12] S. Fertikh, M. Merzoud, M. Bounadja, A. Ghania, A. Benazzouk, **“Caractéristiques mécaniques des composites à base de fibres de diss dans différentes matrices”**.
Journées de l'AUGC et IBPSA, Chambéry du 6 au 8 juin 2012, France
- [FIS74] V.F. Fischer, O. Wienhaus, M. Ryssel & J. Oldbrecht, **“The water-soluble carbohydrates of wood and their influence on the production of lightweight wood-wools boards”**.
Holztechnologie, pp. 12-19 (1974).
- [FRD-
ADEME11] **“Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétale à usage matériaux en France ”**.
Donnés internes, Fibres Recherche Développement
- [GOV04] A. Govin., **“Aspects physico-chimiques de l'interaction bois-ciment/Modification de l'hydratation du ciment par le bois”**.
Thèse de doctorat, l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, N°:331CD (2004).
- [GRA88] H.E. Gram., **“Durability of natural fibres in concrete”**.
In Concrete technology and design, Natural fiber reinforced cement and concrete, N, Swamy, Blackie and Son Ltd, UK 1988
- [GRI75] C.T. Grimm, **“Strength and related proprieties of brick masonry”**.
Journal of Structural Division, Proceeding of the American Society of Civil Engineers, Vol 101 st1, January 1975 pp 217-232
- [JAW85] I.Jawed, J. Skalny, J.F.Young, **“Structure and performance of cements”**.
Hydratation of Portland Cement Structure and Performance of Cements, 1985, pp. 237-317.
- [JOS80] J. P. Josleau, **“Les hémicelluloses. Dans : les polymères végétaux, polymères pariétaux et aliments non azotés”**.
Gauthier Villars Ed., 87-121 (1980).
- [KAW85] I. Kawai, I.Tomiyasu, E.Yabuuchi. **“Stimulator effect of certain plants sphingolipids on fruiting of schizophyllum commune”**.
J.Biol . Chem.261. 779-784 (1985)

Références Bibliographiques

- [KEL94] R. Keller., “ **La constitution du bois, In: Jodin P., Le Bois**”.
Matériau d'Ingénierie, ARBOLOR, Nancy: pp. 13-52. (1994)
- [KHE90] M. M. Khenfer., “**Caractérisation structurale et rhéologique des ciments et des plâtres renforcés de fibres cellulosiques**”.
Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, Juin 1990.
- [KHE00] M. M. Khenfer, P. Morlier., “**Caractérisation et microstructure des ciments renforcés de fibres de cellulose** ”.
Bulletin des L.C.P.C 224, Réf 4236, pp.49-58, Jan-Fev 2000.
- [KLA84] C. Klason, J. Kubat., H.E. Strömvall., “**Efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastics. Part 1 Filling without processings aids or coupling agents**”.
Inter. J. Polymeric Mater. (1984), 10, p. 159-187.Cité par [RAG10]
- [KRI05] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M.M. Khenfer, M. Chabannet, “**Mechanical properties of date palm fibers and concrete reinforced with date palm fibers in hot-dry climate**”.
Cement and Concrete Composites, Volume 27 (2005) 554-564
- [LAN07] T. Langlet, E. Aamr-Daya., A. Bennazzouk, R.M. Dheilily, M. Quéneudec, “**The suitability of utilising flax by-product materials for lightweight cement composites**”.
Construction and Building Materials, (2007).
- [LEB08] N. Leblanc, R. Saiah, E. Beucher, R. Gattin, “**Structural investigation and thermal stability of new extruded wheat flour based polymeric materials**” .
Carbohydrate Polymers 73(2008) 548-557
- [LED00] A. Ledhem, Dheilily R.M, M. Quéneudec, “**Reuse of waste oils in the treatment of wood aggregates**”.
Waste Management 20 (2000), 321-326.
- [MAG99] A. Magurno; “**Vegetable Fibres In Automotive Interior Components**”.
Die Angewandte Makromolekulare Chemie 1999; 272:99–107.
- [MAG10] C. Magniont., “ **Contribution à la formation et à la caractérisation d'un Eco-matériau de construction à base d'agroressources**”.
Thèse de doctorat, Université de Toulouse III-Paul Sabatier, laboratoire de Matériaux et Durabilité des constructions, (2010).
- [MAU85] A.H.P. Maurenbrecher, “**Axial Compression tests on masonry walls and prisms**”.
Third North American Masonry Conference, June 1985, pp 19-1 à 19-14

Références Bibliographiques

- [MER07] M. Merzoud., **“Elaboration et caractérisation d’un matériau composite à base de fibres de diss dans la fabrication de la maçonnerie”**.
Thèse de doctorat d’Etat, Université Badji Mokhtar, 2007, pp 123
- [MER08a] M. Merzoud, R.M. Dheilily, A. Goullieux, M. Queneudec, M.F. Habita., **“Optimisation of Lignocellulosic Composite formulated with a local resource: The Diss (Ampelodesma mauritanica)”**.
Proceeding of the 7th International Congress July 2008, Dundee Scoltand, U.K, Edition IHS BRE presse, ISBN-13: 978-1-84806-037-1, pp 651-660
- [MER08b] M. Merzoud, M.F. Habita, **“Elaboration de composite cimentaire à base de diss (Ampelodesma Mauritanica) ”**.
Journal Afrique Science, Vol 4 (2), 2008 pp.
- [MEZ10] N. Mezigueche., **“comportement des remplissages dans les structures sous différentes sollicitations : cas de la maçonnerie”**.
Thèse de magistère, Université Badji Mokhtar de Annaba, (2010)
- [MOH05] B.J. Mohr, H. Nanko, K.E. Kurtis., **“Durability of Kraft pulp fiber-cement composites to wet/dry cycling”**.
Cement and Concrete Composites, Volume 27 (2005) 435-448
- [MOK91] F. Mokhtari., **“Contribution à l’étude des composites à base de liants pouzzolaniques et de bambou”**.
Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1991.
- [MOR05] B. Mortaigne. **“Vieillessement des composites - mécanismes et méthodologie d’étude”**.
Techniques de l’Ingénieur, AM 5320:1-21, 2005.
- [MUS74] Y. Musha , D.A.I. Goring, **“Klason And Acid-Soluble Lignin Content Of Hardwoods”**.
Wood SCI, 7. 133-134 (1974)
- [O’DE98] J.L. O’dell, **“Naturel fibers in resin transfer molded composites”**.
The fourth international conference on wood fiber-plastic composites , USA 1998
- [PAI06] M.C. Paiva, I. Ammar, A.R. Campos, R.B. Cheikh and A.M. Cunha, **“Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization”**.
Composites Science and Technology, Vol 67, pp.1132-1138 (2006)
- [PLA09] V. Placet., **“Influence de traitements hygrothermiques sur les propriétés mécaniques de composites à fibres végétales”**.
Université de Franche-Comté – F - 25000 BESANCON CEDEX
Manuscrit auteur, publié dans "JNC 16, Toulouse : France (2009)

Références Bibliographiques

- [RAG10] M. Ragoubi, **“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, 2010
- [REI05] J.M.L. Reis, **“Fracture and flexural characterization of natural fiber-reinforced polymer concrete”**.
Construction and Building Materials, 2005, article in press.
- [ROK11] M. Rokbi, H. Osmani., **“L’effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa”**.
20^{ème} Congrès Français de Mécanique, 29 Août au 02 Septembre 2011
- [ROW98] R.M. Rowell et al, H.P.STOUT, **“Jute and kenaf”**.
Handbook of fiber chemistry, second edition, polytechnic university Brooklyn, New York, p, 465-504, 1998
- [SAV03] Jr H. Savastano, P.G. Warden, R.S.P. Coutts, **“Mechanically pulped sisal as reinforcement in cementitious matrices”**.
Cement Concrete Composites 25 (2003) 311-319.
- [SED07a] D. Sedan. C. Pagnoux. A. Smith. T. Chotard, **“Propriétés mécaniques de matériaux enchevêtrés à base de fibre de chanvre et matrice cimentaire”**.
18^{ème} Congrès Français de Mécanique. Août 2007
- [SED07b] D. Sedan., **“Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite”**.
Thèse de doctorat, Université de Limoges, Novembre, N° 63-2007
- [SEI80] G. Seidel, H. Huckuf et J. Stark, **“Technologie des ciments, chaux et plâtres, processus et installations de cuisson”**.
Paris : Septima, 1980.
- [SEL13] A. Sellami, M. Merzoud, S. Amziane., **“Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers”**.
ELSEVIER, Construction and Building Materials Vol (47), pp, 1117-1124(2013)
- [SEL14] A. Sellami, M. Merzoud, S. Aouadi, S.Fertikh, A. Benazzouk, **“Effet de différents traitements sur le comportement mécanique des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (Diss)”**.
Colloque International CMMS14, Tizi-Ouzou 12&13 Novembre 2014
- [SHI,BUR60] R. Shields, W. Burnett. **“Determination of protein bound carbohydrate in serum by a just modified anthrone method”**.
Anal. Chem., 32: 885-886. (1960)

Références Bibliographiques

- [SOM03] N. Sombatsompop, K. Chaochanchaikul, C. Phromchirasuk, S. Thongsang **“Effect of wood sawdust content on rheological and structural changes, and thermo-mechanical properties of PVC/sawdust composites”**.
Polymer International 52(12):1847-1855 (2003), cité par [AUG07]
- [TAJ07] S. Taj, M. Ali Munawar and S. Khan, **“Natural fiber-reinforced polymer composites”**.
Proceedings of Pakistan Academy of Sciences, Vol 44(2) (Mars 2007)
- [TOL00] R. D. Tolêdo Filho, K. Scrivener, G.L. England, K. Ghavami **“Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibers in cement mortar composites”**.
Cement and Concrete Composites, Volume 2 (2000) 127-143, citée par [MAG10]
- [TOL03] R.D. Tolêdo F, K. Ghavami, D. G. L. Englan, K. Scrivener, **“Development of vegetable fibers-mortar composites of improved durability”**.
ELSEVIER, Cement and concrete composite, volume 25, p12, 2003.
- [TRO09] M. Le Troëdec., **“Caractérisation des interactions physico-chimiques dans un matériau composite à base de phyllosilicates, de chaux et de fibres cellulosiques”**.
Thèse de doctorat, Université de Limoges, Faculté des Sciences et Techniques, N°65-2009
- [VER89] C. Vernet, **“Evolution de la microstructure des hydrates des ciments, Aspects théoriques”**.
8^{ème} congrès International Journal of Cement composites and lightweight Concrete, Vol. 11, 1989, pp. 11-19.
- [WAN05] W. Wang, M. Sain, & P.A. Cooper. **“Hygrothermal weathering of rice hull/hdpe composites under extreme climatic conditions”**.
Polymer Degradation and Stability, 90(3):540_545, December 2005.
- [WEE09] **Méthode normalisée AFNOR NFV 03-040**
Produits agricoles et alimentaires, correspond à la cellulose brute.
- [WOL98] M. Wollerdorfer, H. Bader, **“Influence of natural fibers on the mechanical properties of biodegradable polymers”**.
Indus Crops Prod 1998; 8:105–12.