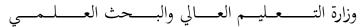


# الجمهورية الجزائرية الديم قراطية الشعبية

# Republique Algerienne Democratique Et Populaire





# Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Larbi Tébessi – Tébessa –

Faculté des Sciences et de la Technologie Département de Génie de Mécanique

## **MEMOIRE**

Présenté pour l'obtention du diplôme de Master Académique

En : Génie de Mécanique

Spécialité : Génie de Matériaux

Par: Salhi Rima

**Bakhouche Farida** 

#### **THEME**

Matériaux composites issus de ressources naturelles: formulation, caractérisation et potentiels future.

Présenté et soutenu publiquement, le 04/07 /2023, devant le jury composé de :

**Pr. DEGHBOUDJ Samir** Pr université Larbi Tébessa – Président

**Dr. DIHA Abdallah** MCA université Larbi Tébessi – Tébessa – Examinateur

**Dr. KHELIFA Hocine** MCB université Larbi Tébessi – Tébessa – Rapporteur

Promotion: 2022/2023

# Dédicaces

Avant tout, je remercie ALLAH qui m'aide;

Je dédie ce modeste travail à mes chers parents ADEL et HASSINA qui n'ont pas cessé de m'encourager durant toutes mes études que Dieu leur accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçois;

À mes chers frères et sœurs

MOUHAMED ISLEM, WAEL, ROUFAIDA, NOUSSAIBA;

À mes cousins et cousines et ses enfants, et tous ceux que j'aime;

À ma collègue : SALHI RIMA

À tous mes amis, ainsi qu'à toutes les personnes qui nous ont aidés à la réalisation de notre travail.

À tous les étudiants de branche Génie des matériaux 2022-2023.

BAKHOUCHE FARIDA

# Dédicaces

Avant tout, je remercie ALLAH qui m'aide;

Je dédie ce modeste travail à mon cher père ABD ELHAFID 'demandé à Dieu de bénir et nous rassemble au paradis' et à ma chère mère NAOUA qui n'a pas cessé de m'encourager durant toutes mes études que Dieu lui accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne tu déçois;

À mes chères sœurs

GHANIA, HALIMA, FADDA;

À ma chère nièce

**GHOUSSOUNE** 

À mes cousins et cousines et ses enfants et tous ceux que j'aime;

À ma collègue : BAKHOUCHE FARIDA

À tous mes amis, ainsi qu'à toutes les personnes qui nous ont aidés à la réalisation de notre travail.

À tous les étudiants de branche Génie des matériaux 2022-2023.

SALHI RIMA

## Remerciements

C'est avec un grand plaisir que je réserve ces quelques lignes en signe de gratitude et de profonde reconnaissance à tous ceux qui de près ou de loin, ont contribué à la réalisation et l'aboutissement de ce travail

Tout d'abord, je tiens à remercier **Allah** tout puissant, de m'a permis de mener à bien ce mémoire, et de m'a orienté au chemin du savoir.

Ensuite, je remercie sincèrement **Dr. KHELIFA Hocine**, Maitre de conférences au sein du département Génie mécanique de la faculté des sciences et technologie à l'université de Tébessa, pour son encadrement, son assistance, son soutien, sa disponibilité et ses précieux conseils.

Mes viss remerciements s'adressent à **Pr. DEGHBOUDJ Samir**, Professeur au sein du département Génie mécanique de la faculté des sciences et technologie à l'université de Tébessa, et **Dr. DIHA Abdallah**, Maitre de conférences au sein du département Génie mécanique de la faculté des sciences et technologie à l'université de Tébessa, pour l'honneur qu'il nous a accordé en acceptant de juger notre travail.

Enfin, j'adresse mes chaleureux remerciements à mes enseignants pour la qualité de l'enseignement qu'ils ont bien voulu me prodiguer durant mes études afin de me fournir une formation efficiente, merci au chef de laboratoire de génie mécanique Mr. FARHI fouaz, toute l'équipe du laboratoire de génie civil et laboratoire des essaies physico-mécaniques de La cimenterie d' ELMALABIOD, spécialement à Mr.

#### MESSAOUD Abdelakil.

Merci à toutes et tous.

# Résumé

Grâce à leurs propriétés mécaniques intéressantes, recyclage et faible coût de production, les composites à renfort en fibres végétales, issues des résidus agricoles, sont d'un intérêt particulier pour les industriels comme pour les scientifiques qui cherchent à intégrer des nouveaux matériaux écologiques et biodégradables afin de substituer les fibres synthétiques notamment les fibres de verre. L'utilisation croissante de ces composites dans des domaines comme l'automobile, la boiserie, le bâtiment et bientôt l'aéronautique, pose la question de la fiabilité de ces structures avec lesquels ils sont fabriqués. Cette fiabilité doit être garantie lors de la conception, par une bonne connaissance des propriétés du matériau utilisé. En l'occurrence pour les composites, il est nécessaire de connaître les propriétés mécaniques de leurs constituants, fibres et matrice...etc. Dans ce contexte, notre travail s'intéresse dans un premier temps à la valorisation économique et industrielle des fibres d'Alfa (FA) et de Diss (FD), et de l'incorporer en tant qu'un élément de renforcement dans les matériaux composites à matrice cimentaire, pour une utilisation ultérieure dans des applications non structurelles. À cet effet, le choix des fibres utilisés est éprouvé par le fait que l'est de l'Algérie est le plus grand territoire national dans la culture des FA et FD. La présente recherche, mettre en évidence l'élaboration des bio-composites à matrice cimentaire renforcés par ce genre de fibres, en basant sur la méthodologie statistique de Taguchi, afin de minimiser le cout et le nombre des tests, ensuite les bio-composites élaborés sont caractérisés mécaniquement sous chargement statique en compression et en flexion 3-points après 28 jours de période de séchage.

**Mots Clés :** Fibres végétales, Alfa, Diss, Bio-composites, Mortier, Traitement chimique, Compression, Flexion 3-points.

## الملخص

بفضل خواصها الميكانيكية المثيرة للاهتمام وإعادة تدويرها وتكلفة انتاجها المنخفضة، فإن المواد المركبة المعززة بالألياف الطبيعية لها اهمية خاصة للصناعيين وكذلك للعلماء الذين يتطلعون إلى دمج مواد بيئية جديدة وقابلة للتحلل لتحل محل الألياف الاصطناعية على وجه الخصوص الألياف الزجاجية. إن الاستخدام المتزايد لهذه المواد المركبة في مجالات مثل السيارات والاشغال الخشبية والبناء وقريباً الطيران، يطرح مسألة موثوقية المنشآت التي يتم تصنيعها. هذه الموثوقية يجب ان تكون مضمونة أثناء التصميم، من خلال معرفة جيدة لخصائص المواد التي تستعمل. بالنسبة للمواد المركبة في هذه الحالة، فمن الضروري معرفة الخصائص الميكانيكية لمكوناتها، الألياف والمصفوفة... إلخ.

في هذا السياق، يهتم عملنا في البداية بالتقييم الاقتصادي والصناعي لألياف الحلفة (FA) والديس ولامجته كعنصر في التعزيز في المواد المركبة مع مصفوفة الاسمنت، للاستخدام اللاحق في التطبيقات غير البنيوية. تحقيقًا لهذه الغاية، يتمتع اختيار الألياف المستخدمة بحقيقة أن الجهة الشرقية للجزائر من بين أكبر الاراضي وطنية في ثقافة FA و FD. هذا البحث، الذي يسلط الضوء على تطور المركبات الحيوية مع مصفوفة الاسمنت المعززة بواسطة هذا النوع من الألياف، استنادًا إلى منهجية Taguchi الإحصائية، من أجل تقليل التكلفة وعدد الاختبارات، ثم يتم تمييز المركبات الحيوية المطورة ميكانيكيًا تحت القوى الثابتة في الضغط والانحناء 3 نقاط بعد 28 يومًا من فترة التجفيف.

الكلمات المفتاحية: ألياف نباتية، الحلفة، الديس، المركبات الحيوية، الاسمنت، العلاج الكيميائي، الضغط، الانحناء 3 نقاط.

# **Abstract**

Due to their interesting mechanical properties as well as their lightness and low production cost, composites reinforced with lignocellulosic fibers are a particular interest for industrials as for as scientists who try to integrate new ecological and biodegradable materials in order to substitute synthetic fibers, in particular glass ones. The growing use of bio-composites in different areas such as automotive, woodworking, building and soon aeronautics for secondary structures raises the question of the reliability of the products that are made. This reliability must be guaranteed during the design, by a good knowledge of the bio-composite materials properties and their constituents, fibers and matrix...etc.

In this context, our work is initially interested in the economic and industrial valorization of Alfa (FA) and Diss (FD) fibers, and to incorporate it as a reinforcing element in materials cementitious matrix composites, for further use in non-structural applications. For this purpose, the choice of fibers used is tested by the fact that the east of Algeria is the largest national territory in the culture of FA and FD. The present research, highlight the elaboration of biocomposites with cement matrix reinforced by this kind of fibers, basing on the statistical methodology of Taguchi, in order to minimize the cost and the number of the tests, then the biocomposites elaborated are mechanically characterized under static loading in compression and in 3-point bending after 28 days of drying period.

**Keywords:** Plant fibers, Alfa, Diss, Bio-composites, Mortar, Chemical treatment, Compression, 3-point bending.

# Table des matières

Dédicace	
Remerciments	i
Résumé	ii
ملخص	iii
Abstract	iv
Table des matières.	V
Liste des figures	ix
Liste des tableaux	xii
Liste des abréviations	xiv
Liste des symboles	XV
Introduction générale	1
Chapitre I : Etat de l'art	
Introduction	3
I.1 Contexte environnemental	4
I.1.1 Changement climatique et impact du secteur de construction	4
I.1.2 Contribution des matériaux de construction	4
I.2 Fibres naturelles comme matériaux biosourcés	5
I.2.1 Définition	6
I.2.2 Classification.	6
I.2.3 Avantages et inconvénients des fibres végétales	7
I.2.4 Composition chimique de fibre végétale	8
I.2.4.a- Cellulose	10
I.2.4.b- L'hémicelluloses.	11
I.2.4.c- La lignine	11
I.2.4.d- La Pectine.	11
I.2.4.e- La Cire	12
I.2.5 Différentes fibres végétales	12

## Table des matières

I.2.5.1 L'abaca.	12
I.2.5.2 Le lin	13
I.2.5.3 Le chanvre.	13
I.2.5.4 Le coton	14
I.2.5.5 Le Kénaf.	14
I.2.5.6 Le jute.	15
I.2.5.7 Le sisal	15
I.2.5.8 L'alfa	16
I.2.5.9 Palmier dattier	16
I.2.5.10 Diss	16
I.2.6 Applications des fibres végétales.	17
I.2.7 Propriétés des fibres végétales.	19
I.2.7.1 Propriétés mécaniques	19
I.2.7.2 Propriétés physiques	20
I.2.8 Structure morphologique des fibres végétales	21
I.2.9 Organisation de la paroi végétale	23
I.2.10 Traitement chimique des fibres végétales	25
I.2.10.1 Traitement alcalin	26
I.2.10.2 Traitement au silane	29
I.2.10.3 Acétylation	29
I.2.10.4 Benzoylation	30
I.2.10.5 Traitement par acide stéarique	30
I.2.11 Traitement physique des végétales	30
I.2.11.1 Traitement plasma froid	31
I.2.12 Traitement thermique	31
I.2.13 La méthode d'extraction des fibres végétales	31
I.2.13.1 Procédé physique	32
I.2.13.2 Procédé mécanique	32
I.2.13.3 Procédé chimique	32
I.2.13.4 Procédé biologique.	32
I.3 Généralité sur les matériaux composites fibro-ciment.	32
I.3.1 Constituent des matériaux composites.	33
I.3.2 Matériaux composites à base des fibres naturelles.	35

I.3.3 Propriétés des matériaux composites renforcés par des fibres végétales	36
I.3.3.1 Propriétés mécaniques.	36
I.3.3.2 Rupture des composites sous une charge en traction	36
I.3.3.3 Effet des traitements chimiques des fibres sur le comportement mécanique des	
composites	38
I.3.4 Les composites à matrice cimentaire	38
I.3.4.1 Généralités.	38
I.3.4.2 Mortier	38
I.3.4.3 Comportement mécanique des composites fibro-ciment	39
I.3.4.3.1 Comportement en flexion.	39
I.3.4.3.2 Comportement en compression.	40
I.3.5 Durabilité des composites cimentaires à fibres végétales	41
I.3.5.1 Propriétés sur le long terme	41
I.3.5.2 Impact du milieu cimentaire sur les fibres végétales	43
Conclusion	45
Chapitre II : Matériels et Techniques Expérimentales	
Introduction	46
II.1 Présentation des fibres d'alfa et de Diss.	47
II.2 Matériels et Méthodes expérimentales	48
II.2.1 préparation des fibres.	48
II.2.2 Plan d'expérience de Taguchi.	50
II.2.3 Traitement chimiques des fibres.	51
II.2.4 Elaboration des bio-composites à matrice cimentaire renforcés par FA et FD	53
II.2.4. a- Malaxage et moulage des éprouvettes	55
II.2.4. b- Démoulage des éprouvettes.	56
II.2.5 Autres appareils expérimentaux	57
II.2.5. a- Table à chocs.	57
II.2.5.b- Chambre climatique.	58
II.3 Machines d'essais mécaniques	59
II.3.1 Essai de compression sur les bio-composites.	59
II.3.2 La Résistance à la flexion.	60
Conclusion	62

# **Chapitre III :** Analyse statistiques du comportement mécanique des fibres végétales

Introduction	63
III.1 Caractérisation mécanique des bio-mortier renforcés par FA et FD brutes	64
III.1.1 Analyse statistiques du comportement mécanique	64
III.1.2 Analyse de variance ANOVA.	69
III.2 Caractérisation mécanique des bio-mortiers renforcés par FA et FD traitées	
chimiquement	72
III.2.1 Diagramme de surface 3D.	82
Conclusion	84
Conclusion générale	85
Références bibliographiques	88

# Liste des figures

Figure I.1	Classification des fibres naturelles	7
Figure I.2	Structure du bois	10
Figure I.3	Structure de cellulose	10
Figure I.4	Structure de l'hémicellulose	11
Figure I.5	Structure de la lignine	11
Figure I.6	Structure d'une chaine de pectine	12
Figure I.7	Fibre de l'abaca	12
Figure I.8	Fibre de lin	13
Figure I.9	Fibre de chanvre	13
Figure I.10	Fibre de coton	14
Figure I.11	Fibre de le kénaf	14
Figure I.12	Fibre de jute	15
Figure I.13	Fibre de Sisal	15
Figure I.14	Fibre d'alfa	16
Figure I.15	Fibre de palmier dattier	16
Figure I.16	fibre de Diss.	17
Figure I.17	Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans	
	le domaine d'automobile	18
Figure I.18	Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans	
	le secteur de la construction	19
Figure I.19	Représentation schématique d'une structure détaillée d'une fibre	
	végétale	23
Figure I.20	Organisation de la cellule végétale et faisceau de fibres	24
Figure I.21	Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) et	
	après traitement alcalin	26
Figure I.22	Effet du traitement chimique sur les propriétés mécaniques des fibres	
	de palmier.	27
Figure I.23	Acétylation avec ou sans catalyseur acide	29

Figure I.24	Matériau composite.	33
Figure I.25	Mécanisme de rupture d'un composite renforcé par des fibres	
	unidirectionnelles	3
Figure I.26	Courbes du comportement typique d'un échantillon de ciment pur (1)	
	et d'un composite ciment/fibres végétales (2) en flexion 3 points	39
Figure I.27	Influence du dosage et de la longueur des fibres de jute sur la	
	résistance en compression du composite cimentaire	4
Figure I.28	Comportement mécanique en flexion 3 points d'une matrice cimentaire	
	renforcée par des fibres de chanvre brutes, et des fibres traitées avec	
	une solution de soude et de chlorure d'aluminium à 28 jours (a) et	
	après 12 mois de vieillissement naturel (b)	42
Figure I.29	Courbes contrainte-déformation d'un mortier de ciment Portland	
	renforcé par des fibres de sisal brutes, soumis à un vieillissement	
	accéléré par cycles d'humidification/séchage	4.
Figure II.1	Fibres d'Alfa, région de Tébessa (Ouanza).	4′
Figure II.2	Fibre de Diss, région de Tébessa (Boukhadra).	48
Figure II.3	Les différentes longueurs utilisées, (a, b, c) les longueurs d'Alfa, (d, e,	
	f) les longueurs du Diss.	49
Figure II.4	Traitements chimiques alcalin des fibres par NaOH: a, b et c) fibres	
	d'Alfa après traitement, pour trois déférents longueurs ; d, e et f) fibres	
	de Diss après traitement, pour trois déférents longueurs	5
Figure II.5	Différents composants du mortier	54
Figure II.6	Malaxeur pour le mélange ciment, sable, eau et former la pâte	5:
Figure II.7	Pâte de mortier fibré sur une plaque non réactive au ciment et	٥.
1 1941 0 1147	absorbante.	5:
Figure II.8	Exposition des échantillon à des chocs.	50
Figure II.9	Les échentillons aplatis et conservés dans une armoire humide	5
Figure II.10	Démoulage des éprouvettes puis les numéroter	5'
Figure II.11	Appareil de table a chocs.	5
Figure II.12	une chambre climatique.	59
Figure II.13	Machine d'essai de compression	60
Figure II.14	Machine d'essai de flexion.	6
Figure III.1	Graphiques des effets principaux pour A) contrainte de flexion B)	

## Liste des figures

	contrainte de compression.	66
Figure III.2	Graphiques des effets principaux pour A) rapport signal/bruit B)	
	moyenne des données	67
Figure III.3	Diagramme des interactions des facteurs d'élaboration pour A) rapport	
	signal/bruit B) moyenne des données	69
Figure III.4	Diagramme de surface 3D des contraintes de flexion et de compression	71
Figure III.5	Graphiques des effets principaux pour A) contrainte de flexion B)	
	contrainte de compression des fibres d'Alfa	75
Figure III.6	Graphiques des effets principaux pour A) contrainte de flexion B)	
	contrainte de compression des fibres de Diss	76
Figure III.7	Diagrammes des effets d'interactions pour a) contrainte à la flexion et	
	b) contraintes à la compression.	81
Figure III.8	Diagramme de surface 3D pour a) contrainte de flexion et b) contrainte	
	de compression	83

# Liste des tableaux

Tableau I.1	Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales				
Tableau I.2	Composition chimique des fibres naturelles en %	9			
Tableau I.3	Propriétés mécaniques des fibres naturelles	20			
Tableau I.4	Propriétés physiques de différentes fibres végétales	21			
Tableau I.5	Propriétés morphologiques des fibres lignocellulosiques				
	élémentaires	22			
Tableau I.6	Paramètres d'essai des fibres végétales traité ainsi que leurs				
	résultats	28			
Tableau I.7	Caractéristiques des résines thermodurcissables	34			
Tableau I.8	Caractéristiques de quelques thermoplastiques	34			
Tableau II.1	les résultats en masse des quantités des fibres d'Alpha et du Diss	50			
Tableau II.2	Facteurs et niveaux utilisés dans la conception d'un plan				
	d'expérience Taguchi (fibre brutes)	50			
Tableau II.3	Plan d'expérience orthogonal de Taguchi pour les fibres brutes	51			
Tableau II.4	Plan d'expérience orthogonale de Taguchi pour les fibres traitées.	53			
Tableau II.5	Données techniques de la table à chocs	57			
Tableau II.6	Données techniques de la chambre climatique	58			
Tableau II.7	Caractéristiques techniques de la machine de compression	59			
Tableau III.1	Résultats des propriétés mécaniques des bio-mortier renforcé par				
	FA et sollicités en flexion 3-points et en flexion	64			
Tableau III.2	Résultats des propriétés mécaniques des bio-mortier renforcé par				
	FD et sollicités en flexion 3-points et en flexion	65			
Tableau III.3	Classification de l'influence des facteurs d'élaborations sur la				
	contrainte de flexion (FA et FD)	68			
Tableau III.4	Analyse de variance pour contrainte de flexion	70			
Tableau III.5	Analyse de variance pour contrainte de compression	70			
Tableau III.6	Caractéristiques mécanique moyennes des bio-mortiers renforcés				
	de FA obtenues lors de l'essai de flexion et de compression	73			

## Liste des tableaux

Tableau III.7	Caractéristiques mécanique moyennes des bio-mortiers renforcés	
	de FD obtenues lors de l'essai de flexion et de compression	74
Tableau III.8	Classification de l'influence des facteurs d'élaborations sur la	
	contrainte de flexion et de compression pour FA	77
Tableau III.9	Analyse de régression par ANOVA des réponses de sorties (σf)	
	en fonction des paramètres d'élaboration	78
Tableau III.10	Analyse de régression par ANOVA des réponses de sorties (σc)	
	en fonction des paramètres d'élaboration	78
Tableau III.11	Classification de l'influence des facteurs d'élaborations sur la	
	contrainte de flexion et de compression pour FD	79
Tableau III.12	Analyse de régression par ANOVA des réponses de sorties (σf)	
	en fonction des paramètres d'élaboration	80
Tableau III.13	Analyse de régression par ANOVA des réponses de sorties (σf)	
	en fonction des paramètres d'élaboration	80

# Liste des abréviations

ACV L'analyse de cycle de vie

NS Non spécifié

ELV End-of-life véhicule

PS Post scriptum

PET Positron, Emission Tomographie

ASTM Société américane pour les essais des matériaux SACMA L'association des matériaux composites avancés L'organisation internationale de normalisation

ANOVA Analyse de variance

# Liste des symboles

CO<sub>2</sub> Le dioxyde de carbone

C° Degré Celsius

Kg Kilogramme

G Gramme

 $C_6H_6O_6$  Glucose

CH<sub>2</sub>OH Ethanol

Km Kilométre

mm Millimétre

μm Micrométre

m<sup>3</sup> Métre cube

cm<sup>3</sup> Centimètre cube

MPa Miga pascal

GPa Giga pascal

L Longueur

D Diamètre

PH Potentiel hydrogène

NaOH Hydroxyde de sodium

Ca (oH)<sub>2</sub> Hydroxyde de calcium

H Heure

OH Hydroxyde

Na<sup>+</sup> Sodium

FV Fibre végétale

FN Fibre naturel

FA Fibre d'Alfa

FD Fibre de Diss

#### Liste des symboles

H<sub>2</sub>O L'eau

CH<sub>3</sub>CO Acétyle

CH3(CH2)<sub>16</sub>COOH Acide stéarique

COOH Carboxyle

KOH Hydroxyde de potassium

PVC Polychlorure de vinyle

P Pression

 $\sigma_{traction}$  La contrainte en traction

T<sub>c</sub> La température en compression

PEHD Polyéthyléne haute densité

PP Polypropyléne

P La densité

 $F_{max}$  La force maximum

R<sub>c</sub> La résistance à la compression

R<sub>f</sub> La résistance à la flexion

Fc La charge maximale à la rupture

F<sub>f</sub> La charge appliquée au milieu du prisme à la rupture

1 La distance entre les appuis

3D Trois dimensions

 $Y_{\sigma f}$  la contrainte de flexion

 $Y_{\sigma c}$  la contrainte de compression

# Introduction générale

Aujourd'hui, la plupart des secteurs industriels (automobiles, aérospatiales ou de constructions) constituent des systèmes dont la consommation d'énergie, coûts de productions ou l'impact environnemental sont très importantes, duquel un grand pourcentage de contribution provenu du secteur de la construction. Beaucoup des pays ont adoptés des lois qui cherchent des solutions alternatives visant ainsi la réduction de l'utilisation des matières synthétiques, car les matériaux de construction actuels ne sont pas biodégradables.

C'est la raison pour laquelle beaucoup de chercheurs réagissent aujourd'hui, pour l'exploitation et l'intérêt d'utiliser explicitement des de matériaux d'origine naturelle tels que les végétaux (le bois, la paille, le chanvre, le lin, sisal, l'Alfa...). Les matériaux végétaux peuvent contribuer à limiter de manière non négligeable les émissions de gaz à effet de serre grâce à leur capacité d'emprisonnement du CO2, de plus, l'utilisation de matériaux naturels avec des constructions innovantes permet également de réduire le coût de construction.

En termes de développement des matériaux composites de construction, le béton et le mortier ne font pas exception. Les chercheurs et les producteurs de fibres ont pensé à l'incorporation de ces dernières comme matériau de renforcement dans les matrices cimentaires. Depuis lors, l'utilisation des fibres dans le béton et le mortier est devenue de plus en plus une pratique courante. Des applications sont développées grâce à la capacité prouvée par l'expérience de ces nouveaux composites, à limiter la fissuration et à améliorer la résistance à la flexion, a la compression et au choc. Dans ce contexte, l'Algérie est l'un des pays, qui dispose d'extraordinaires ressources en fibres végétales (Alfa, Diss, Liège, Palmier Dattier,...). Mais, malheureusement, leur valorisation dans les domaines pratiques reste encore peu exploitée [1].

Parmi les fibres les plus disponibles dans l'Algérie, fibre d'Alfa (FA) et celle de Diss (FD). Ces deux types de fibres sont largement distribués dans les régions arides et semi-arides, et qui ont une meilleure résistance aux climats froids, secs et chauds, tel qu'elles représentent l'une des plantes auxiliaires les plus importantes des industries traditionnelles. Elles représentent aussi une source de subsistance pour de nombreux bétail, il n'est pas possible de négliger ses déchets qui sont détruits chaque année et qui peuvent être exploités ailleurs.

Par ailleurs, nous nous intéresserons dans le mémoire aux fibres de renforcement d'Alfa et de Diss qui constituent l'une des richesses végétales les plus abondantes en Algérie et qui de nos jours, restent peu exploitées. L'objectif principal de ce travail est la mise en œuvre d'un biocomposite renforcé par ces deux dernières fibres végétales (Alfa et Diss), et ceux en vue de caractériser mécaniquement et statistiquement les biocomposites élaborés, pour une ultérieurs utilisation. C'est dans ce contexte que s'inscrit notre travail de mémoire (sous la supervision du l'incubateur d'entreprises universitaires), dont l'intitulé : **Matériaux composites issus de ressources naturelles : formulation, caractérisation et potentiel future.** 

Le présent travail est divisé en trois chapitres, précédés d'une introduction générale et se termine par une conclusion.

Dans le premier chapitre intitulé "état de l'art", deux parties sont présentées. Nous intéressons dans la première partie aux problématiques environnementales issues de la production et l'utilisation des fibres synthétiques, ainsi que les solutions pratiques proposées de substituer ces dernières fibres par celles végétales. Une image globale et assez générale (classes, propriétés, utilisation...etc) de l'état actuel des fibres végétales dans le monde et en Algérie soit aussi exploitée. Dans la deuxième partie, les matériaux composites à matrice cimentaire renforcés par les fibres végétales soit abordés. Leurs composants, Leurs propriétés structurales et sa durabilité, puis son impression sur les fibres végétales aussi jointées.

Le deuxième chapitre intitulé " Matériels et Techniques Expérimentales" est consacré premièrement sur la description et la préparation des fibres végétales utilisées, ainsi que les matériels utilisés et les méthodologies expérimentales suivies pour l'élaboration des biocomposites. En vue de minimiser les couts des expériences, et le nombre des échantillons élaborés, la méthodologie statistique de Taguchi est exploitée dans ce chapitre.

Dans le troisième chapitre intitulé " Analyse statistique du comportement mécanique des fibres d'Alfa et de Diss ", une présentation des résultats mécaniques obtenus lors des essais mécanique de flexion 3-points ou de compression a été abordée. Des analyse statistiques liées aux résultats mécaniques sont présentées et discutées. Enfin, la conclusion générale récapitule les différents résultats de pointes précitées.

# **Chapitre I**

#### Etat de l'art

#### Introduction

Ce premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique qui se compose de trois parties. Dans la première partie nous nous proposons de faire un état de l'art concernant tout d'abord le contexte environnemental et le changement climatique. L'impact du secteur de construction industriel et la contribution des matériaux de construction seront présentés.

Dans la deuxième partie nous présentons les spécificités des fibres végétales en général, l'étude de leurs propriétés (physiques, mécaniques...etc), leurs composés chimiques, leurs différentes techniques de caractérisation ainsi que le rôle des fibres dans la matrice soit abordées dans cette partie.

La troisième partie se rapporte à l'exploration des matériaux composites renforcés de fibres végétales, et plus précisément les composites à matrice cimentaire. Nous y traitons essentiellement le mortier fibré, actuellement utilisés dans la construction. Ensuite nous aborderons les propriétés des composites à matrices minérales (cimentaire) renforcées par des fibres végétales. La durabilité des composites cimentaires à renfort de fibres végétales soit aussi représentée pour le développement de ces matériaux. Les méthodes proposées dans la bibliographie en vue d'améliorer leur comportement sur le long terme sont revisitées en se référant à des résultats expérimentaux provenant d'autres études.

#### I.1 Contexte environnemental

#### I.1.1 Changement climatique et impact du secteur de construction

Le changement climatique environnemental représente une menace grave pour la société humaine ainsi que pour la planète, causé par l'activité humaine. Cette menace est maintenant documentée par un travail scientifique et interdisciplinaire qui le rend incontestable.

Dans ce contexte des accords mondiaux réaffirmes la nécessité de la coopération la plus large possible de tous les pays pour accélérer la réduction des émissions mondiales de gaz à effet de serre et de limiter l'augmentation de la température mondiale moyenne à moins de 2°C (suivre les efforts pour limiter le réchauffement climatique à 1.5°C à 2100). Dans cette situation, plusieurs solutions ont été proposées afin de limiter les effets du réchauffement climatique en raison des émissions de gaz à effet de serre notamment le CO2, parmi eux [1] : la réduction progressive de l'utilisation de l'énergie fossile ; la transition vers un modèle économiq ue bas carbone ou décarboné.

En l'Algérie, la production des matériaux de construction, l'installation des équipements de chauffage et de climatisation dans les structures industriels et bâtiments sont devenus "grand consommateur d'énergie" et très couteuse (par exemple la consommation du secteur du bâtiment a été estimée à plus de 40% de la consommation globale d'énergie selon l'APRUE (l'agence de la promotion et de rationalisation de l'utilisation de l'énergie) [2].

#### I.1.2 Contribution des matériaux de construction

Concernant la partie des matériaux de construction, l'analyse de cycle de vie (ACV) des bâtiments s'appuient généralement sur des déclarations environnementales pour les matériaux de construction. Les principaux matériaux utilisés dans la construction sont l'acier, le bois, le verre, mais c'est le béton qui est le matériau le plus utilisé. Ce matériau est difficile à remplacer dans la construction en raison de sa résistance à la compression qui est associée à un coût raisonnable.

Cependant, l'empreinte écologique est le point noir de béton car sa fabrication est basée sur un matériau peu écologique, le ciment. Pour faire une tonne de ciment, environ 400 kg de CO2 peuvent être émis dans l'atmosphère.

Face à ces préoccupations environnementales, le choix des matériaux adéquats est une bonne solution pour limiter l'impact sur l'environnement et assurer un milieu intérieur confortable. Ce choix doit se baser sur de nombreux critères : (i) l'économie (de point de vue énergétique et financier), (ii) l'esthétique et l'impact environnemental. Dans ce contexte, le développement des matériaux de construction respectueux de l'environnement s'impose comme une problématique prioritaire. Ces matériaux doivent limiter la consommation énergétique du secteur du bâtiment liée à leur qualité thermique, et participer à la réduction des émissions de gaz à effet de serre sur l'ensemble de leur durée de vie [3].

#### I.2 Fibres naturelles comme matériaux biosourcés

Renouvelable, respectueux de l'environnement, à faible coût et à haute résistance thermique, sont les caractéristiques le plus demandés dans le domaine de matériau de construction. Dans ce contexte, les matériaux biosourcés sont des matériaux dont la matière première est issue de biomasse animale ou végétale. Parmi eux, on trouve principalement des isolants qu'ils soient en rouleaux, en panneaux ou en vrac (laine, chanvre, paille, etc.). Les bétons biosourcés sont des matériaux composites constitués des particules ou fibres végétales et un liant à base minéral. Ces matériaux biosourcés présentent plusieurs avantages par rapport aux autres types de matériaux, parmi eux, faible impact sur l'environnement, matières premières renouvelables et matériaux économiquement concurrentiel [4].

Les fibres végétales présentent des intérêts environnementaux considérables : elles sont renouvelables annuellement, biodégradables, recyclables et possèdent un bilan carbone neutre. Du point de vue environnemental, l'emploi des fibres se justifie dans la mesure où elles conservent leur caractère écologique suite aux différents traitements, quand bien même ceux-ci peuvent affecter leur cinétique de dégradation. L'origine des fibres naturelles influence grandement leurs propriétés physiques et mécaniques. Par exemple, la laine de mouton possède de bonnes caractéristiques thermiques mais de piètres performances mécaniques [5].

L'utilisation des fibres naturelles, et en particulier des fibres végétales, comme renfort de matériaux composites présente plusieurs intérêts. Tout d'abord, leur utilisation permet de valoriser une ressource locale. De plus, elles sont souvent disponibles à faible coût par rapport aux fibres synthétiques ou artificielles. D'autre part, la valorisation de ces fibres dans les matériaux composites permet de réduire les impacts environnementaux par rapport à des composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, ayant un bilan carbone neutre et demandant une faible quantité d'énergie pour leur production [6].

#### I.2.1 Définition

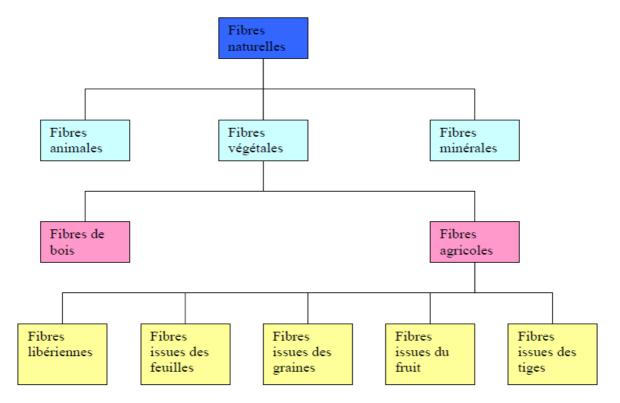
Sous l'appellation " fibres naturelles" se cache une grande famille de matériau qui a été introduite dans l'industrie comme de nouvelles applications. Elles sont classées selon leur origine (naturelles, synthétiques et artificielles), leur forme (droite, ondulée, aiguille, ...etc), leur dimension (macro ou micro-fibre) et aussi par leurs propriétés mécaniques. Une fibre végétale est une expansion cellulaire filiforme, principalement composée de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines, et de pectines. On la trouve sous deux formes : soit isolée, soit regroupée avec d'autres fibres. Une fibre unitaire correspond à une cellule élémentaire fibreuse, et forme un faisceau de fibres lorsqu'elle est regroupée avec d'autres fibres. Dans ce faisceau, les fibres sont liées ensemble principalement par des pectines et des hémicelluloses [7].

Les fibres naturelles sont utilisées depuis 3000 ans comme élément de renforcement dans les composites, (par exemple dans l'ancienne Égypte, où la paille et d'argile étaient mélangées pour construire des murs). Au cours de la dernière décennie, les composites renforcés de fibres naturelles ont reçu une attention croissante, tant auprès du monde universitaire que de diverses industries [8,9].

#### I.2.2 Classification

La grande famille des fibres naturelles peut être subdivisée en trois sous familles (Figure I.1) [10]:

- les fibres d'origine animale (protéiques) qui se subdivise en :
  - Laine (mouton, chèvre, lapin, lama, vigogne);
  - Soie (ver à soie);
  - Poils (alpaga, cachemire, chameau, mohair);
- les fibres d'origine minérale (silicatées);
  - tourbe, verre, amiante, basalte, carbone, métaux);
- les fibres d'origine végétale (cellulosiques) dont nous détaillerons les sources plus loin dans ce paragraphe.



**Figure I.1:** Classification des fibres naturelles [11].

Les fibres végétales elles-mêmes elles se subdivisent selon leur provenance, on peut donc citer les fibres libériennes qui sont extraites de tiges de plantes (chanvre, lin, ramie, jute), Les fibres dures qui sont extraites de feuilles, de troncs ou d'écorces de fruits (sisal, noix de Coco), et les fibres qui proviennent des poils séminaux de graines (coton, kapok), qui divisé en deux parties ,fibre de bois et fibre agricoles. Les principales catégories de fibres agricoles sont [12]:

- Fibres libériennes : extraites de la partie extérieure de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf, Ramie...)
- Fibres extraites des feuilles : fibres de sisal, de bananier, de palmier...
- Fibres extraites de poils séminaux des graines : fibres de coton, de kapok...
- Fibres extraites de l'enveloppe du fruit : fibres de coco...
- Fibres extraites des tiges ou des troncs : paille de blé, de riz, d'orge ou d'autres cultures telles que le bambou...

#### I.2.3 Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres végétales constituent une alternative intéressante aux fibres synthétiques en raison de leur biodégradabilité ou recyclabilité. Ces fibres présentent de nombreux avantages

comme renfort pour les matériaux composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un obstacle au niveau du développement industriel. Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le (Tableau I.1):

**Tableau I.1:** Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [13].

Avantages	Inconvénients		
- Faible densité et faible coût	- Absorption d'eau		
- Facile à recycler et biodégradables	- Faible stabilité dimensionnelle		
- Neutre pour l'émission de CO2	- Mauvaise tenue en vieillissement		
- Pas d'irritation cutanée lors de la	- Faible résistance au feu (200 à 230 °C		
manipulation des fibres	max)		
- Absence de résidus après incinération	- Fibres anisotropes		
- Ressource renouvelable, non abrasives	- Variation de qualité en fonction du lieu		
pour les outillages	de croissance, de la météo		
- Demande peu d'énergie pour être produite	- Pour des applications industrielles,		
- Bonnes propriétés d'isolation thermique et	demande la gestion d'un stock		
acoustique	- Renfort discontinu		
- Propriétés mécaniques spécifiques			
importantes (résistance et rigidité)			

#### I.2.4 Composition chimique de fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques contiennent principalement de la cellulose, de l'hémicellulose et de la Lignine [14]; il existe aussi, en faible proportion, des constituants extractibles comme les protéines ou encore des composés inorganiques. La proportion d'holocellulose (comprenant la cellulose et l'hémicellulose) et de lignine varie selon les fibres naturelles et l'âge de ces fibres. La composition dépend de la condition de croissance, de l'âge du végétal, des conditions climatiques et bien sûr de la nature des fibres [12]. La composition de certaines fibres naturelles est présentée dans le Tableau I.2.

**Tableau I.2:** Composition chimique des fibres naturelles en %.

Fibre	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectine	Cires	Réf.
Fibre de tige						
Lin	71-78	18,6-20,6	2,2	2,3	1,7	[15,16]
Chanvre	70,2 - 74,4	17,9 – 22,4	3,7 – 5,7	0,9	0,8	[17]
Jute	61 – 71,5	13,6 – 20,4	12 - 13	0,2	0,5	[16]
Kénaf	45 – 57	21,5	8 - 13	3 - 5	N.S.	[18]
Ramie	68,6 – 76,2	13,1 – 16,7	0,6 – 0,7	1,9	0,3	[19]
Banane	63 – 64	10	5	N.S.	N.S.	[20]
Ortie	86	4,0	5,4	0,6	3,1	[21]
Fibre de feuille						
Sisal	67 – 78	10 – 14	8 -11	10	2	[22]
Abaca	56 – 63	21,7	12 - 13	1,0	0,2	[23]
Curaua	73,6	9,9	7,5	N.S.	-	[17]
Ananas	80 – 83	15 – 20	8 - 12	2 - 4	4 - 7	[24]
Henequen	77,6	4 – 8	13,1	N.S.	N.S.	[18]
Fibre de fruits/	graines					
Coton	85 – 90	5,70	0,7 – 1,6	0 - 1	0,6	[25]
Coco	36 – 43	0,15 - 0,25	41 – 45	3 - 4	N.S.	[26]
huile de palme	65	0 – 22	19	N.S.	N.S.	[27]
Bois	Bois					
Bois dur	43 – 47	25 – 35	16 – 24	N.S.	N.S.	[20]
Bois tendre	40 – 44	25 – 29	25 – 31	N.S.	N.S.	[28]

N.S.: Non specifié

Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant l'élément structurant très rigide qu'est la cellulose [29] (Figure I.2), qui sont liées ensemble principalement par des pectines et des hémicelluloses.

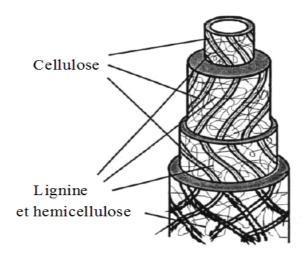


Figure I.2: Structure du bois [8].

#### a- Cellulose

La cellulose représente la molécule biologique la plus abondante sur terre. D'un point de vue chimique, la cellulose est une macromolécule constituée par une très longue chaîne stéréorégulière composée de maillons de glucose  $C_6H_6O_6$ , Le motif de répétition est le dimère cellobiose. Le nombre de motifs de répétition ou le degré de polymérisation varie suivant l'origine de la cellulose. Ce polymère présente un grand intérêt du point de vue industriel puisque de nombreuses fibres (coton, chanvre, jute, lin...) sont composées de cellulose [30].

**Figure I.3:** Structure de cellulose [13].

#### b- L'hémicelluloses

Dans la plupart des fibres végétales, la cellulose est mélangée à des hémicelluloses qui sont également des polysaccharides. Les hémicelluloses constituent une classe de polymères très variés solubles dans l'eau et pouvant être extraits de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. En plus du glucose [30].

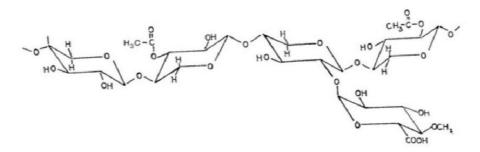
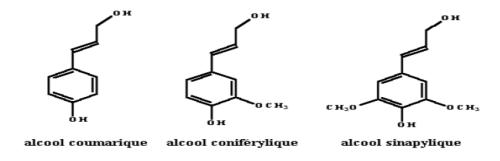


Figure I.4: Structure de l'hémicellulose [13].

#### c- La Lignine

La lignine est un polymère tridimensionnel provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques, dont la structure dépend également de l'espèce végétale [31], On ne peut pas de ce fait leur attribuer une structure moléculaire définie. Elles sont composées de constituants aliphatiques et aromatiques, La lignine contribue à la résistance mécanique des parois cellulaires et soutient la cohésion des fibres dans la partie boisée [32].



**Figure I.5:** Structure de la lignine [13].

#### d- La Pectine

Dans le monde végétal, la pectine (qui signifie se congeler ou se solidifier) est un biopolymère indispensable. Présente dans tous les végétaux et localisée au niveau de la paroi cellulaire, procure une certaine flexibilité aux plantes, cette dernière assure la cohésion et la rigidité, en agissant comme ciment intercellulaire [33].

Figure I.6: Structure d'une chaine de pectine [13].

#### e- La Cire

Les cires sont des constituants des fibres végétales, qui peuvent être extraites avec des solutions organiques. Ces matériaux se composent de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [34].

#### I.2.5 Différentes fibres végétales

Les fibres végétales sont de plus en plus utilisées comme renfort dans les matériaux composites et plus précisément de constructions. Elles constituent en effet une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et disposant de nombreuses qualités mécaniques et hydriques. Les plus utilisées sont les fibres libériennes, comme le Kénaf, le jute, la ramie, le palmier et surtout le chanvre et le lin [35].

#### I.2.5.1 L'abaca

L'abaca ou chanvre de manille est un bananier textile (Musacées) qui pousse aux philippines : les fibres dans les gaines foliaires forment un pseudotronc très recherché pour la fabrication de cordages légers et insubmersibles, et aussi de rabanes, nappes, stores, vêtements [36].



Figure I.7: Fibre de l'abaca [36].

#### **I.2.5.2** Le lin

Le lin est une plante annuelle qui pousse dans le monde entier, aussi bien en Asie qu'en Europe. La fibre de lin vient des tiges de la plante mais aussi de l'huile extraite des graines (Figure I.8). L'avantage de cette fibre est sa longueur élevée, en moyenne 25 mm et sa bonne résistance. Le lin peut être utilisé comme substitut au coton. Cette fibre est utilisée pour fabriquer des papiers fins comme les papiers à cigarette ou le papier bible [36].





Figure I.8: Fibre de lin [36].

#### I.2.5.3 Le chanvre

Le chanvre est une fibre libérienne, tout comme le lin, le Kénaf, le jute et la ramie. Les plantes de cette famille présentent toutes des fibres externes longues et étroites et des fibres internes ligneuses (Figure I.9). Par ses possibilités techniques, la fibre de chanvre répond à des besoins textiles traditionnels tout en ouvrant la voie à une foule d'innovations. Cultivé dans les pays à climat tempéré, on en trouve dans l'est de l'Europe, en France et en Italie. Les fibres libériennes sont généralement transformées en textiles (tapis et vêtements) et en produits industriels comme des géotextiles, de la toile anti-érosion, du renfort de composite et dur emplissage ce qui constitue d'ailleurs le principal emploi actuel et à venir de la fibre de chanvre. A cause de sa grande solidité et de son intérêt économique. Ses caractéristiques physiques lui confèrent une grande force, ainsi qu'une excellente rentabilité dans le domaine des composites et du papier [36].



Figure I.9: Fibre de chanvre [36].

#### I.2.5.4 Le coton

Le cotonnier est un petit arbuste annuel de 1 à 1,50 m de haut (Figure I.10). Il est cultivé dans les zones chaudes d'Amérique, d'Afrique, d'Asie et mêmes d'Europe (Espagne). Les fibres de coton proviennent des graines, et sont appelés linters. Cette fibre est utilisée pour ses bonnes caractéristiques physique et mécanique. Elle est utilisée pour des papiers dits de luxe. Elles sont également utilisées pour les papiers fiduciaires et principalement pour les billets de banques, papiers pour lesquels la caractéristique essentielle est la résistance au pliage [36].



Figure I.10: Fibre de coton [36].

#### I.2.5.5 Le Kénaf

Le Kénaf est une plante herbacée dont la tige peut atteindre 3 m de haut. Il se trouve principalement dans les régions tropicales et en Amérique du sud. Elle est destinée uniquement pour le domaine papetier. La longueur moyenne des fibres (1,5 mm) est comprise entre celle des fibres de feuillus et celle des fibres de résineux (Figure I.11) [36].



Figure I.11: Fibre de le kénaf [36].

#### **I.2.5.6** Le jute

Le jute est une plante buissonnante originaire du sud-est asiatique. Les principaux producteurs sont l'Inde et le Bangladesh. Les fibres utilisées en papeterie sont les déchets de culture et de filature. La longueur moyenne des fibres est de 2 mm, avec une largeur de 20 µm. Les caractéristiques de ces fibres sont généralement assimilées à celles du kénaf (Figure I.12) [36].



Figure I.12: Fibre de jute [36].

#### **I.2.5.7** Le sisal

Le sisal est une plante vivace constituée par une rosette de grandes feuilles à section triangulaire allant jusqu'à 2m de long (Figure I.13). Il s'agit d'une plante tropicale, provient d'un agave principalement cultivé en Amérique du sud en Mexique et en Afrique, dont les feuilles possèdent de longues fibres très résistantes utilisées pour la fabrication de cordages, tissus grossiers, tapis, sacs et autres objets artisanaux ou à usage domestique, destinés le plus souvent à l'exportation. En effet les fibres de cette plante sont utilisées comment stabilisateurs (par armature) dans le béton de terre (terre crue), elle peut être trouvée parfois associé à d'autres fibres végétales. Il absorbe l'humidité des pièces dans lequel il se trouve [36].



Figure I.13: Fibre de Sisal [36].

#### I.2.5.8 L'alfa

L'alfa, ou Stipa tenacissima (L), est une plante herbacée (Graminées) très disponible en large éventail dans le monde et principalement d'Afrique du Nord et d'Espagne utilisée pour la fabrication de cordages, d'espadrilles, de tissus grossiers, de papier, tapis, paniers. D'une façon générale, la fabrication d'objets en fibres végétales se nomme sparterie [36].



Figure I.14: Fibre d'alfa.

#### I.2.5.9 Palmier dattier

Le palmier dattier se constitue principalement de 10 parties à savoir : les palmes, la jeune palme, le régime de dattes, les dattes, le gourmand, Le stipe, les cicatrices annulaires, le rejet, le bulbe, les racines [37]. (Figure I.15) illustre la fibre de palmier dattier.



Figure I.15: Fibre de palmier dattier [36].

#### I.2.5.10 Diss

C'est une plante répandue dans l'Afrique du nord méditerranéenne et généralement les régions sèches. Cette plante était utilisée auparavant dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques, 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.

Dans l'Algérie, le Diss se trouve dans les régionsest à savoir Annaba Souk Aras et Tébessa, à l'état sauvage, c'est une plante annuelle, et très répandue sur beaucoup de côte algérienne, d'une superficie allant jusqu'à plus de 100 km à l'intérieur du pays [38].



Figure I.16: fibre de Diss.

#### I.2.6 Applications des fibres végétales

Depuis plusieurs années, les ressources naturelles sont utilisées pour la production de produits de base ainsi qu'un élément de renforcement pour une grande quantité de produits techniques [39]. Actuellement dans la production des véhicules, environ 75% de leurs poids total hors d'usage est recyclé, dont 25%, appelés broyage des résidus de l'automobile, sont éliminés comme le remblai en raison de leurs complexité. La réduction de ce pourcentage reste un défi majeur, l'End-of-Life Véhicule (ELV) Directive Européenne stipule qu'a partir 2015, seulement 5% du poids du véhicule peut être éliminé dans des sites de décharge.

L'utilisation des matériaux qui se dégradent naturellement après leur utilisation est une manière d'éviter la complexité du recyclage. C'est dans ce sens que les chercheurs ont, depuis quelque temps développé l'utilisation des dérivés de fibres de jute, de chanvre, de lin, de sisal et de noix de coco, à partir des matières végétales, afin de renforcer le polymère. Ces fibres cellulosiques offrent une haute rigidité spécifique (par rapport aux poids) et ont peu d'impacts environnementaux par rapport aux produits issus de fibres synthétiques.

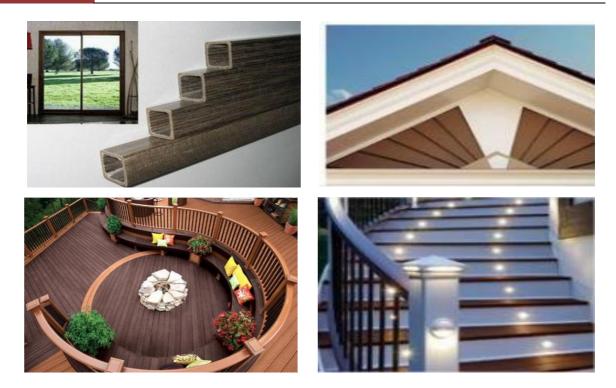
Aujourd'hui, la solution aux problèmes écologiques est offerte par les matériaux verts. En Europe, les constructeurs automobiles utilisent des tapis fabriqués à base d'abaca. Le lin et le chanvre sont utilisés notamment dans la fabrication des portes à panneaux pressés, tablettes arrière, dossiers de siège, boucliers moteur et appui-tête. Les composites à fibres naturelles

offrent également de vastes possibilités d'exploitation en tant que matériaux de remplacement, en particulier les substituts du bois sur le marché de la construction, Divers produits composites basés sur la fibre naturelle, tels que les stratifiés, les panneaux, les cloisons, les cadres de portes, les volets, et toiture constituent une alternative aux matériaux existants [40].

Dans le domaine de 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, [40; 41; 42] 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.



**Figure I.17:** Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le domaine d'automobile [43].



**Figure I.18:** Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le secteur de la construction [13].

#### I.2.7 Propriétés des fibres végétales

#### I.2.7.1 Propriétés mécaniques

La grande variabilité constitutive et anatomique de la fibre naturelle implique une variabilité de leurs propriétés mécaniques, donc les fibres naturelles sont induites par leurs caractéristiques intrinsèques notamment leurs compositions chimiques (cellulose, hémicellulose, lignine et pectines), structure de la fibre (section, porosité, angle microfibrillaire, facteur de forme, rapport longueur/diamètre, etc...), leurs 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...). Le tableau I.3, fournit un bref résumé des propriétés mécaniques de différentes fibres naturelles.

Les propriétés des fibres naturelles montrent clairement de grandes variations, au sein et à travers différentes fibres. Une variation aussi importante des propriétés mécaniques des fibres naturelles peut poser des problèmes critiques pour la fiabilité mécanique globale des composites fabriqués à partir de ces fibres. De plus, il n'est pas clair si ces propriétés mécaniques (Tableau I.3) ont été mesurées sur des fibres simples ou des faisceaux de fibres,

par exemple, la fibre de banane a démontré une résistance à la traction extrêmement élevée entre 430 MPa et 914 MPa. Bien que la fibre de lin puisse avoir une résistance maximale de 1834 MPa, sa résistance peut atteindre 343 MPa. De même, le module d'élasticité du lin couvre une large plage (8 - 100 GPa). Globalement, on peut dire que les propriétés des fibres naturelles sont très variables et que leur résistance à la traction est nettement inférieure à celle des fibres synthétiques. Certaines des fibres naturelles, par exemple le lin, peut recouvrir le module d'élasticité des fibres synthétiques [44].

**Tableau I.3:** Propriétés mécaniques des fibres naturelles.

Fibre	Déformation à la rupture %	Résistance à la traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Réf.
Lin	1,5 – 3,2	450 -1500	27,6 – 38	[45,46]
Chanvre	1,6- 4,7	690 - 873	9,93	[24,47]
Jute	1-2	393 – 773	2,5-26,5	[48]
Kénaf	2,7-5,7	223 - 624	11 – 14,5	[47,49]
Sisal	3 – 15	80 - 640	1,46 – 15,8	[50]
Abaca	2,9	756	31,1	[51]
Coir	15 -59,9	106 – 175	1,27 – 6	[52,53]
Banane	1,8 – 3,7	529 – 914	7,7 – 32	[52,54]

#### I.2.7.2 Propriétés physiques

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, sa densité, son teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Les caractéristiques physiques de certaines fibres végétales sont présentées dans le tableau I.4.

Dans le cas des fibres ayant une forte teneur en cellulose telles que celles de la banane et des ananas, les fissures se propagent au travers des faibles liaisons entre les cellules provoquant ainsi une rupture intercellulaire sans endommager les microfibrilles. Au contraire dans le cas des fibres ayant une faible teneur en cellulose, les fissures se propagent à travers les cellules engendrant une rupture intracellulaire avec un retrait microfibrillaire [55]. L'allongement des fibres dépend du degré de cristallinité, de l'orientation et de l'angle des microfibrilles par rapport à l'axe de la fibre. Les fibres lignocellulosiques changent de dimensions et de propriétés en fonction de leur teneur en humidité. Une augmentation du taux

en humidité fait diminuer la résistivité électrique des fibres. La capacité des fibres d'absorber ou de désabsorber l'humidité devrait être prise en considération pour évaluer leur comportement dans les différentes applications. L'hémicellulose joue un rôle important dans les propriétés plastiques de la fibre, tandis que la lignine est un adhésif. Un rigidifiant et un durcisseur de la fibre lignocellulosique [13].

Tableau I.4: Propriétés physiques de différentes fibres végétales [13,36].

Nature des fibres	Diamètre (μm)	Longueur (mm)	Facteur de forme (L/D)	Angle microfibrillaire (degrés)	Densité (kg/m³)	Reprise de L'humidité (%)
Abaca	17,0-21,4	4,6-5,2	257	-	1500	14,00
Banane	-	2-3,8	-	11-12	1300-1350	-
Bambou	10-40	2,7	-	-	1500	-
Coco	16,2-19,5	0,9-1,2	64	39-49	1250	13,00
Coton	11,5-17,0	20-64	2752	20630	1550	8,50
Lin	17,8-21,6	27,4-36,1	1258	5	1400-1500	12,00
Chanvre	17,0-22,8	8,3-14,1	549	6,2	1400-1500	12,00
Jute	15,9-20,7	1,9-3,2	157	8,1	1300-1500	17,00
Kénaf	17,7-21,9	2,0-2,7	119	-	1220-1400	17,00
Ananas	20-80	-	-	6-14	1520-1560	-
Ramie	28,1-35,0	60-250	4639	-	1550	8,50
Sisal	18,3-23,7	1,8-3,1	115	10-22	1300-1500	14,00

## I.2.8 Structure morphologique des fibres végétales

Les performances mécaniques des composites dépendent bien sûr du taux de fibres, de leur morphologie (longueur et diamètre), de leurs propriétés mécaniques en plus de leur orientation. Par exemple, les propriétés mécaniques des composites sont d'autant plus élevées que la finesse des fibres est grande (diamètre faible). Donc l'influence de la morphologie des fibres macrocellulaire est très importante pour la compréhension du comportement mécanique.

Les macromolécules de cellulose vont former en s'associant une microfibrille de cellulose. Les chaines de cellulose qui constituent les microfibrilles sont organisées en spirales et forment un angle avec l'axe de la fibre nommé angle microfibrillaire. Ces

microfibrilles vont à leur tour s'associer entre-elles grâce à des ponts hémicelluloses pour former des macrofibrilles qui vont constituer l'essentiel de la paroi de la fibre [44]. Le tableau suivant [I.5] donne une vue longitudinale et en coupe transversale plus des valeurs représentent les densités et les diamètres pour les fibres lignocellulosiques élémentaires. Il s'agit des valeurs les plus couramment retrouvée dans la littérature.

Tableau I.5: Propriétés morphologiques des fibres lignocellulosiques élémentaires.

Fibre	Vue en coupe	Coupe transversale	Densité g/cm <sup>3</sup>	Diamètre mm	Réf
Lin	C3402 th Out 10 James of COs 22	182/11 (N. 22 see; al-0 12	1,53–1,54	12,4–23,9	[56]
Chanv re	3500 11 102 45 Servi electric	1850 J. 898 VSm 18 33 V	1,4–1,6	10,9–42,0	[57]
Jute	234.00   1 (0x/24) 20mg (1 50x EE	3 Mol 14 (m) 304 from all 20% (E	1-6	15–35	[58]
Kenaf		Eumen	1,45	2,1–36	[59]

Sisal	Eartic II don't \$1,5 mm at 70 dat	25-000 11 20/2 11 down d00 22 150-0	1,45	10–20	[58]
Abaca			1,5	6–53	[60]

## I.2.9 Organisation de la paroi végétale

La fibre végétale est considérée comme un matériau multicouche du fait des parois cylindriques et concentriques qui la compose. Au centre de la fibre élémentaire, on distingue le lumen qui contenait, jusqu'à maturité de la fibre, le noyau cellulaire et le cytoplasme. La taille du lumen permet de déterminer la qualité et le degré de maturité de la fibre [61]. La paroi végétale, qui est l'enveloppe de la cellule végétale, est composée essentiellement de composés glucidiques. Elle comporte deux parties (Figure I.19) :

- la paroi primaire;
- la paroi secondaire, qui est elle-même composée de 3 couches : S1, S2 et S3.

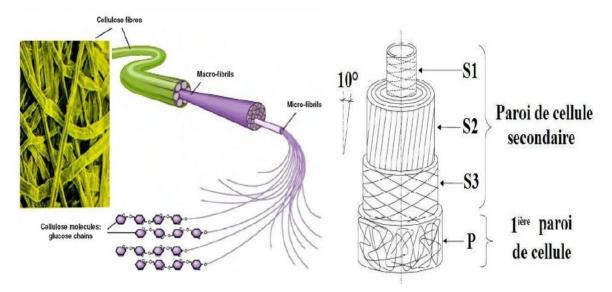
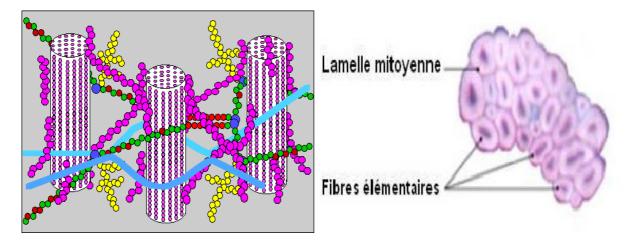


Figure I.19: Représentation schématique d'une structure détaillée d'une fibre végétale [62].

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, et de lignine dont les proportions dépendent de l'organisme producteur du tissu (Figure I. 20). En plus elles contiennent aussi des extractibles, et certains composés inorganiques. 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 [13].

La lamelle mitoyenne M d'épaisseur de 0.5 à 2 µm, en périmètre qui est commune aux cellules voisines. Elle est composée essentiellement de lignine (70%) associée à d'autres composés organiques tels que les hémicelluloses, la pectine, la cellulose. La lamelle mitoyenne soude les fibres les unes aux autres et leur confère une grande rigidité grâce à la présence de la lignine [63].



**Figure I.20:** Organisation de la cellule végétale et faisceau de fibres [64].

La paroi primaire P, très mince (0.03 à 0.1 µm) est la paroi la plus externe, Ces derniers est poreuse et élastique souvent, la paroi primaire et la lamelle mitoyenne sont associées, car il est difficile de distinguer les deux. Elle est constituée d'une structure fibrillaire recouverte par un mélange de lignine, de pectine et d'hémicellulose. La paroi secondaire ou paroi interne, constitue la plus grande partie du volume de la fibre. Cette paroi se divise en 3 couches : S1, S2 et S3. Ces trois sous-couches se différencient par leur composition biochimique, leur épaisseur ainsi que par leur arrangement.

La paroi externe S1 mince (0.1 à 0.2 µm) dans laquelle les fibrilles sont enroulées en hélices parallèles, de sens opposés (une couche dans un sens, l'autre couche croisée).

La paroi centrale S2, beaucoup plus épaisse (0.5 à 8 µm). Les fibrilles sont disposées en hélices parallèles, la rigidité de la fibre dépend de l'épaisseur de cette paroi. La paroi interne S3 (appelée paroi tertiaire) mince (0.04 à 0.1 µm), voisine du lumen W. Entre les fibres, il existe des espaces qui sont partiellement composés de lignine et d'hémicellulose [63].

### I.2.10 Traitement chimique des fibres végétales

Les caractéristiques hydrophiles des fibres naturelles et les caractéristiques hydrophobes de la matrice (polymère, organique ou autre) sont les principaux problèmes fondamentaux liés à l'utilisation de fibres naturelles comme renforcement des composites. Cependant, en utilisant un traitement chimique sur les fibres naturelles permet de réduire ses caractéristiques hydrophiles des fibres [39].

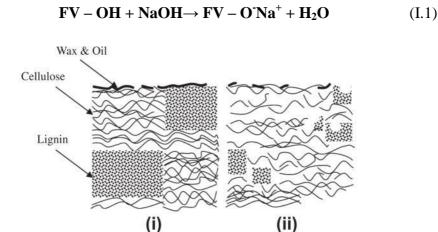
Toledo et al [65] ont comparé l'effet de l'immersion de fibre de sisal et de coco dans l'eau à PH=8.3, dans une solution de chaux Ca(OH)<sub>2</sub> à PH=12 et dans la soude NaOH à PH=11 pour distingue, d'une part l'effet du PH et d'autre part celui de la présence des ions calcium sur la surface des fibres végétales après l'immersion. Baley et al [66] 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 y a une augmentation très importante de la liaison (fibre de lin-résine) après les traitements.

Claire et al [67] 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 [68] 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. Rokbi et al [69] 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. Les principaux traitements chimiques utilisés pour réduire les caractéristiques hydrophiles d'une fibre naturelle sont présentés cidessous.

#### I.2.10.1 Traitement alcalin

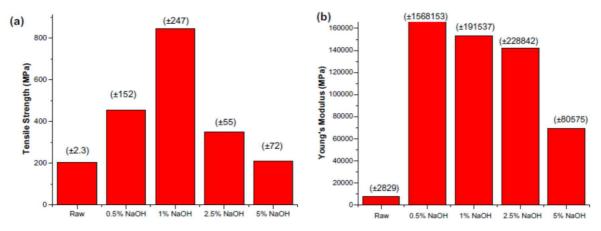
Le traitement des fibres naturelles par l'hydroxyde de sodium (NaOH) est largement utilisé pour modifier la structure moléculaire cellulosique. Il modifie l'orientation des zones cristallines de la cellulose (Cellulose I→ Cellulose II) [70,71], et forme plus de régions amorphes (Figure I.21). Ceci augmente l'accessibilité des produits chimiques. Dans la région amorphe, les chaînes de cellulose sont séparées et des molécules d'eau s'insèrent entre ces chaînes. Le traitement alcalin diminue le taux des groupements -OH de la cellulose et forme des groupements -O Na entre les chaînes moléculaires de la cellulose [72]. Ainsi, la sensibilité à l'humidité des fibres diminue. Ce traitement enlève également une partie des hémicelluloses, de la lignine, de la pectine, de la cire et des huiles [73]. Par conséquent, la surface de la fibre devient propre et plus uniforme. Il réduit également le diamètre de la fibre et augmente ainsi le rapport longueur / diamètre de la fibre. Ceci augmente la surface efficace des fibres pour une bonne adhérence avec la matrice [74]. Les comportements mécaniques et thermiques des composites sont significativement améliorés par ce traitement. Si la solution est trop concentrée, elle cause une délignification excessive de la fibre ce qui entraîne une détérioration des fibres [73,75]. L'addition de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre naturelle favorise l'ionisation du groupe d'hydroxyle selon la formule suivante [13]:



**Figure I.21:** Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) et après traitement alcalin [70].

Roy et al. [76] ont appliqué le traitement alcalin à des fibres de jute en utilisant des solutions de différentes concentrations et pendant différents temps à température ambiante. Les fibres ont été immergées dans la solution alcaline, puis lavées et séchées. Ce traitement a éliminé progressivement les hémicelluloses et la lignine. Selon les auteurs, le traitement alcalin brise les liaisons hydrogène entre les groupes hydroxyles (-OH) de la cellulose, les hémicelluloses et la lignine et conduit à la défibrillation c.à.d. la décomposition du faisceau de fibres en fibres plus petites. La teneur en humidité des fibres de jute a diminué avec l'augmentation de la concentration de la solution alcaline et de la durée du traitement. La teneur en humidité de la fibre de jute non traitée était de 15,51 %. Elle a atteint 4,08 % lorsque les fibres de jute ont été traitées avec 1% de solution alcaline pendant 48 h. Dans ce dernier cas, l'angle de contact à l'eau des fibres traitées a augmenté de 63.9° à 96,2°. Ainsi, ces fibres sont devenues plus hydrophobes et plus compatibles avec une matrice. La rugosité de surface de la fibre de jute a augmenté avec la concentration de la solution alcaline et la durée du traitement. Ceci est dû à l'élimination des impuretés de surface, des matériaux noncellulosiques, des substances inorganiques et de cires. Le diamètre des fibres a été réduit de 39%. Les propriétés mécaniques ont été améliorées. Le traitement alcalin a augmenté la résistance à la traction des fibres de 82% et l'allongement à la rupture de 45%.

D'autre études faite par Alawar et al [77] étudié L'effet du traitement chimique sur les propriétés mécaniques des fibres du palmier, les résultats obtenus sont présentés dans la Figure (I.22).



**Figure I.22:** Effet du traitement chimique sur les propriétés mécaniques des fibres de palmier dattier [77].

Les deux figures montrent que le traitement des fibres de palmier avec le NaOH entraine une amélioration des propriétés mécaniques de ces fibres par rapport à celles non

traitées. Le tableau ci-dessous (I.6) présente les essais de quelques fibres traitées à la soude en proportions variables, dans un certain laps de temps et à une certaine température, puis les résultats donnés pour cela :

Tableau I.6: Paramètres d'essai des fibres végétales traité ainsi que leurs résultats.

Temps	Température	Résultats	Réf
d'immersion	d'utilisation		
(h)	(c°)		
2, 3	100	L'augmentation du % de NaOH	[78]
		ainsi que le temps d'immersion	
		ont augmenté l'élimination de la	
		lignine et d'autres impuretés de	
		surface.	
1	100	Les résultats ont révélé que le	[79]
		traitement au NaOH avait un	
		effet positif sur les propriétés	
		mécaniques du DPF, où le	
		traitement à 1 % de NaOH était	
		la condition optimale pour	
		augmenter la résistance à la	
		traction du DPF.	[77]
24	TC	Les résultats ont montré que 6%	
		était la concentration optimale,	
		où une solution à 3% de NaOH a	
		eu moins d'influence sur les	
		propriétés mécaniques du DPF	
		tandis qu'une solution à 9% de	
		NaOH a affaibli et endommagé	
		le FPD.	[80]
24	TC	Réduction de la porosité et	
		amélioration de la liaison	
		interfaciale entre la matrice	
		époxy/DPF	
	d'immersion (h) 2, 3	d'immersion (h) (c°) 2, 3 100  1 100	d'immersion (h) (c°)  2, 3  100  L'augmentation du % de NaOH ainsi que le temps d'immersion ont augmenté l'élimination de la lignine et d'autres impuretés de surface.  Les résultats ont révélé que le traitement au NaOH avait un effet positif sur les propriétés mécaniques du DPF, où le traitement à 1 % de NaOH était la condition optimale pour augmenter la résistance à la traction du DPF.  TC  Les résultats ont montré que 6% était la concentration optimale, où une solution à 3% de NaOH a eu moins d'influence sur les propriétés mécaniques du DPF tandis qu'une solution à 9% de NaOH a affaibli et endommagé le FPD.  TC  Réduction de la porosité et amélioration de la liaison interfaciale entre la matrice

#### I.2.10.2 Traitement au silane

Le silane est un composé chimique de formule SiH<sub>4</sub>. Les silanes sont utilisés comme des agents de couplage pour améliorer l'adhérence entre les fibres et la matrice polymère. Les agents de couplage silane peuvent réduire le nombre de groupe hydroxyle de la cellulose dans l'interface fibre / matrice [81].

#### I.2.10.3 Acétylation

L'acétylation est une technique d'estérification des fibres naturelles. Les fibres sont acétylées avec l'acide acétique ou l'anhydride acétique en présence ou non d'un catalyseur acide pour greffer des groupements acétyles sur la cellulose (Figure I.23). Le groupement acétyle (CH<sub>3</sub>CO) remplace le groupement hydroxyle (OH) hydrophile de la fibre. Ainsi, la nature hydrophile de la fibre diminue [71].

$$Ac\acute{e}tylation \ avec \ catalyseur \ acide \qquad O$$
 
$$Fibre-OH + CH_3COOH \ \frac{(CH_3CO)_2O}{Conc.\ H_2SO_4} \ Fibre-O-C-CH_3 + H_2O$$
 
$$Ac\acute{e}tylation \ sans \ catalyseur \ acide$$
 
$$O \quad O \quad O \quad O$$
 
$$\parallel \quad \parallel \quad \parallel$$
 
$$Fibre-OH + CH_3-C-O-C-CH_3 \longrightarrow Fibre-O-C-CH_3 + CH_3C-OH$$

**Figure I.23:** Acétylation avec ou sans catalyseur acide [71].

Kalaprasad et al. [82] ont suivi cette technique pour acétyler les fibres de sisal. Pour cela, les fibres ont été maintenues immergés dans de l'acide acétique glacial pendant 1 heure à température ambiante. L'acide a ensuite été décanté et l'immersion a été poursuivie dans de l'anhydride acétique contenant deux gouttes d'acide sulfurique concentré pendant 10 minutes. Le changement de la structure chimique de la fibre de sisal suite à l'acétylation a été analysé par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier. L'intensité de la bande liée au groupement -OH est réduite après l'acétylation à la suite de l'estérification des groupes hydroxyles. Ces fibres ont été incorporées dans une matrice de polyéthylène à basse densité pour préparer des composites (20/80). Les auteurs ont observé une amélioration des propriétés de traction des composites après acétylation des fibres. Ceci est attribué à la présence de groupements -CH<sub>3</sub> dans la fibre de sisal acétylée, qui améliore l'interaction avec le polyéthylène. Même s'il n'y a pas de liaison chimique covalente liant la fibre de sisal acétylée et le polyéthylène, c'est l'hydrophobicité accrue du sisal après traitement qui est responsable de l'amélioration des propriétés de traction.

#### I.2.10.4 Benzovlation

La benzoylation est une transformation importante en synthèse organique. Le chlorure debenzoyle est le plus souvent utilisé dans le traitement de la surface des fibres. Plusieurs chercheurs ont étudié la morphologie de la surface, les propriétés mécaniques et la dégradation des fibres traitées [83].

## I.2.10.5 Traitement par acide stéarique

Le traitement par acide stéarique est une autre technique d'estérification des fibres naturelles. L'acide stéarique de formule CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>16</sub>COOH est utilisé pour modifier la surface des fibres. Le groupement carboxyle -COOH de l'acide stéarique réagit avec les groupements hydroxyles hydrophiles de la fibre et réduit sa sensibilité à l'humidité. Ce traitement peut conférer aux fibres naturelles un caractère extrêmement hydrophobe. Cependant, il élimine certains constituants de la structure de la fibre (pectine, huile de cire, etc.). Par conséquent, les faisceaux de fibres se décomposent et des phénomènes de défibrillation se produisent. Pour des applications composites, ce traitement favorise une meilleure liaison à l'interface fibresmatrice et fournit des meilleurs propriétés des composites [84,85].

Des recherches faites par Paul et al [84], ont traité les fibres de banane avec l'acide stéarique. Tout d'abord, les fibres ont subi un traitement alcalin avec une solution de concentration de 10% pendant une heure. Après lavage et séchage, les fibres traitées ont été immergées dans une solution de 1% d'acide stéarique dans l'éthanol pendant 1 heure. Les composites fibres traitées / Polypropylène (50/50) montrent une amélioration des propriétés mécaniques par rapport aux composites contenant des fibres non traitées. La résistance à la traction et le module d'Young du composite ont augmenté de 7 % et 8,4 % respectivement. La même tendance est également observée lors d'essais de flexion 3 points.

#### I.2.11 Traitement physique des fibres végétales

Les produits les plus utilisés dans ce type de traitement sont : les huiles et les résines pour diverses raisons [39]:

- Nettoyage et purification de la surface ;

- Oxydation et activation des sites sur la surface.

Ces méthodes entraînent un changement physique et chimique des propriétés structurelles du composé. On distingue les traitements par décharges diélectriques tels que le plasma froid et par exposition aux rayonnements laser, ultra-violet ou gamma. L'application des fibres végétales comme renfort exige d'une part une forte adhésion entre la fibre et la matrice et d'autre part, une absorption limitée de l'eau par les fibres.

#### I.2.11.1 Traitement plasma froid

Ce traitement modifie la surface des fibres sans affecter les propriétés intrinsèques du matériau. De plus, cette technique ne nécessite pas l'usage de solvant et les temps de traitements sont courts. Le gaz plasmagène utilisé est l'hélium He, il permet d'introduire des radicaux libres à la surface sans générer de nouvelles fonctionnalités dues à la nature du gaz. Les paramètres optimaux de la phase plasmagène ont été déterminés et correspondent à une puissance de 50W et un temps de traitement de 5min [13].

# I.2.12 Traitement thermique des fibres végétales

Le traitement consiste à chauffer les fibres, sous atmosphères inerte jusqu'à 280°C et de le maintenir suffisamment longtemps pour que sa structure soit modifiée. Cette technique appelée (torréfaction) a été particulièrement étudiée par Bourgois et al [6]. Le procédé qui a été adapté consiste à traiter thermiquement du bois sous atmosphère inerte à des températures inférieures à 280°C. La durée du traitement permet l'obtention des propriétés souhaitées. Il présente l'avantage de moins dégrader la fibre et permet de conserver au maximum ses propriétés mécaniques.

Merzoud et al [38]. Ont fait le traitement thermique par la mise en ébullition des fibres de diss dans une cocotte pendant quatre heures, puis un lavage afin d'éliminer les sucres et les composants hydrosolubles renfermés dans les fibres.

#### I.2.13 La méthode d'extraction des fibres végétales

Il existe différentes familles de procédés pour extraire les fibres végétales ; le procédé physique, le procédé mécanique, le procédé chimique et le procédé biologique. Le choix du procédé adéquat dépend du type et l'âge de la plante ainsi que de l'organe d'extraction. Dans certains cas le couplage de plusieurs procédés est requis [86].

## I.2.13.1 Procédé physique

L'explosion à la pression par la vapeur est un moyen très efficace dans la séparation des fibres, des micro-explosions se produisent alors dans les cellules les plus fragiles. Ce cycle est répété une dizaine de fois (8-11 fois), ce qui en résulte c'est l'explosion des lamelles moyennes qui est une colle intercellulaire. En fin, la séparation des fibres sera achevée par un lavage à l'eau courante. Il existe aussi, les procédés à base d'ultrasons, et d'autres à base de micro-ondes [87].

#### I.2.13.2 Procédé mécanique

Ce procédé peut être effectué manuellement ou à l'aide d'une machine, par exemple dans le cas du Bambou les méthodes utilisées sont : La méthode manuelle ou les fibres sont séparées par l'utilisation d'un couteau, et d'un peigne après d'être battus; la méthode par laminage ou pressage consiste par l'écrasement sous presse ou par laminage ou encore par combinaison des deux traitements, les fibres sont détachées les unes des autres. Ceci est répété plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible séparées [88].

## I.2.13.3 Procédé chimique

L'extraction chimique est généralement faite par des solutions alcalines (NaOH, KOH...). La méthode chimique réduit partiellement le diamètre de la fibre [86].

#### I.2.13.4 Procédé biologique

Le rouissage naturel, opération connue depuis des siècles, Il se base sur l'activité des microorganismes, ce qui implique une durée d'extraction plus longue que les autres procédés [86].

# I.3 Généralité sur les matériaux composites fibro-ciment

Le terme « matériau composite » désigne un matériau constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux dont l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs séparément [7]. La réalisation d'un matériau composite nécessite donc l'association d'au moins deux constituants : le renfort et la matrice. L'association de ces deux phases en crée une troisième appelé interface ou interphase. Les propriétés de cet ensemble dépendent des propriétés des constituants, de leur distribution géométrique, de leurs proportions, et de leurs interactions. Il est donc nécessaire de connaître les propriétés mécaniques et physicochimiques des constituants, la fraction volumique de chacun, l'orientation et la distribution du renfort, ainsi que la nature des interactions matrice/renfort (Figure I.24).

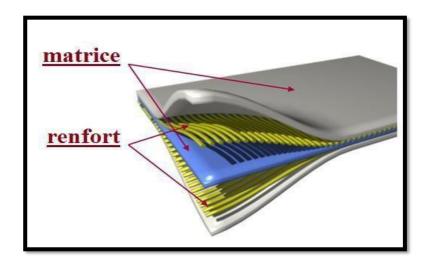


Figure I.24: Matériau composite [89].

#### I.3.1 Constituent des matériaux composites

Industriellement, les matériaux composites se composent d'une matrice (assurant la protection et le transfert de charge) et les renforts (assurant la résistance mécanique). La matrice est l'un des constituants de base des matériaux composites qui revêt trois fonctions principales : la répartition de la charge mécanique sur tout le renfort, la cohésion des fibres pour une meilleure homogénéisation de l'ensemble et la protection des renforts vis à vis du milieu extérieur (chocs mécaniques ou thermiques). Les résines polymères les plus employées dans les matériaux composites sont les résines thermodurcissables (polyester, polyuréthane...) et les résines thermoplastiques (PVC, PS, PET. . .) [90].

- Les thermodurcissables durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible .On trouve les résines polyester qui, associées à des fibres de verre ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résistent bien au feu [91].

**Tableau I.7:** Caractéristiques des résines thermodurcissables [91].

Résine	ρ	σ <sub>traction</sub> (Gpa)	T <sub>c</sub> (°C)
Polyester	1.2	50-60	120
Phénol Formaldehyde	1.2	40-50	120-150
Époxyde	1.1-1.4	50-90	120-200
Polyurethane	1.1-1.5	20-50	
Vinl-ester	1.15	70-80	14

Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires, il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Les matrices thermoplastiques ont de faibles propriétés mécaniques; un renforcement par l'incorporation de charge leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle. Les matrices les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) qui est utilisé dans la fabrication des tuyauteries, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène pour les boites alimentaire sou les revêtements de sols, le polystyrène qui intervient dans la composition des contenants alimentaires, de la vaisselle jetable, des jouets ou des vitres [92].

**Tableau I.8:** Caractéristiques de quelques thermoplastiques [92].

Polymère	ρ (g/cm3)	σ <sub>traction</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	A(%)
PVC	1.5	50	10-50
PS	1.05	40	4
PEHD	0.95	30-35	700-1000
PET	1.39	2.5	90
PP	0.91	20-40	200-1000

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire, allant de la particule de forme allongée à la fibre continue qui donne au matériau un effet de résistance orientée. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme continues (fibres longues), soit sous forme discontinues

(fibres courtes) [93]. Les plus utilisés sont :

- \* Fibres de verre : Les fibres de verre ont un excellent rapport performance-prix qui les placent de loin au premier rang des renforts utilisés actuellement dans la construction de structures composites. Ces derniers présentent un module de traction faible, mais une résistance en traction intéressante [94]. Elles sont constituées de silicates et considérées comme des matériaux anisotropes.
- \* Fibres de carbone : Les fibres de carbone sont des filaments minces faites de carbone élémentaire avec les structures qui changent de ceux du carbone amorphe à ceux du graphite cristallin. Ces fibres sont élaborées à partir d'un polymère de base appelé précurseur, les propriétés chimiques et physiques des fibres de carbone finales dépendent fortement des qualities du précurseur. Les fibres de carbone possèdent de très fortes propriétés mécaniques, leur résistance peut atteindre entre 200 et 300 GPa, elles sont souvent employées comme renfort dans les composites polymères rigides [95].
- \* Fibre d'aramide : La fibre d'aramide est issue de la chimie des polyamides aromatiques. Il est possible de trouver deux types de fibres d'aramide de rigidités différentes [96]:
- -Les fibres bas module: utilisées pour les câbles et les gilets pare-balles;
- -Les fibres haute module: employées dans le renforcement pour les composites hautes performances.
- \* Fibres céramiques : Les matériaux composites de type céramiques sont souvent constitués de renforts et de matrice en céramique. Les fibres sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un fil support. Ces fibres ont des applications où la température est très élevée entre 500°C et 2000°C. Ces matériaux sont utilisés notamment dans les parties chaudes des moteurs d'avions. Les fibres céramiques les plus utilisées sont [94]:
  - fibres de Carbure de Silicium.
  - Fibres de Bore.
  - fibres de Bore carbure de silicium

## I.3.2 Matériaux composites à base des fibres naturelles

Le choix des matériaux adéquats est une bonne solution pour limiter leur impact sur l'environnement et assurer un milieu intérieur confortable. Pour cela, l'utilisation des matériaux composites à base de fibres végétales (le chanvre, la paille, le lin, le bois, le palmier

dattier, etc.) est une bonne réponse dans le souci de préserver la santé de l'homme, de répondre à ses besoins de bien-être et de confort et de réduire les impacts environnementaux. Par ailleurs, l'utilisation des matériaux composites à base de produits végétaux a les avantages suivants:

Ce sont des ressources abondantes, renouvelables, recyclables et durables. Les végétaux se renouvellent périodiquement et par conséquent assurent une ressource abondante sachant que les autres ressources (charbon, pétrole, gaz) seront épuisées d'ici quelques décennies.

Réduction des émissions de gaz à effet de serre.

Faible énergie grise: L'énergie grise est la somme de toutes les énergies nécessaires à la production, au transport, à la fabrication, à l'utilisation et enfin à la démolition du matériau ou à son élimination enfin de sa vie [97].

#### I.3.3 Propriétés des matériaux composites renforcés par des fibres végétales

#### I.3.3.1 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques constituent les principales propriétés étudiées des composites renforcés par des fibres naturelles. Ces propriétés comprennent la résistance, la rigidité, la ténacité, le cisaillement, la compression, la fatigue et le fluage. La résistance mécanique des matériaux composites est évaluée par un certain nombre de méthodes d'essai qui sont mécaniquement simples du point de vue concept mais elles sont extrêmement sensibles à la préparation de l'échantillon et la procédure d'exécution du test [98].

Les tests mécaniques incluent principalement les essais de traction, de compression, de cisaillement, de flexion et de fatigue. Ces méthodes d'essais ont régies par les normes élaborées par (ASTM), et (ISO) et (SACMA). Dans la présente étude nous limitons à l'étude des propriétés en flexion et en compression des composite sa matrice cimentaire renforcée par des fibres végétales. Les tests précédents sont réalisés dans le but de déterminer la résistance à la flexion et à la compression, le module de Young et l'allongement à la rupture du matériau [99].

#### I.3.3.2 Rupture des composites sous une charge en traction

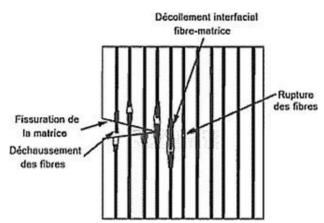
A une échelle macroscopique, un composite sous une charge en traction peut présenter une rupture ductile ou fragile. Ces deux termes décrivent le degré de déformation plastique macroscopique précédant la rupture.

-La rupture ductile se produit par la coalescence des micro-vides qui entrainent une fissure

interne par rupture normale. Ce mode de rupture est accompagné par une déformation plastique brutale qui conduit à un aspect fibreux de la surface fracturée.

-La rupture fragile est caractérisée par une propagation rapide des fissures sans déformation plastique brutale ; le comportement d'un matériau fragile est presque exclusivement élastique jusqu'à la rupture. Dans ce type de matériau, la surface de rupture est caractérisée par la présence de stries radiales à la surface de rupture qui sont parallèles à la direction de propagation de la fissure. Il est à noter qu'une strie est produite lorsque deux fissures, qui ne sont pas coplanaires, deviennent connectées par déchirement du matériau intermédiaire. La rupture fragile en traction présente un aspect granuleux avec peu ou pas de striction [99,100].

A l'échelle microscopique, deux mécanismes de rupture peuvent avoir lieu selon les propriétés de l'interface, à savoir un décollement à l'interface fibre/matrice ou un déchaussement des fibres de la matrice (Figure I.25). Si l'interface se décolle facilement, la propagation de la fissure est interrompue par le processus de décollement et au lieu que la fissure passe à travers la fibre, elle se propage le long de la surface de la fibre, ce qui permet à la fibre de supporter des charges plus élevées. Le déchaussement des fibres se produit du fait que les fibres se rompent à des emplacements aléatoires loin du plan de la fissure. L'une des extrémités de fibres brisées se déchausse de la matrice quand la fissure s'ouvre avec l'augmentation de la charge appliquée [101].



**Figure I.25:** Mécanisme de rupture d'un composite renforcé par des fibres unidirectionnelles [101].

# I.3.3.3 Effet des traitements chimiques des fibres sur le comportement mécanique des composites

La performance mécanique à long et à court terme des composites renforcés par des fibres dépend principalement de trois facteurs: la résistance et le module de la fibre, la résistance et la stabilité chimique de la résine ainsi que l'efficacité de la liaison interraciale qui assure le transfert de la charge de la matrice à la fibre. Cependant, la qualité de l'interface fibre- matrice reste le facteur clé à optimiser pour avoir un composite performant. En raison de la forte dépendance entre la polarité des fibres et l'adhésion inter raciale, les chercheurs sont intéressés à la modification chimique des fibres par plusieurs traitements tels que mentionnées dans les paragraphes précitées et ceux dans le but d'améliorer la performance des composites. Ces traitements ont réussi à attendre divers niveaux de succès dans l'amélioration de l'adhésion fibre-matrice des composites à base de fibres ligno- cellulosiques [36].

## I.3.4 Les composites à matrice cimentaire

#### I.3.4.1 Généralités

Un béton ou mortier fibré est un matériau associant des fibres à une matrice cimentaire afin d'en rehausser les propriétés mécaniques. Les fibres jouent le rôle de renfort tandis que la matrice assure la cohésion du matériau et le transfert des efforts aux fibres.

Depuis longtemps, les fibres sont utilisées pour renforcer des matériaux fragiles. La paille a été utilisée pour renforcer les briques de terre, et le crin de cheval pour renforcer les mortiers de maçonnerie et le plâtre. Plus récemment, une utilisation commerciale à grande échelle de fibres d'amiante dans une matrice cimentaire a commencé avec l'invention du procédé Hatschek en 1898. Cependant, principalement en raison des dangers pour la santé associés aux fibres d'amiante que nous connaissons, des types de fibres alternatifs ont été introduits dans les années 1960 et 1970. De nos jours, un grand nombre de matériaux techniques (matrices céramiques, métalliques ou organiques) incorporent des fibres pour améliorer les propriétés des matériaux. L'intérêt du secteur industriel pour les matériaux de construction renforcés de fibres ne cesse d'augmenter du fait du nombre conséquent de recherches en cours sur cette thématique [102].

#### I.3.4.2 Mortier

Le mortier est un des matériaux de construction, qui contient de liant (ciment ou plâtre ou chaux), de granulat fin dit charge (tel le sable, ce qui le distingue du béton) et de l'eau. En raison des a granularité fine, il est plus léger que le béton [103,104].

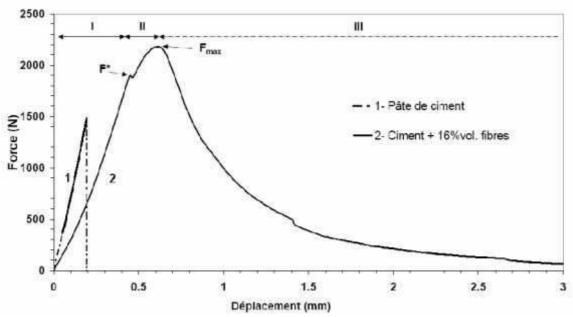
Les mortiers peuvent être très différents les uns des autres selon la nature et les pourcentages des constituants, le malaxage, la mise en œuvre et la cure. Ils sont utilisés en construction comme élément de liaison, de scellement, ou comme enduit. Ces matériaux, soumis à de fortes contraintes, résistant aux agressions chimiques, à l'humidité ainsi qu'aux fortes sollicitations mécaniques.

Un mortier est obtenu par le mélange d'un liant (chaux, ciment ou autre), de sable et d'eau aux quels peuvent être ajoutés des additions minérales et/ou adjuvants organiques [104].

#### I.3.4.3 Comportement mécanique des composites fibro-ciment

#### I.3.4.3.1 Comportement en flexion

Les études réalisées sur les matériaux composites à base de fibres végétales brutes mettent en évidence une modification du comportement mécanique du composite. Alors que la matrice cimentaire pure présente un comportement élastique linéaire fragile, les éprouvettes de composite fibré testées en flexion trois points conservent leur intégrité même au-delà de la charge maximale, et continuent à supporter une charge significative dans la partie post-pic [105]. Ce phénomène est mis en évidence par la (Figure I.26) représentant le comportement d'une matrice cimentaire pure et de la même matrice renforcée par 16% en volume de fibres de chanvre.



**Figure I.26:** Courbes du comportement typique d'un échantillon de ciment pur (1) et d'un composite ciment/fibres végétales (2) en flexion 3 points [64].

L'auteur [64] 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 l'auteur, limitent la propagation de la fissure par un effet de pontage;

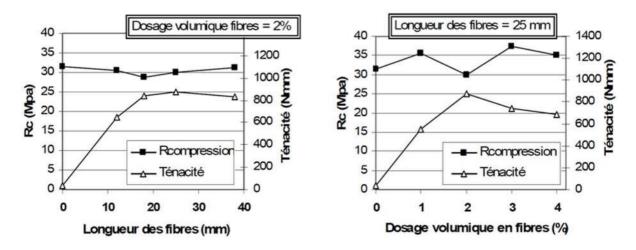
Phase III: au-delà de F<sub>max</sub>, diminution contrôlée de la charge contrairement à la pâte de ciment seule qui casse brutalement. L'auteur associe cette phase à une rupture progressive des interfaces fibres/matrice suivie d'un déchaussement des fibres.

L'incorporation de fibres végétales modifie peu la charge d'apparition de la première fissure, qui est liée principalement aux propriétés de la matrice, mais une fois la fissure apparue, les fibres limitent la propagation de la fissure [105].

Le passage d'une matrice fragile à un composite fibré ductile présentant un comportement post-picadoucissant est relevé par tous les auteurs. Cependant, cette modification du comportement ne va pas forcément de pair avec une amélioration de la résistance en flexion [106], c'est pourquoi le paramètre prépondérant pour rendre compte de la contribution de fibres dans le comportement du composite est sa ténacité qui représente l'aptitude du matériau à absorber une certaine quantité d'énergie avant la rupture [102].

#### I.3.4.3.2 Comportement en compression

La résistance en compression des composites est une propriété significativement affectée par l'incorporation de fibres végétales. D'après les études de Kriker et al, 2005 [106], la résistance en compression de composites incorporant des fibres de jute varie sensiblement à l'ajout de ces fibres. La résistance en compression soit augmentée ou diminué en fonction de l'augmentation de taux de fibres avec la variation des longueurs (Figure I.27).



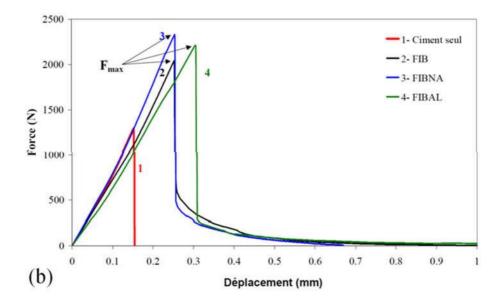
**Figure I.27:** Influence du dosage et de la longueur des fibres de jute sur la résistance en compression du composite cimentaire [107].

# I.3.5 Durabilité des composites cimentaires à fibres végétales

Malgré les propriétés mécaniques intéressantes obtenues pour les composites cimentaires à renfort de fibres végétales, de nombreuses études sou lignent les problèmes rencontrés concernant la durabilité des fibres dans une matrice forte ment alcaline.

#### I.3.5.1 Propriétés sur le long terme

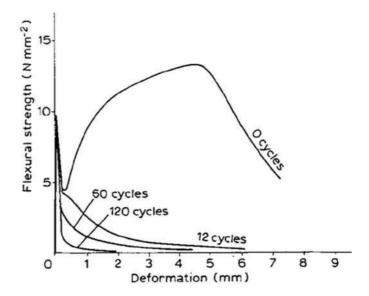
Dans le cas de l'étude mécanique de composites cimentaires biofibrés, les auteurs rapportent dans la très grande majorité des cas une perte de ductilité de ces matériaux au cours du temps. Les résultats obtenus par Sedan, présentés sur la (Figure I.28), illustrent bien ce phénomène [64].



**Figure I.28:** Comportement mécanique en flexion 3 points d'une matrice cimentaire renforcée par des fibres de chanvre brutes, après 12 mois de vieillissement naturel [64].

Au bout de 12 mois de vieillissement naturel, le comportement mécanique des composites est modifié de manière significative. La force d'apparition de la première fissurer est e approximativement la même que celle obtenue aux essais réalisés à 28 jours. Cependant, la phase post-pic disparait après vieillissement. Le matériau présente un comportement fragile, similaire à celui d'une matrice non fibrée. Certains auteurs [108, 109], relèvent, en parallèle de la perte de ductilité, une augmentation de la résistance à l'apparition de la première fissure.

Des résultats similaires à ceux de Sedan [64] ont été auparavant obtenus par Canovas et al [110], sur des composites cimentaires à renfort de fibres de sisal. Les éprouvettes soumises à des cycles d'humidification/séchage présentent une baisse considérable de la résistance maximale en flexion. Ce résultat est déjà bien perceptible après seulement douze cycles de vieillissement. On observe également une diminution très importante de la ténacité. La (Figure I.29) présente l'évolution du comportement en flexion d'échantillons soumis à 0,12, 60 et 120 cycles de vieillissement accéléré.



**Figure I.29:** Courbes contrainte-déformation d'un mortier de ciment Portland renforcé par des fibres de sisal brutes, soumis à un vieillissement accéléré par cycles d'humidification / séchage [110].

Un autre phénomène, mis en évidence par plusieurs auteurs [111, 112, 65], est la modification du mode de rupture des fibres après vieillissement à plus ou moins long terme. Ceci est caractéristique de la mauvaise durabilité des fibres en milieu alcalin. Pour les composites non âgés, la rupture survient principalement par arrachement des fibres de la matrice. Pour les échantillons vieillis, le taux de fibres cassées augmente tandis que la longueur d'arrachement diminue. Ces auteurs ont pu observer en parallèle une minéralisation des fibres suite au contact prolongé avec la matrice cimentaire. Cela a entrainé une détérioration structurelle et une rigidification des fibres qui les rend cassantes et limite fortement le transfert des contraintes entre la fibre et la matrice.

# 1.3.5.2 Impact du milieu cimentaire sur les fibres végétales

Le premier mécanisme expliquant la perte de ductilité des composites incorporant des fibres végétales est la dégradation de ces fibres dans le milieu alcalin de la matrice. Afin d'étudier ce phénomène, plusieurs auteur sont suivi les propriétés de fibres végétales immergées dans différentes solutions alcalines.

Une première étude montre des mesures de la résistance en traction et de l'allongement à larupture de fibres d'agave immergées dans une solution de Ca(OH)<sub>2</sub> à pH 12,5 [113]. Après 12 mois d'immersion, les fibres conservent environ 30 % de leur résistance à la traction

initiale et seulement17 à 27% de leur ductilité.

Toledo et al [65] ont comparés l'effet de l'immersion de fibres de sisal et de coco dans de l'eau à pH 8,3, du Ca(OH)<sub>2</sub> à pH12 et du NaOH à pH11 afin de distinguer d'une part l'effet du pH et d'autre part celui de la présence des ions calcium sur la durabilité des fibres végétales. Après 210 jours d'immersion dans la solution d'hydroxyde de calcium, la résistance en traction résiduelle des fibres de sisal et de coco représente respectivement 34 % et 59 % des valeurs initiales. Après immersion dans la solution de soude (NaOH) pendant 420 jours, les résistances résiduelles sont nettement plus élevées, à savoir 73% et 61 % de la résistance initiale.

Cette différence est attribuée par l'auteur à la cristallisation de chaux dans les pores des fibres immergées dans la solution d'hydroxyde de calcium ce qui affecte leur résistance en traction. Cette hypothèse avait déjà été faite par Gram et al [114] qui relève une action spécifique des ions calcium par rapport à l'immersion de fibres dans des solutions d'hydroxyde de sodium ou de potassium. D'après cet auteur, la dégradation des fibres en milieu alcalin serait donc due à la dissolution partielle ou totale de la cellulose, des hémicelluloses et de la lignine qui les composent, Cette décomposition en milieu alcalin interviendrait selon deux phénomènes :

-Le «décollement» (peeling-off), qui concerne les extrémités des chaînes moléculaires, constituées de groupes qui réagissent avec les ions OH de la solution basique. Cette réaction conduit ensuite à la formation d'acides iso sacchariniques (CH<sub>2</sub>OH) qui vont pouvoir facilement se détacher de la chaîne. Ce mécanisme ne s'effectuant qu'aux extrémités des chaînes, plus le degré de polymérisation sera élevé, moins ce phénomène sera nocif. La cellulose étant fortement polymérisée, elle ne sera que faiblement exposée à cette dégradation. Toutefois, les hémicelluloses de degré de polymérisation plus faible seront davantage sensibles au peeling-off.

-L'hydrolyse alcaline entrainant la division de la chaîne moléculaire et la diminution du degré de polymérisation. Ce deuxième phénomène entraîne une plus grande sensibilité au premier mécanisme [115].

La dégradation des fibres végétales en milieu alcalin serait donc due à la dissolution partielle ou totale de la cellulose, des hémicelluloses et de la lignine qui les composent.

# **Conclusion**

L'intégration de fibres végétales dans les matériaux composites devient une pratique courante, encouragée par une demande forte en produits biosourcés et sains. C'est pourquoi de multiples recherches sont menées actuellement sur la valorisation de différents types de fibres lignocellulosiques. Cette étude bibliographique nous a permis de faire le point sur les avantages que peuvent apporter les fibres végétales par rapport aux fibres traditionnelles d'origine synthétique : faible densité, bonnes propriétés mécaniques, faible coût, ressource renouvelable, qualité écologique. etc ... et de connaître aussi les paramètres influençant sur les propriétés finales du matériau composite. Ces paramètres sont liés principalement à la structure des fibres et aux procédés de leur mise en œuvre.

# **Chapitre II**

# Matériels et Techniques Expérimentales

# Introduction

Ce chapitre décrit de façon détaillée, les différentes techniques expérimentales, partant de la préparation des fibres végétales, conditions d'essais utilisées, jusqu'à l'élaboration des biocomposites en mortier à matrice cimentaire renforcer par deux type de fibre végétal, la fibre d'Alfa (FA) et la fibre de Diss (FD). L'élaboration des bio-composites s'effectuée par une planification expérimentale statistique basée sur la méthode de Taguchi. L'objectif de cette méthode est la minimisation des nombres des expériences ainsi que la diminution du coût des essais mécaniques. La caractérisation du comportement mécanique des bio-composites élaborer a été réalisée par deux essais mécaniques essentielles à savoir l'essai de flexion 3-Points et l'essai de compression.

# II.1Présentation des fibres d'Alfa et de Diss

Dans notre recherche, le matériau de base utilisé est de type fibre végétale pour le renforcement des composites cimentaire. Pour ce la deux types de fibres sont présentées, les fibres d'Alfa (FA) (Figure II.1) et de diss (FD) (Figure II.2). Les fibres d'alfa issues de la plante connue sous le nom scientifique Imperata cylindrica, elle appartient à la famille des Pomaceae, cette plante est répandue dans de nombreuses régions montagneuses et arides en Algérie, notamment dans l'est d'Algérie (Tébessa, Souk Ahras et Djelfa...etc) et également dans d'autres régions. Cette plante est considérée, comme une source de subsistance pour de nombreux animaux, et/ou une source essentielle pour de nombreuses industries traditionnelles telles que les matelas, d'autres articles ménagers, la fabrication du papier . . . etc. l'extraction de cette plante est facile à tirer à la main simplement en raison de sa forme douce.

Pour la fibre de Diss, c'est une plante herbacée scientifiquement appelée Ampelodesma mauritanica, elle appartient à la famille des Poacées. C'est une plante vivace et herbacée, mais elle se présente sous la forme d'arbustes d'une longueur peut atteinte un mètre. Elle a des feuilles très longues et rugueux au toucher. Elle a des tiges et des fleurs qui ressemblent à des fleurs de l'alfa. Le Diss vit dans les terres riches en argile et est répandu sur de vastes zones en Algérie, telles que Souk Ahras, Tébessa....etc. elle préserve le sol menacé par l'dérive et est utilisé traditionnellement pour l'isolation des toits pour les maisons, elle compte sur leur difficulté pour l'extraire au lieu de la main en raison de la rugosité de sa texture.





Figure II.1: Fibres d'Alfa, région de Tébessa (Ouanza).



Figure II.2: Fibre de Diss, région de Tébessa (Boukhadra).

# II.2 Matériels et Méthodes expérimentales

#### II.2.1 Préparation des fibres

Dans ce travail, nous cherchons à élaborer des bio-composites constitués d'une matrice cimentaire renforcés avec des différents pourcentages de deux types de fibres végétal, afin de conférer au bio-composites élaborés une résistance et durabilité assez remarquables. Le choix est réservé aux fibres végétales d'Alfa et Diss le plus abondante en Algérie, qui sont cultivées localement.

Pour ce faire, les fibres d'Alfa ou de diss utilisées dans cette recherche ont été extraites manuellement de leurs plantes, elles ont été récoltées à partir d'une région située à Tébéssa située dans l'est de l'Algérie.

Enfin, les fibres ainsi obtenues sont appelées fibres brutes, ayant différents diamètres allant de 0,3 à 1 mm et longueur allons de 400 mm à 800 mm. Chacune des deux fibres brutes sont découpées en différentes longueurs de 5mm, 10mm et 20mm (Figure II.3), afin de connaitre l'effet de la variation de la longueur des fibres sur les propriétés mécaniques des bio-composites élaborés.



**Figure II.3:** Les différentes longueurs utilisées, (a, b, c) les longueurs d'Alfa, (d, e, f) les longueurs du Diss.

La variation de la longueur des fibres pour le renforcement entraine une variation de leurs quantités en masse (grammes), la relation qui traduit cette variation est donnée par :

Volume du moule utilisé pour l'essai de flexion 3-points (4 x4 x16) cm <sup>3</sup> = 256 cm<sup>3</sup>
 (0.000256 m<sup>3</sup>). Selon la norme EN 196-1 [116] utilisée pour la préparation du mortier, un volume de 0.000256 m<sup>3</sup> se traduit par une quantité 1350 g

Le tableau suivant récapitule les résultats en masse des quantités des fibres (Alfa ou Diss) pour chaque pourcentage utilisés.

% des fibres Longueurs des fibres (mm) Quantité massique (g) 1 % 5 / 10 / 20 4.5 2% 5 / 10 / 20 9 5 / 10 / 20 22.5 5%

**Tableau II.1:** les résultats en masse des quantités des fibres d'Alpha et du Diss.

#### II.2.2 Plan d'expérience de Taguchi

La méthode statistique Taguchi, inventée dans le but pour réaliser des plans d'expériences appliquée dans tous les disciplines l'industrie, elle se concentre avant tout à minimiser les variations autour de la valeur cible (réponses). La méthode Taguchi nécessite donc un minimum de données nécessaires pour déterminer les facteurs qui influent de façon significative sur la réponse (dans notre cas ces les caractéristiques mécaniques) et de l'optimiser en utilisant un minimum d'expérimentations, économisant ainsi du temps et des ressources [117,118].

Afin d'établir un plan d'expérience d'après la méthode Taguchi pour pouvoir évaluer les caractéristiques mécanique en flexion et en compression des bio-composites élaborés, nous avons considéré les facteurs suivants : pourcentage de renforcement de fibre (%) et longueur de fibre (mm), ayant chacun trois niveaux respectivement 1%, 2%, 5% et 5 mm, 10 mm, 20 mm (Tableau II.2).

**Tableau II.2:** Facteurs et niveaux utilisés dans la conception d'un plan d'expérience Taguchi (fibre brutes).

Facteur	Symboles	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
Fibre (%)	(A)	1	2	5
Longueur (mm)	(B)	5	10	20

La méthode de Taguchi a été employée en utilisant le logiciel Minitab 17. L'application des deux facteurs ayant chacun trois niveaux, permet d'avoir la conception d'un plan d'expérience réduit Taguchi L9 (3<sup>3</sup>) (Tableau II.3). En d'autres termes, le tableau orthogonal obtenu conduit à avoir seulement 9 types d'expériences au lieu de 27, mais suffisants pour optimiser les facteurs considérés. Ensuite, les résultats expérimentaux obtenus peuvent être analysés par un rapport signal/bruit en évaluant l'effet des paramètres et leurs niveaux sur la réponse.

**Tableau II.3:** Plan d'expérience orthogonal de Taguchi pour les fibres brutes.

Run	Fibres (%)	Longueurs (%)
	(A)	<b>(B)</b>
1	1	5
2	1	10
3	1	20
4	2	5
5	2	10
6	2	20
7	5	5
8	5	10
9	5	20

#### II.2.3 Traitements chimiques des fibres

Les caractéristiques hydrophiles des fibres naturelles suivies par les caractéristiques hydrophobes de la matrice sont les principaux problèmes fondamentaux liés à l'utilisation de fibres naturelles comme élément renforçateur des bio-composites. Cependant, en utilisant un traitement chimique alcalin sur les fibres végétales permet de réduire ses caractéristiques hydrophiles des fibres.

Pour ce faire, un nettoyage de la surface extérieur des fibres utilisées par NaOH (Figure II.3), permet d'éliminer les impuretés et des poussières venues de leurs expositions environnementales naturelles soit nécessaire. Ce si en vue de perturber l'absorption d'eau et d'humidité, ainsi que faire disparaitre la lignine (qui est responsable de l'hydrophilité des fibres) qui entoure la fibre et obtenir des surfaces rugueuses.

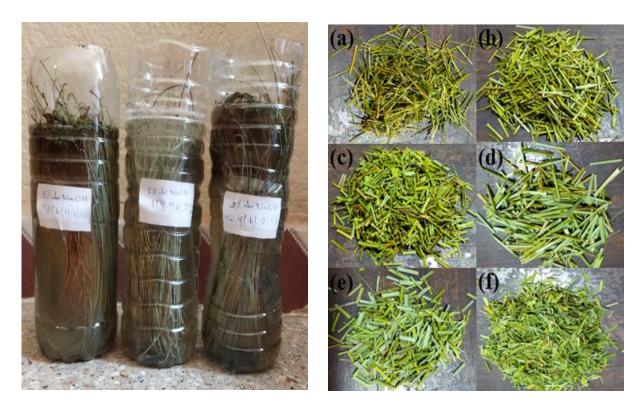
Pour ce faire, les faisceaux de fibres d'Alfa ou de Diss ont été traités chimiquement dans le but d'obtenir des surfaces rugueuses afin d'améliorer l'adhérence fibre/matrice. Les faisceaux de fibres sont immergés dans une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) avec différentes concentrations (1%, 2% et 5%) pour des temps d'immersions de 1h, 4h et 8h à la température et pression ambiante. Ensuite, elles ont été rincées à l'eau avant d'être plongés dans l'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) pendant 5 minutes, puis elles sont immergées dans l'eau distillée pendant 15

min pour avoir un PH neutre (Figure II.4), et enfin elles ont été séchées naturellement avant être menées pour le renforcement.

La réaction de la fibre d'Alfa ou de Diss pendant les traitements chimiques avec NaOH est réalisée comme suite :

$$FA(FD)$$
-OH + NaOH  $\longrightarrow$   $FA(FD)$ -O-Na<sup>+</sup> + H<sub>2</sub>O (II.1)

FA: Fibre d'Alfa / FD: Fibre de Diss



**Figure II.4:** Traitements chimiques alcalin des fibres par NaOH : a, b et c) fibres d'Alfa après traitement, pour trois déférents longueurs ; d, e et f) fibres de Diss après traitement, pour trois déférents longueurs.

L'application de la méthode de Taguchi en utilisant toujours le logiciel Minitab 17, pour les quatre facteurs mentionnés précédemment à savoir : le % des fibres, leurs longueurs, le % de l'élément alcalin (NaOH) ainsi que le temps d'immersion et qui ayant chacun trois niveaux, permet d'avoir la conception d'un plan d'expérience réduit Taguchi L9 (3³) qui est représenté dans le Tableau II.4.

**Tableau II.4:** Plan d'expérience orthogonale de Taguchi pour les fibres traitées.

Run	Fibre (%) (A)	Longueurs (mm) (B)	NaOH (%) (C)	Temps (h) (D)
1	1	5	1	1
2	1	10	2	4
3	1	20	5	8
4	2	5	2	8
5	2	10	5	1
6	2	20	1	4
7	5	5	5	4
8	5	10	1	8
9	5	20	2	1

#### II.2.4 Elaboration des bio-composite à matrice cimentaire renforcés par FA et FD

Dans le cadre de la valorisation des déchets fibreux agricoles locaux issus des plantes d'Alfa ou de Diss, des bio-composites à matrice cimentaire renforcée par ce type de fibres sont élaborées pour une ultérieure utilisation dans des applications non structurelles, dans les constructions des zones arides et semi-arides situées au sud Algérien.

Pour concrétiser cet objectif, et afin de minimiser le nombre d'essais les plus faibles possible, et permettent l'élaboration des bio-mortiers à moindres coûts expérimentaux possible, une planification d'un plan d'expérience d'élaboration de 9 types de tests a été établi en utilisant la méthodologie de Taguchi établi par le logiciel Minitab 17, combinant quatre paramètres d'élaboration (Tableau II.4) à savoir:

- (A) le pourcentage d'incorporation de fibres dans le mortier en %,
- (B) la longueur des fibres en mm,
- (C) le pourcentage de concentration de l'élément alcalin NaOH en % ainsi que
- (D) le temps d'immersion des fibres dans la solution chimique en h.

Ceci est envisageable afin d'évaluer l'influence de ces paramètres d'élaborations précités sur les propriétés mécaniques des bio-mortiers en termes de force et contrainte ultime, par des essais de flexion 3-points et de compression après 28 jours de durcissement des échantillons.

À partir du plan d'expérience L9 établi pour l'élaboration des bio-mortiers renforcés par des FA et FD brutes (Tableau II.3) et celles traitées chimiquement (Tableau II.4), et conformément à la norme européenne NF-EN 196-1[116] pour la préparation d'un mortier normalisé, les composites de mortiers sable/ciment renforcés de fibres FA et DF ont été préparés pour être testés dans cette étude.

Pour ce faire, le mélange de cément, sable et eau (Figure 0.5) sont malaxés selon certains critères, pour la préparation des (03) éprouvettes pour les testés en flexion 3-points ( $40\times40\times160$ ) mm<sup>3</sup> ou en compression (5 x 5 x 5) mm<sup>3</sup>, les quantités suivantes ont été utilisées :

-Sable sec : 1350 g (un sable normalisée)

-Ciment : 450 g (ciment portland composé « CEM II/A-M (P-L) 42,5 R »)

-Eau: 225 g (eau du robinet)



Figure II.5: Différents composants du mortier.

La réalisation de la préparation des échantillons et des expériences a été effectuée en combinaison avec le laboratoire de génie civile installé a l'université de Tébessa et avec le laboratoire d'essais physiques et mécaniques installé dans la cimenterie d'El malabiod de Tébessa, et ceux de la manière suivante :

### a- Malaxage et moulage des éprouvettes

- Le malaxeur étant en état de fonctionnement nous verserons l'eau dans le récipient, puis ajouter le ciment.
- Nous mettons le malaxeur à basse vitesse pendant une minute, dans les 30 dernières secondes nous ajoutons du sable, puis nous mettons le malaxeur à grande vitesse pendant deux minutes (Figure II.6).
- Le mouvement du malaxeur été arrêter puis les parois sont racler et le fond du récipient de façon qu'aucune partie du mortier n'échappe au malaxeur.
- On reprend le malaxage pendant deux minutes à une vitesse rapide.
- Moulage des éprouvettes : le moulage est effectué au moyen d'appareil à choc.





Figure II.6: Malaxeur pour le mélange ciment, sable, eau et former la pâte.

- Disposer le mortier fibré sur une plaque non réactive au ciment et absorbante.
- Former une galette approximativent rectangulaire partagée en trios (03) fractions sensiblement égales (Figure II.7).





**Figure II.7:** Pâte de mortier fibré sur une plaque non réactive au ciment et absorbante.

- Installer le moule sur la table à choc et introduire dans chacun des compartiments une fraction de la galette, mette la machine en mouvement pour 60 chocs.
- Recommencent les mêmes opérations pour la deuxième couche de la galette et retirer le moule de la machine, débarrasser et araser le surplus de mortier fibré avec une règle métallique à déplacer en mouvement de scie sur la longueur des éprouvettes (Figure II.8).





Figure II.8: Exposition des échantillon à des chocs.

• Le moule remplie de mortier fibré est conservé dans une armoire humide (98%) et à une température de 20°C ± 2 et sans empilage les uns sur les autre (Figure II.9).





Figure II.9: Les échentillons aplatis et conservés dans une armoire humide.

### b- Démoulage des éprouvettes

 Au bout de 24 heures de conservation nous procéder au démoulage les éprouvettes avec précaution.

- Nous Marquons les éprouvettes «code d'échantillon, lieu d'échantillon ....etc sans utiliser la face de compression puis immerger dans l'eau à une température de 20°C ± 1 jusqu'a le moment d'essai (28 jours), (Figure II.10).
- l'Age des éprouvettes est compté à partir du moment de malaxage jusqu' 'à début d'essai.





Figure II.10: Démoulage des éprouvettes puis les numéroter.

### II.2.5 Autres appareils expérimentaux

Pour l'élaboration des bio-composites renforcés de fibres végétales, et le mettre en testes, des machines auxiliaires ont été utilisées, et qui nous aident à maîtriser le travail et à le terminer à un moment approprié et avec des normes régulières. Les différentes machines utilisées sont trouvés dans laboratoire d'essais physiques et mécaniques de la cimenterie telles que :

### a- Table a chocs

Cet appareil a pour objective de régler le mélange qui contenu dans le moule au moyen de chocs (homogénéisation du mélange), où le mélange reçoit une soixantaine de chocs (Figure II.11). Le tableau ci-dessous représente les informations de cet appareil.

Tableau II.5: Données techniques de la table à chocs

Code : X1Y11AC

Marque : TONI-TECHNIK

Model / Type : 6135 N°Série : 247

Lieu : Labo essais physiques et mécaniques

Date de mise en service : 2000 Superviseur : SCMR





Figure II.11: Appareil de table a chocs.

### b- Chambre climatique

C'est une armoire humide (98%) à une température de  $20^{\circ}\text{C} \pm 2$ , c'est-à-dire dans les conditions régulières et compatibles avec le mélange, les moules préparés sont placés, mais sans empilement jusqu'à 24 heures, ici les échantillons sont devenus solides par rétrécissement et sont prêts à quitter la pièce (démoulage) et à le mettre dans l'eau, cela continuera jusqu'à la date d'essai après 28 jours de séchage (Figure II.12). L'une des informations les plus importantes sur cet appareil est :

**Tableau II.6:** Données techniques de la chambre climatique.

Code : X1Y09CHN1

Marque : BINDER

Model / Type : KBF 720

N°serie : 06-06466

Dimensions : 100cm×60cm×117cm

Option : Avec ventilation

Etendue de mesure :  $180 \, \text{C}^{\circ}$ 

Température désirée : 20 C°

Humidité désirée : 90 % HR

Lieu : Labo essais physiques et mécaniques

Date de mise en service : 2000

Superviseur : SCMR



Figure II.12: une chambre climatique.

### II.3 Machines d'essais mécaniques

### II.3.1 Essai de compression sur les bio-composites

L'essai de compression constitue l'un des essais les plus utilisés pour la caractérisation mécanique des matériaux de construction à base de ciment (mortier, béton, béton armée, ... etc.). Il permet de déterminer de nombreuses grandeurs normalisées suivant la norme ASTM C109 / C109M [119], il consiste à appliquer un effort de compression à un échantillon reposant sur une surface indéformable. Cette sollicitation provoque un écrasement de l'éprouvette, et on mesure simultanément les contraintes et déformations au cours de l'essai.

Les essais de compression des échantillons en bio-composite mortier/ FA ou FD ont été réalisés à température et a pression de l'ambiante, sur une machine de compression/flexion universel de marque TONI-TECHNIK (Figure II.13), avec une vitesse de 2 mm/min. Les caractéristiques techniques de la machine de compression sont mentionnées dans le tableau 0.7.

**Tableau II.7:** Caractéristiques techniques de la machine de compression

Code : X1Y01AKN1

Marque : TONI-TECHNIK

Model / Type : 1544

N°serie : 127

Constructeur afficheur : TONI-TECHNIK

Type afficheur : TONITROL

 $N^{\circ}$  serie afficheur : 0510 / 936 / 07

Etendue de mesure : 10 KN

Resolution : 0,001 KN

Lieu : Labo essais physiques et mécaniques

Date de mise en service : 2007 Superviseur : SCMR



Figure II.13: Machine d'essai de compression

La résistance à la compression est calculée au moyen de la formule suivante :

### Rc = Fc/1600

Où:

**Rc** ; est la résistance à la compression, en newton par millimètre carrée.

**Fc**; est la charge maximale à la rupture, en newton.

**1600 = 40mm×40mm**; est l'air des plateaux ou des plaques auxiliaires, en millimètre.

### II.3.2 La résistance à la flexion

La même machine de marque TONI-TECHNIK (Figure II.14) a été utilisée pour des essais statiques de flexion 3-points effectué sur les bio-composites, élaborés et renforcés de fibre de FA et FD selon la norme ASTM C348-14 [120]. Les tests, effectués dans les mêmes conditions avec une vitesse de déplacement de de 50N/s ± 10 N/s jusqu'à la rupture, de 22 °C de température et une humidité relative moyenne de 25%.

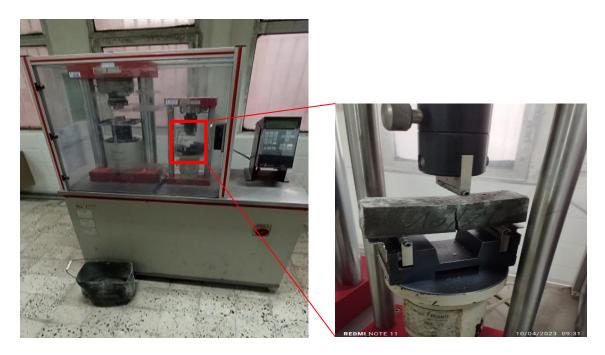


Figure II.14: Machine d'essai de flexion.

La résistance à la flexion a été calculée au moyen de la formule suivante :

Rf =1.5× Ff × $l/b^3$ 

Où:

Rf; est la résistance à la flexion, en newton.

**b** ; est la côté de la section carrée du prisme, en millimètre.

Ff; est la charge appliquée au milieu du prisme à la rupture, en newton.

1; est la distance entre les appuis, en millimètres.

### **Conclusion**

Ce chapitre a été consacré à la valorisation des déchets végétales issues de ressources locales, et ceux par l'élaboration des bio-composites de constructions en terme de bio-mortiers renforcés par des fibres végétales FA et de FD. Les types des fibres végétales utilisées ainsi que leurs préparation pour le renforcement dans le but de la fabrication des bio-composites ont été exposés. Une analyse de conception du plan d'expérience orthogonale établi par la méthode Taguchi ainsi que les approches statistique a été représenté. Une description des techniques expérimentales, machines d'essais mécaniques et les modes opérationnelles utilisées pour les essais statiques en compression et en flexion 3-points des bio-composites ainsi élaborés ont été définis.

### **Chapitre III**

# Analyses statistiques du comportement mécanique des fibres végétales

### Introduction

L'objectif principal de ce chapitre est l'évaluation du comportement mécanique des biocomposites élaborés à matrice cimentaire renforcée par des fibres végétales courtes, issues de la plante d'Alfa et de Diss, et ceux pour une éventuelle utilisation dans des applications non structurelles. L'étude est focalisée en premier lieu sur l'influence de quatre paramètres d'élaboration des bio-mortiers à savoir : la teneur en fibres d'Alfa (%), leurs longueurs (mm), la concentration de l'élément chimique alcalin (%) NaOH et leurs temps d'immersion (h) dans la solution chimique, et ceux pour déterminer l'influence de ces paramètres et leurs interactions sur les caractéristiques mécaniques étudiées.

Afin d'atteindre de ce but, la méthodologie statistique de Taguchi, établi par le logiciel Minitab, a été utilisée afin de minimiser le nombre de combinaisons des bio-mortiers élaborés et par conséquent le nombre d'essais expérimentaux les plus faibles possibles. Suite à l'utilisation des quatre paramètres d'élaborations précitées, le programme a conduit à un plan d'expérience de 9 combinaisons (L9).

À cet effet, les essais de flexion 3-points et de compression ont été effectués sur les 9 combinaisons de bio-mortier après 28 jours de séchage afin d'identifier leur comportement mécanique ainsi que leurs caractéristiques mécaniques en termes de forces et contraintes à la rupture.

# III.1 Caractérisation mécanique des bio-mortiers renforcés par FA et FD brutes

### III.1.1 Analyse statistiques du comportement mécanique

Généralement, les plans d'expériences extraites par la méthode de Taguchi permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Avec ces plans on obtient le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse.

Les techniques de planification expérimentale dans notre recherche permettent d'obtenir une connaissance approfondie des phénomènes ou procédés étudiés en réalisant des gains économiques grâce à une organisation optimale des expériences à effectuer. Dans notre recherche deux paramètres (facteurs) d'élaborations ont été adoptés pour les fibres brutes à savoir : le pourcentage (%) d'incorporation des fibres (FA et FD) ainsi que leurs longueurs.

A partir du tableau II.3 du chapitre 2 qui représente la conception du plan d'expérience Taguchi (L9) des fibres brutes, nous avons réalisé ce plan d'essais expérimentaux sur les biomortiers élaborés renforcés par FA et FD et qui sollicités en flexion 3-points et en compression, ce qui nous a permis de déterminer la force et la contrainte ultime récapitulé dans le Tableau III.1 et III.2 respectivement

**Tableau III.1:** Résultats des propriétés mécaniques des bio-mortier renforcé par FA et sollicités en flexion 3-points et en flexion.

Run	Fibres	Longueur	f	lexion	Com	pression
	(%) (A)	(mm) (B)	Forces (N)	Contraintes (MPa)	Forces (N)	Contraintes (MPa)
Control	0	0	2303	5.39	13290	31.1
1	1	05	2786	6.52	16153	37.8
2	1	10	2649	6.20	13290	31.1
3	1	20	2602	6.09	12307	28.8
4	2	05	1816	4.25	10384	24.3
5	2	10	2098	4.91	10042	23.5
6	2	20	1397	3.27	9145	21.4
7	5	05	1217	2.85	13803	32.3
8	5	10	1094	2.56	10512	24.6
9	5	20	901	2.11	7735	18.1

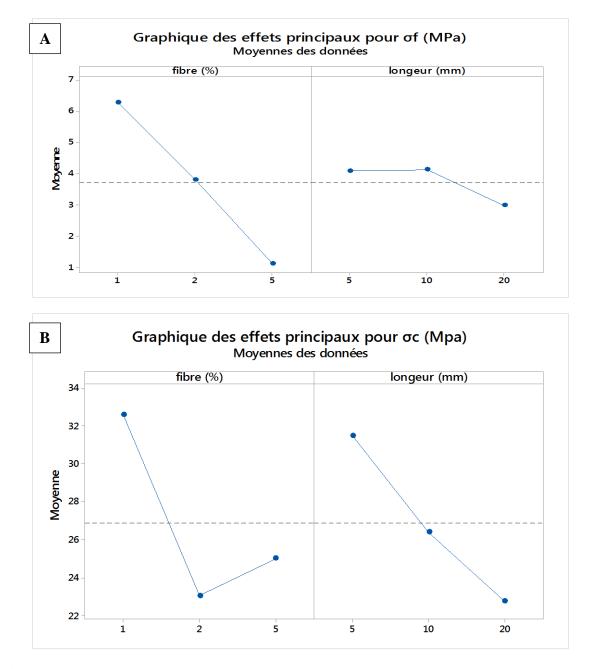
**Tableau III.2:** Résultats des propriétés mécaniques des bio-mortier renforcé par FD et sollicités en flexion 3-points et en flexion.

Run	Fibres	Longueur	f	flexion		npression
	(%)	(mm)	Forces	Contraintes	Forces	Contraintes
	<b>(A)</b>	<b>(B)</b>	(N)	(MPa)	( <b>N</b> )	(MPa)
Control	0	0		5.39		31.1
1	1	05		4.85		27.8
2	1	10		4.20		21.1
3	1	20		3.89		28.8
4	2	05		4.05		24.3
5	2	10		3.91		23.5
6	2	20		3.27		21.4
7	5	05		5.52		32.2
8	5	10		5.20		29.6
9	5	20		4.11		18.1

Initialement, les résultats obtenues pour les échantillons en bio-mortiers renforcées par FA comparées au mortier de références (sans fibres) mentionnées dans le tableau III.1, montrent soit des augmentations soit des diminutions dans les propriétés mécanique en terme de force ou de contrainte en flexion ou en compression. La contrainte la plus élevée est évaluée par un % de renforcement en fibre d'alfa de 1% avec une longueur de 5 mm, cette augmentation est traduite respectivement par une valeur de 20.96 % et 21.5% dans la résistance en flexion et en compression. La contrainte la plus basse est évaluée par un % de renforcement en fibre d'alfa de 5% avec une longueur de 20 mm, cette diminution est traduite respectivement par une valeur de 60.85 % dans la résistance en flexion et 41.8 % dans la résistance en compression, est ceux par rapport aux mortiers non renforcés.

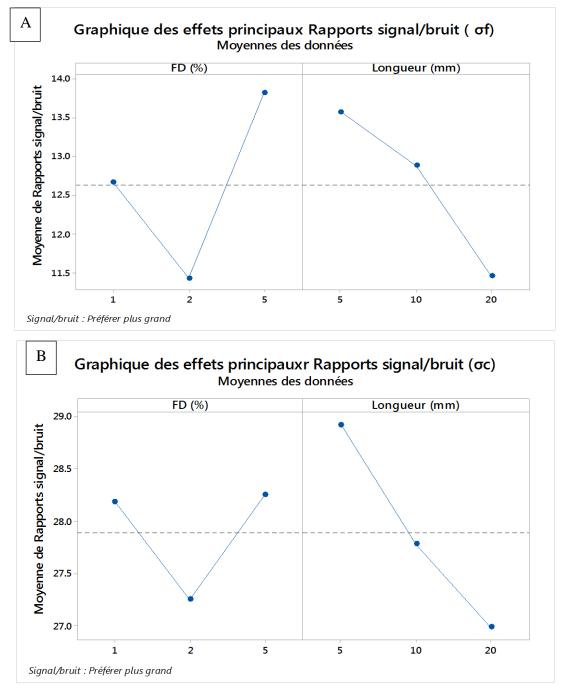
Par contre, le tableau III.2 représente les résultats obtenus pour les échantillons en biomortiers renforcées par FD comparées au mortier de références. Des faibles augmentations sont obtenues soit dans l'essai de flexion 3-points soit dans l'essai de compression qui traduits respectivement par 2,41 % et 3,5 % pour des bio-mortiers renforcés par 5 % fibre de Diss de longueur 5 mm

La figure III.1 représente les graphiques des effets principaux pour les contraintes à la flexion (figure III.1.A) et les contraintes à la compression (figure III.1.B) des deux facteurs à savoir le % d'incorporation des fibres d'Alfa (FA) et leurs longueurs. Dans cette configuration, il est à noter que les valeurs les plus élevées des propriétés mécaniques des bio-mortiers élaborés sont enlevées pour des % de fibre faible (1%), et que l'augmentation de l'incorporation des fibres entraine des diminutions significatives dans les propriétés. En revanche, la variation du facteur longueur de fibre entre 5 mm et 10 mm entraine une stabilisation des propriétés mécaniques, puis une diminution pour la longueur de 20mm.



**Figure III.1:** Graphiques des effets principaux pour A) contrainte de flexion B) contrainte de compression.

Les graphiques des effets principaux pour le rapport signal/bruit pour la contrainte de flexion et de compression des deux facteurs à savoir le % d'incorporation des fibres de Diss (FD) et leurs longueurs sont représentés respectivement dans la figure III.2.a et III.2.b. Dans cette configuration, les valeurs les plus élevées de la résistance mécaniques des bio-mortiers élaborés sont évaluées pour des grands % de fibres de Diss (5%). En revanche, la variation du facteur longueur de fibre entre 5 mm et 20 mm entraine une diminution des propriétés mécaniques.



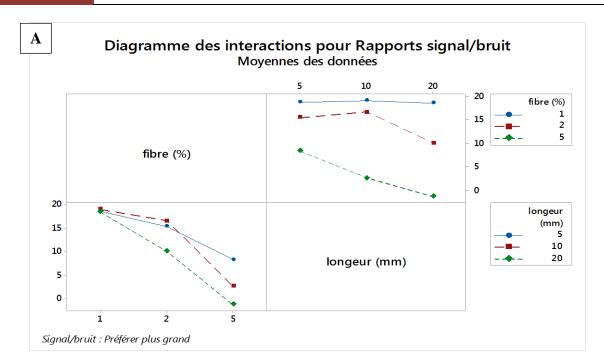
**Figure III.2:** Graphiques des effets principaux pour A) rapport signal/bruit B) moyenne des données.

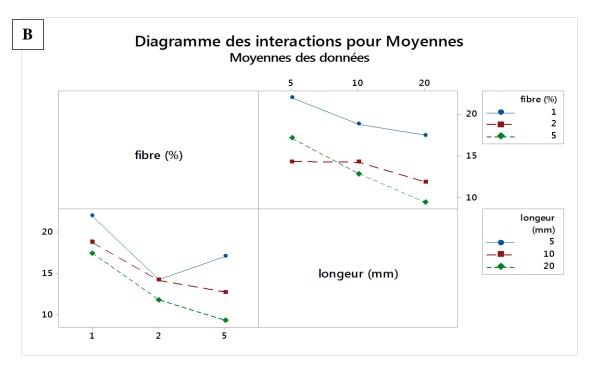
Le tableau III.3 ci-dessous montre l'ordre de classification de l'influence des facteurs d'élaboration pour les fibres brutes d'Alfa (FA) et de Diss (FD) sur les réponses mécaniques pour les rapports signal/bruit (Préférer plus grand). Il est noté que le facteur pourcentage (%) de l'incorporation des fibres pour les deux types de fibres ayant un effet plus grande par rapport au facteur longueur de fibre.

**Tableau III.3:** Classification de l'influence des facteurs d'élaborations sur la contrainte de flexion (FA et FD).

	fibre d'Alfa								
Niveau	fibre (%)	Longueur (mm)							
1	18.788	14.177							
2	14.059	12.801							
3	3.234	9.102							
Delta	15.554	5.074							
Rang	1	2							
	fibre de Diss	S							
Niveau	fibre (%)	Longueur (mm)							
1	12.66	13.57							
2	11.43	12.88							
3	13.81	11.46							
Delta	2.38	2.11							
Rang	1	2							

La figure III.3 montre les effets d'interactions entre les deux paramètres d'élaboration pour l'essai de flexion et de compression. L'ensemble des diagrammes des interactions affirment que les propriétés mécaniques sont en diminution progressive au fur et à mesure que le % d'incorporation des fibres augmente.





**Figure III.3:** Diagramme des interactions des facteurs d'élaboration pour A) rapport signal/bruit B) moyenne des données.

### III.1.2 Analyse de variance ANOVA

L'analyse de variance ANOVA effectuée par Minitabe.17, nous permet de donnés des informations sur la signification relative attribuée à chaque paramètre de l'essai soit de flexion ou de compression, et ceux sur les propriétés mécaniques des mortiers renforcés de FA ou FD.

La contribution de chaque paramètre de l'essai en termes de % de FA (ou FD) et leurs longueurs (en mm) a été déterminée dans les tableaux III.4, III.5 pour les réponses de contraintes (MPa).

Dans ce contexte, vu l'indice d'évaluation de la fiabilité F-value et le paramètre probabiliste P-value mesurées et comparées avec les données expérimentales établie, l'hypothèse postule que, si le paramètre P-value est inférieur à 0,05, les réponses extraites des essais mécaniques de flexion ou de compression, peuvent être considérées comme significatives. Pour ce faire, le paramètre indépendant concentration de fibre (%), est considéré comme significatif pour la réponse précitée, alors que le paramètre longueur analysé est considéré non-Significatif.

**Tableau III.4:** Analyse de variance pour contrainte de flexion.

Source	DL	Som-car	CM ajust	Valeur	Valeur	Remarques		
		Ajust		F	de p			
Régression	2	19.6937	9.8469	17.33	0.003			
Fibre (%)	1	18.7680	18.7680	33.02	0.001	Signifiant		
Longueur (mm)	1	0.9257	0.9257	1.63	0.249	N-signifiant		
Erreur	6	3.4101	0.5683					
Total	8	23.1038						
R carré	95.2	4%						
R carré ajust	90.3	90.32%						
R carréprév	96.7	5%						

Tableau III.5: Analyse de variance pour contrainte de compression.

Source	DL	Som-car	CM ajust	Valeur	Valeur	Remarques
		Ajust		$\mathbf{F}$	de p	
Régression	2	149.88	74.94	2.99	0.126	
Fibre (%)	1	44.37	44.37	1.77	0.023	Signifiant
Longueur (mm)	1	105.51	105.51	4.20	0.086	N-signifiant
Erreur	6	150.63	25.11			
Total	8	300,52				
R carré	89.88	8%				
R carré ajust	93.1	7%				
R carréprév	90.00	0%				

Une analyse des surfaces de réponse 3D a été effectuée par l'analyse Taguchi pour illustrer les effets d'interaction binaires des paramètres d'entrée (d'élaborations) sur les propriétés mécaniques des bio-mortiers (paramètre de sortie). À cet effet, la figure III.4, montre les réponses en termes de contrainte à la flexion et à la compression pour les différents biomortiers développés. Avec le logiciel Design expert 12, deux combinaisons d'interactions ont été statistiquement déduites.

La réponse de l'essai de flexion 3-points en termes de contrainte ultime, issue des combinaisons des paramètres d'élaboration, enregistre des valeurs maximales toutes de l'ordre de 6.52 MPa. Ils ont été obtenus pour des bio-mortiers renforcés avec : 1% de FA avec une longueur de fibre de 5 mm. Il est important de noter que les paramètres A (teneur en fibres, %) est le plus dominant en termes d'augmentation de la résistance (contrainte) à la flexion.

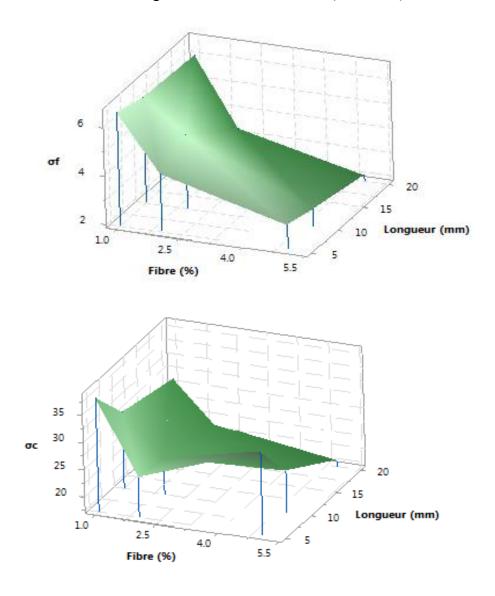


Figure III.4: Diagramme de surface 3D des contraintes de flexion et de compression.

# III.2 Caractérisation mécanique des bio-mortiers renforcés par FA et FD traitées chimiquement

Les résultats expérimentaux révèlent les propriétés mécaniques globales et moyennes ainsi que leurs écart type issues de l'essai de flexion 3-points et de compression en termes de contrainte, obtenus pour les différents bio-mortiers renforcés par FA et FD traitées chimiquement et réalisés selon le plan d'expérience Taguchi L9 sont présentés respectivement dans le tableau III.6 et le tableau III.7.

Initialement, à partir du tableau III.1, les échantillons en bio-mortiers renforcées par FA traitées chimiquement et comparées au mortier de références (sans fibres), présentent toujours soit des augmentations soit des diminutions dans la résistance à la flexion et ou à la compression. La résistance la plus élevée est estimée par un % de renforcement en fibre d'alfa de 1% avec une longueur de 5 mm traitée par 1% NaOH pendant 1 heure. Cette augmentation est traduite respectivement par une valeur de 32.5 % et 29.3% dans la résistance en flexion et en compression. La contrainte la plus basse est évaluée par un % de renforcement en fibre d'alfa de 5% avec une longueur de 20 mm, cette diminution est traduite respectivement par une valeur de 40.63 % dans la résistance en flexion et 66.88 % dans la résistance en compression, est ceux par rapport aux mortiers non renforcés.

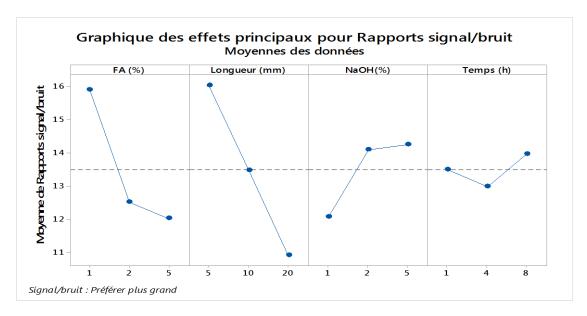
Tableau III.6: Caractéristiques mécanique moyennes des bio-mortiers renforcés de FA obtenues lors de l'essai de flexion et de compression.

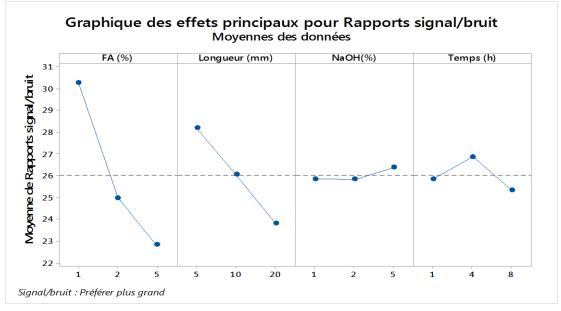
Run	FA	Longueurs	NaOH	Temps		Flexion			Compression	
	(%)	(mm)	(%)	(h)	résultats	Val moyen	STD	résultats	Val moyen	STD
0	0	0	0	0		5.39	1		31.1	/
					6.32			40.5		
1	1	5	1	1	7.70	7.14	1.73	41.4	40.2	1.37
					7.42			38.7		
					6.89			36.4		
2	1	10	2	4	5.65	6.33	1.03	34.0	35.2	4.84
					6.46			35.4		
					5.55			25.0		
3	1	20	5	8	4.98	5.37	3.44	25.3	24.3	1.42
					5.60			22.7		
4	2	_	2	0	7.01	- 1 1	0.22	21.1	20.6	0.50
4	2	5	2	8	7.81	6.44	0.23	20.6	20.6	0.50
					6.49			20.1		
_	2	10	•	1	4.71	4.60	1.60	18.9	10.0	0.01
5	2	10	5	1	3.95	4.63	1.60	17.2	18.2	0.91
					4.27			18.6		
6	2	20	1	4	2.70	2.52	1.62	12.2 17.2	140	2.52
0	2	20	1	4	2.33	2.53	1.63	15.4	14.9	2.53
		1			5.07			19.0		
7	5	5	5	4	5.23	5.54	0.68	20.9	20.4	0.36
,	3		3	1	5.23	3.34	0.08	21.2	20.4	0.30
					3.17			12.60		
8	5	10	1	8	2.76	3.60	1.73	13.04	12.60	0.13
			1		3.22	2.00	1.,,	12.01	12.00	0.12
					3.20			10.7		
9	5	20	2	1	3.17	3.20	1.41	10.0	10.3	0.52
					4.13			10.2		

Tableau III.7: Caractéristiques mécanique moyennes des bio-mortiers renforcés de FD obtenues lors de l'essai de flexion et de compression.

Run	FD	Longueurs	NaOH	Temps		Flexion			Compression	1
	(%)	(mm)	(%)	(h)	résultats	Val moyen	STD	résultats	Val moyen	STD
0	0	0	0	0	/	5.39	/	/	31.1	/
					5.32			17.9		
1	1	5	1	1	3.91	4.67	1.17	18.7	19.51	2.11
					4.68			21.9		
					3.39			11.32		
2	1	10	2	4	3.62	3,57	7.06	11.98	11.50	3.49
					3.54			11.20		
					5.39			18.8		
3	1	20	5	8	4.76	4.90	3.64	17.7	18.23	0.56
					4.76			18.1		
					3.25			16.6		
4	2	5	2	8	4.50	3.80	6.28	16.6	15.60	1.86
					3.77			13.4		
			•		2.72			18.6		
5	2	10	5	1	3.02	2.80	1.86	16.4	16.20	4.10
					2.68			14.5		
					3.64			13.0	_	
6	2	20	1	4	4.23	3.96	2.99	11.9	13.18	1.41
					4.02			14.7		
					6.81			32.6		
7	5	5	5	4	8.40	7.70	0.81	36.2	33.53	0.42
					7.90			31.8		
					5.99			28.46		
8	5	10	1	8	6.00	6.43	2.47	27.79	27.97	0.43
					7.31			27.67		
					4.35			21.00		
9	5	20	2	1	5.73	4.14	0.76	21.96	21.33	0.55
					3.22			21.03		

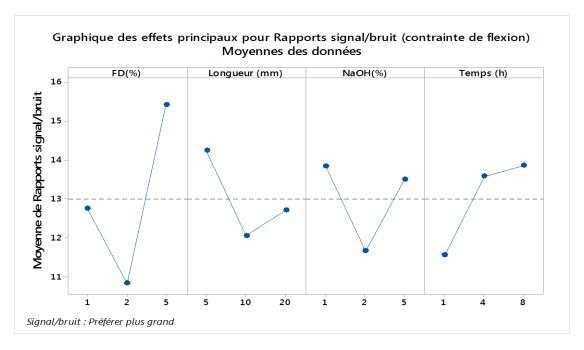
La figure III.5 montre le degré de l'infillience des quatre paramétres d'élaborations des biomortier renforcés de FA traitées chimiquement, et ceux sur les propriétés mécanique y compris la contraite de flexion et de compression. L'analyse de ces résultats montre que les valeures les plus élevées donnant ainsi les contraintes de flexion, est obtenu pour un bio-mortier ayant (1%) de fibre, 5 mm de longueur traitées par 5% NaOH, pendant 8 heurs de temps d'immersion. En revanche, les valeures les plus élevées donnant les contrainte de compression soit obtenu pour un mortier renforcé par (1%) de fibre, ayant 5 mm de longueur, traitées par 5% NaOH, pendant 4 heurs de temps d'immersion.

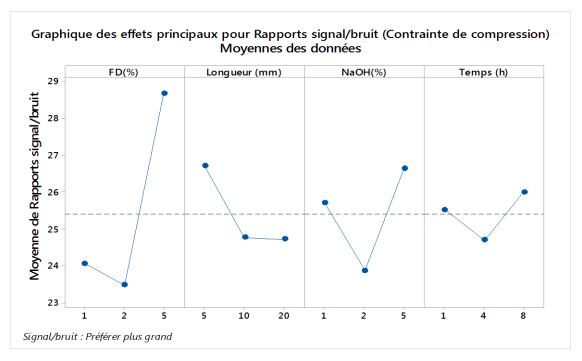




**Figure III.5:** Graphiques des effets principaux pour A) contrainte de flexion B) contrainte de compression.

Pour les paramétres d'élaborations des bio-mortiers renforcés de FD et qui sont traitées chimiquement, les résultats montrent (figure III.6) que la résistance mécanique en termes de contrainte ultime de flexion est évaluée dans les conditions de : 5 % renforcement de fibre, 5 mm de longueur, 1 % NaOH traités pendant 8 heur temps d'immersion. Cette analyse est toujours trouvée dans le cas de l'évaluation de la résistance mécanique en compression.





**Figure III.6:** Graphiques des effets principaux pour A) contrainte de flexion B) contrainte de compression.

Le tableau III.8 ci-dessous montre l'ordre de classification de l'influence de chaque facteurs d'élaboration pour les fibres traitées d'Alfa (FA) sur les réponses mécaniques (contrainte ultime) pour les rapports signal/bruit (Préférer plus grand). Il est noté que le facteur pourcentage (%) de l'incorporation des fibres ayant un effet plus grande (le rang 1) pour les contraintes de flexion, et un effet moyen (le rang 2) pour les contraintes de compression.

**Tableau III.8:** Classification de l'influence des facteurs d'élaborations sur la contrainte de flexion et de compression pour FA.

Niveau	FA	Longueur	NaOH	Temps					
	(%)	(%) (mm) (%) (h)  Contrainte de flexion							
1	15.90	16.04	12.09	13.50					
2	12.52	13.49	14.10	12.99					
3	12.03	10.92	14.26	13.97					
Delta	3.87	5.12	2.17	0.98					
Rang	2	1	3	4					
		Contrainte	de compression						
1	30.24	28.18	25.85	25.85					
2	24.98	26.05	25.82	26.86					
3	22.82	23.81	26.37	25.33					
Delta	7.42	4.37	0.55	1.53					
Rang	1	2	4	3					

De plus Analyse de régression par ANOVA effectuée pour l'identification de la signification de chaque paramètre d'élaboration à savoir : FA (%); Longueur (mm); NaOH(%) et Temps (h) et ceux sur la résistance à la flexion et celle de compression soit représentée respectivement dans les tableaux III.9 et III.10.

**Tableaux III.9:** Analyse de régression par ANOVA des réponses de sorties ( $\sigma f$ ) en fonction des paramètres d'élaboration.

Source	DL	SomCar Ajust	CM ajust	Valeur de F	Valeur de p	Remarques
		•	Ů			
Régression	4	15.7798	3.9449	3.50	0.126	
FA (%)	1	5.2410	5.2410	4.66	0.009	Signifiant
Longueur (mm)	1	10.0245	10.0245	8.90	0.041	Signifiant
NaOH (%)	1	0.4703	0.4703	0.42	0.553	N-Signifiant
Temps (h)	1	0.0439	0.0439	0.04	0.853	N-Signifiant
Erreur	4	4.5033	1.1258			
Total	8	20.2830				
R carré (%)	97.80					
R carré (ajust)	95.60%					
R carré (prév)	90.00%					

**Tableaux III.10:** Analyse de régression par ANOVA des réponses de sorties ( $\sigma c$ ) en fonction des paramètres d'élaboration.

Source	DL	SomCar Ajust	CM ajust	Valeur de F	Valeur de p	Remarques
Régression	4	582.214	145.554	0.126	0.188	
FA (%)	1	391.828	391.828	7.03	0.057	Signifiant
Longueur (mm)	1	162.975	162.975	2.92	0.162	Signifiant
NaOH (%)	1	3.949	3.949	0.07	0.803	N-Signifiant
Temps (h)	1	23.461	23.461	0.42	0.552	N-Signifiant
Erreur	4	222.98	55.747			
Total	8	805.202				
R carré (%)	97.80					
R carré (ajust)	95.60%					
R carré (prév)	90.00%					

De plus, en utilisant le logiciel Design- une équation de régression soit établie pour les réponses prévue symbolisée par (Y) adaptés par l'analyse ANOVA pour la contrainte de flexion  $(Y_{\sigma f})$  et la contrainte de compression  $(Y_{\sigma c})$ , ont été évalués respectivement pour déduire l'expression finale du modèle mathématique représenté par les équations suivantes.

$$\sigma f = 7.68 - 0.449 \text{ FA (\%)} - 0.1692 \text{ Longueur (mm)} + 0.134 \text{ NaOH (\%)} + 0.024 \text{ Temps (h)}$$
  
 $\sigma c = 43.65 - 3.88 \text{ FA (\%)} - 0.682 \text{ Longueur (mm)} - 0.39 \text{ NaOH (\%)} - 0.563 \text{ Temps (h)}$ 

Le tableau III.11 montre le rangement de l'influence de chaque facteurs d'élaboration pour les fibres traitées de diss (FD) sur les contraintes ultimes pour les rapports signal/bruit (Préférer plus grand). Les résultats n'abordent que le facteur pourcentage (%) de l'incorporation des fibres ayant un effet plus grande (le rang 1) pour les contraintes de flexion et de compression, par contre le rang 2 est réservé aux temps d'immersion et à l'élément alcalin respectivement pour la contrainte à la flexion et à la compression.

**Tableaux III.11:** Classification de l'influence des facteurs d'élaborations sur la contrainte de flexion et de compression pour FD.

Niveau	FD (%)	Longueur (mm)	NaOH(%)	Temps (h)	
4		Contrai	nte de Flexion		
$\begin{array}{c c} 1 \\ 2 \end{array}$	12.75	14.24	13.83	11.56	
3	10.83	12.05	11.66	13.58	
Delta	15.41	12.70	13.49	13.85	
Rang	4.58	2.18	2.17	2.30	
Kang	1	3	4	2	
		Contrainte	de compression	on	
1	24.08	26.73	25.71	25.53	
2	23.48	24.78	23.89	24.71	
3	28.67	24.73	26.64	26.00	
Delta	5.19	1.99	2.75	1.30	
Rang	1	3	2	4	

L'Analyse de régression par ANOVA réalisée pour l'examen de la signification de chaque paramètre d'élaboration sur la résistance à la flexion et celle de compression est représentée respectivement dans les tableaux III.12 et III.13. Cette analyse montre que les paramètres % de FD ainsi que leur longueur sont significatives pour les deux réponses, En revanche le paramètre

% NaOH soit non-significatif pour la contrainte à la flexion et significatif pour la contrainte à la compression, et vice versa pour le paramètre temps d'immersion.

**Tableaux III.12:** Analyse de régression par ANOVA des réponses de sorties ( $\sigma f$ ) en fonction des paramètres d'élaboration.

Source	DL	SomCar	CM	Valeur	Valeur	Remarques
		Ajust	ajust	de F	de p	_
Régression	4	10.6784	2.6696	1.35	0.0389	
FD (%)	1	7.2083	7.2083	3.65	0.0129	Signifiant
Longueur (mm)	1	1.2361	1.2361	0.63	0.0473	Signifiant
NaOH (%)	1	0.3841	0.3841	0.19	0.0682	N-Signifiant
Temps (h)	1	1.8499	1.8499	0.94	0.0388	Signifiant
Erreur	4	7.9014	1.975			
Total	8	18.5798				
R carré (%)	97.47					
R carré (ajust)	94.95					
R carré (prév)	90.00					

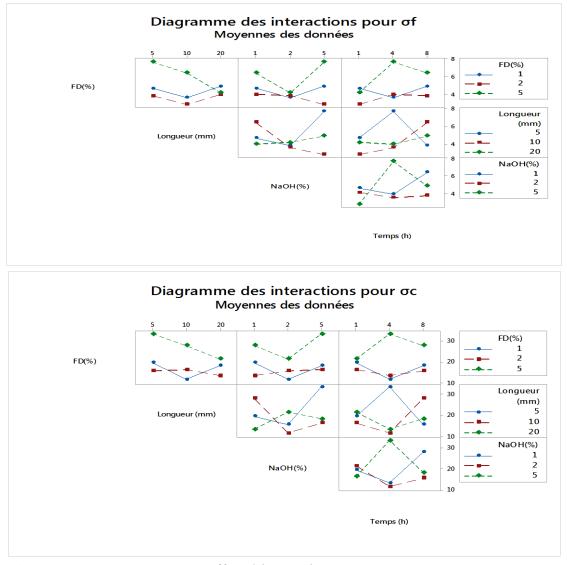
**Tableaux III.13:** Analyse de régression par ANOVA des réponses de sorties (σf) en fonction des paramètres d'élaboration.

Source	DL	SomCar Ajust	CM ajust	Valeur de F	Valeur de p	Remarques
Régression	4	317.160	79.290	3.68	0.117	
FD (%)	1	253.698	253.698	11.78	0.026	Signifiant
Longueur (mm)	1	35.129	35.129	1.63	0.0271	Signifiant
NaOH (%)	1	24.399	24.399	1.13	0.0347	Signifiant
Temps (h)	1	3.935	3.935	0.18	0.0691	N-Signifiant
Erreur	4	86.159	21.540			
Total	8	403.319				
R carré (%)	98.64					
R carré (ajust)	97.28					
R carré (prév)	90.00					

Equation de régression

$$\sigma f = 2.94 + 0.527 \text{ FD(\%)} - 0.0594 \text{ Longueur (mm)} + 0.122 \text{ NaOH(\%)} + 0.158 \text{ Temps (h)}$$
  
 $\sigma c = 11.46 + 3.124 \text{ FD(\%)} - 0.317 \text{ Longueur (mm)} + 0.969 \text{ NaOH(\%)} + 0.231 \text{ Temps (h)}$ 

La figure III.7, montre les effets d'interactions deux a deux entre les paramètres d'élaboration des bio-mortiers renforcés de fibres de Diss et ceux pour l'essai de flexion et de compression expérimentales. L'ensemble des diagrammes des interactions affirment qu'avec le % 5 FD, les propriétés mécaniques sont en augmentation progressive au fur et à mesure que la longueur en mm augmente, et elles atteintes leurs valeurs maximales pour 20mm. Alors que l'influence des deux paramètres de traitements (NaOH et temps d'immersion) pour le reste des combinaisons, montre que les augmentations des propriétés mécaniques en flexion atteint avec des valeurs égales 5% et 4 heures respectivement.



**Figure III.7:** Diagrammes des effets d'interactions pour a) contrainte à la flexion et b) contraintes à la compression.

### III.2.1 Diagramme de surface 3D

Une analyse 3D des surfaces de réponse a été effectuée pour illustrer les effets d'interaction binaires des paramètres d'entrée (d'élaborations) sur les propriétés mécaniques des bio-mortiers. A cet effet, la figure III.8 montre les réponses en termes de contrainte ultime de flexion 3-points et de compression pour les différents bio-mortiers étudiés. Avec le logiciel Design expert six combinaisons d'interactions binaires entre les facteurs AB, AC, AD, BC et BD ont été statistiquement déduites.

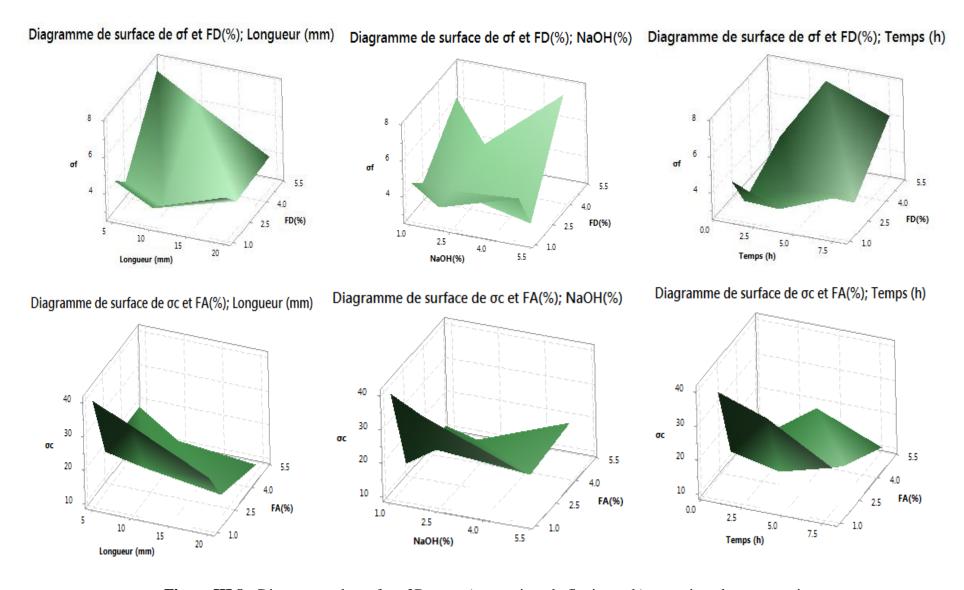


Figure III.8 : Diagramme de surface 3D pour a) contrainte de flexion et b) contrainte de compression.

### Conclusion

Le présent chapitre met l'accent sur les résultats expérimentaux obtenus lors de l'essai mécanique de flexion 3-points ou de compression des échantillons en bio-mortiers cimentaire élaborés et renforcés de FA et FD. Pour mieux comprendre l'influence des paramètres d'élaboration sur les propriétés mécanique des bio-mortiers élaborés, une analyse statistique basée par la méthodologie de Taguchi a été abordée. Généralement, les résultats obtenus montrent que l'incorporation soit des FA ou FD dans le mortier peut améliorer de manière assez significative les propriétés mécaniques en termes de contrainte à la flexion ou à la compression. Les meilleures valeurs expérimentales de ces propriétés pour les bio-mortiers renforcés par FA sont respectivement égales à 6,52 MPa, et 37.8 MPa pour l'essai de flexion 3-points soit des augmentations de 20.96 % et 21.5% comparée au mortier de référence. En revanche, les biomortiers renforcés par FD permettent de donnée des valeurs maximum respectivement de 5.52 MPa, et 32,2 GPa, soit des faibles augmentations obtenues de 2,41 % et 3,5 % toujours comparée au mortier de référence.

## Conclusion générale

L'étude réalisée dans ce travail de mémoire avait pour objectif le développement et la caractérisation de nouveaux bio-composites à matrice cimentaire renforcé par des fibres végétales d'Alfa et de fibre de Diss. En générale, ces fibres sont connues par leur hydrophilité (absorption de l'eau), qui affecte la propriété d'adhésion interfacial fibres/matrice. Pour ce faire, des traitements alcalins par l'hydroxyde de sodium (NaOH) avec différentes concentrations et temps d'immersion ont été effectués pour les faisceaux des fibres. Des essais expérimentaux de flexion 3-points et de compression ont été effectués sur les bio-mortiers élaborés, ce qui nous a permis de déterminer la force et la contrainte ultime.

Les analyses de caractérisations menées dans ce travail ont achevé à de nombreuses conclusions qui permettent d'envisager des perspectives de recherche variées sur les FA et FD et leurs bio-composites :

- Initialement, les échantillons en bio-mortiers renforcées par FA comparées au mortier de référence (sans fibres), montrent soit des augmentations soit des diminutions dans les propriétés mécanique en terme de force ou de contrainte en flexion ou en compression. La contrainte la plus élevée est évaluée par un 1% de renforcement en fibre d'alfa ayant une longueur de 5 mm, cette augmentation est traduite respectivement par une valeur de 20.96 % et 21.5% dans la résistance en flexion et en compression.
- Des faibles augmentations dans les propriétés mécaniques sont obtenues pour les échantillons en bio-mortiers renforcées par 5 % fibre de Diss de longueur 5 mm traduits respectivement par 2,41 % et 3,5 % dans l'essai de flexion 3-points et dans l'essai de compression comparées au mortier de référence.
- Afin de déterminer les facteurs d'élaborations des bio-mortiers les plus significatives en termes de : (A) % de fibres, (B) longueurs, dans les deux tests mécaniques, Une représentation graphiques des effets principaux pour les contraintes à la flexion et les contraintes à la compression a été effectuée. À cet effet, la méthodologie de Taguchi a été utilisée pour déterminer les conditions d'élaboration des bio-mortiers et de sélectionner l'ensemble des paramètres d'élaboration qui conduisent à la maximisation des propriétés de flexion et de compression.

- En outre, la méthodologie de Taguchi permet de déterminer la classification de l'influence de chaque facteur d'élaboration pour les fibres brutes d'Alfa (FA) et de Diss (FD) sur les réponses mécaniques pour les rapports signal/bruit (Préférer plus grand). Il est noté que le facteur pourcentage (%) de l'incorporation des fibres pour les deux types de fibres ayant un effet plus grande par rapport au facteur longueur de fibre.
- L'analyse de variance ANOVA effectuée par Minitabe 17, nous permet de donnés des informations sur la signification relative attribuée à chaque paramètre de l'essai soit de flexion ou de compression, et ceux sur les propriétés mécaniques des mortiers renforcés de FA ou FD. Dans ce contexte, vu l'indice d'évaluation de la fiabilité F-value et le paramètre probabiliste P-value mesurées et comparées avec les données expérimentales établie, le paramètre indépendant concentration de fibre (%), est considéré comme significatif pour la réponse précité, alors que le paramètre longueur analysé est considéré non-Significatif.
- En revanche, les propriétés mécaniques résultantes de l'essai de flexion et de compression traitées suite à un programme expérimentale établis par la méthode statistique de Taguchi L9, mis en évidence l'influence du traitement alcalin NaOH et le temps d'immersion des FA et FD dans la solution alcalin, ont montrées qu'une augmentation ou une diminution des propriétés mécaniques soit obtenue. Les meilleures propriétés mécaniques, en terme de contrainte ultime pour les deux tests, sont obtenues suite à un traitement de 1% NaOH pendant 1h de temps d'immersion, et 5% NaOH, pendant 4 heurs de temps d'immersion conduisant à une augmentation respectivement égale à 32.5 % et 29.3% dans la résistance en flexion et en compression par rapport aux celles non traitées ;
- Pour les paramétres d'élaborations des bio-mortiers renforcés de FD et qui sont traitées chimiquement, les résultats montrent que la résistance mécanique en termes de contrainte ultime de flexion est évaluée dans les conditions de : 5 % renforcement de fibre, 5 mm de longueur, 5% NaOH traités pendant 4 heur temps d'immersion. Cette analyse est toujours trouvée dans le cas de l'évaluation de la résistance mécanique en compression.
- La classification du degré de l'influence de chaque facteurs d'élaboration pour les fibres d'Alfa (FA) traitées chimiquement sur les réponses mécaniques (contrainte ultime), montre que le facteur pourcentage (%) de l'incorporation des fibres ayant un effet plus grande (le rang 1) pour les contraintes de flexion, et un effet moyen (le rang 2) pour les contraintes de compression.

- Les résultats obtenues par ANOVA pour le rangement de l'influence de chaque facteurs d'élaboration destinées aux fibres de diss (FD) traitées chimiquement montrent que le facteur pourcentage de l'incorporation des fibres ayant un effet plus grande (le rang 1) pour les contraintes de flexion et de compression, par contre le rang 2 est réservé aux temps d'immersion et au élément alcalin respectivement pour la contrainte à la flexion et a la compression.
- L'Analyse de régression par ANOVA réalisée pour l'examen de la signification de chaque paramètre d'élaboration sur la résistance à la flexion et celle de compression. montre que les paramètres % de FD ainsi que leur longueur sont significatives pour les deux réponses, En revanche le paramètre % NaOH soit non-significatif pour la contrainte à la flexion et significatif pour la contrainte à la compression, et vice versa pour le paramètre temps d'immersion.
- Avec le logiciel Design expert, l'ensemble des diagrammes donnant ainsi les effets d'interactions deux a deux entre les paramètres d'élaboration des bio-mortiers renforcés de FA et FD, six combinaisons d'interactions binaires entre les facteurs AB, AC, AD, BC et BD ont été statistiquement déduites. Ces combinaisons affirment l'influence de chaque deux paramètre sur les réponses mécaniques.

### Références Bibliographiques

- [1] "Réunion parlementaire à l'occasion de la conférence des nations unies sur les changements climatiques," Organisée conjointement par l'Union interparlementaire et le Parlement français, Document final, Paris, France, 2015.
- [2] S. Berkouk, "Bâtiment : Plus de 60% de la consommation énergétique finale est perdue," CDER, Algérie, 2014.
- [3] A.D. Tran Le, "Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment," Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne-

Ardenne, France, 2010.

- [4] Bourhaneddine HABA; Etude in-situ des performances énergétiques et mécaniques des matériaux biosourcés et locaux; Thèses de doctorat en Sciences de la Matière (physique), Université El-Hadj Lakhdar BATNA 1, le 18/12/2017.
- [5] Baley, C. (2003). Contribution à l'étude de matériaux composites à matrice organique renforcés par des fibres de lin (Thèse d'HDR). Université de Bretagne Sud, Lorient, France.
- [6] Bourgeois, M. Fibres agrosourcées. In Techniques de l'ingénieur. Techniques de l'ingénieur, (2011)
- [7] Jonathan Page. Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée. Thèse de doctorat 2018 https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01713160
- [8] M. Abdelmouleh, S. Boufi, M.N. Belgacem, A. Dufresne; Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading; Composites Science and Technology 67, 1627-1639, (2007).
- [9] Suganti Ramarad; Preparation and properties of kenaf bast fiber filled (plasticized) poly (lacticacid) composites; Master, 2008.
- [10] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Technique de l'ingénieure, traité génie des procédés, Vol. AM5, 2004, pp. 130.

- [11] DoanThi Thu Loan; Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices; Thèse de doctorat, l'université de Dresden, 2006.
- [12] Mohammad Dalour Hossen Beg; The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites; Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007.
- [13] AZIZ SAAIDIA; Etude de l'influence de la résine polyester sur le comportement mécanique du composite à renfort en fibre de jute; Thèses de doctorat en Génie mécaniques, l'université du 8 MAI 1945 GUELMA, 2018
- [14] Panthapulakkal S, Zereshkian A, Sain M. Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites. Bioresource Technology 2006;97:265–72. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2005.02.043.
- [15] Satyanarayana KG, Arizaga GGC, Wypych F. Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview. Progress in Polymer Science 2009;34:982–1021. <a href="https://doi.org/10.1016/J.PROGPOLYMSCI.2008.12.002">https://doi.org/10.1016/J.PROGPOLYMSCI.2008.12.002</a>.
- [16] Dicker MPM, Duckworth PF, Baker AB, Francois G, Hazzard MK, Weaver PM. Green composites: A review of material attributes and complementary applications. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2014;56:280–9. <a href="https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2013.10.014">https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2013.10.014</a>.
- [17] Faruk O, Bledzki AK, Fink HP, Sain M. Biocomposites reinforced with natural fibers: Progress in Polymer Science, 2000-2010. 2012;37:1552–96. <a href="https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003">https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003</a>.
- [18] Li X, Lope AE, Ae GT, Panigrahi S. Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review n.d. <a href="https://doi.org/10.1007/s10924-006-0042-3">https://doi.org/10.1007/s10924-006-0042-3</a>.
- [19] Fuqua MA, Huo S, Ulven CA. Natural Fiber Reinforced Composites. Polymer Reviews 2012;52:259–320. https://doi.org/10.1080/15583724.2012.705409.
- [20] Jawaid M, Abdul Khalil HPS. Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review. Carbohydrate Polymers 2011;86:1–18. <a href="https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2011.04.043">https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2011.04.043</a>.
- [21] Malkapuram R, Kumar V, Negi YS. Recent Development in Natural Fiber Reinforced Polypropylene Composites: Http://DxDoiOrg/101177/0731684407087759 2008;28:1169–

- 89. <a href="https://doi.org/10.1177/0731684407087759">https://doi.org/10.1177/0731684407087759</a>.
- [22] Sreekumar PA, Thomas SP, Saiter J marc, Joseph K, Unnikrishnan G, Thomas S. Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2009;40:1777–84. https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2009.08.013.
- [23] Carr DJ, Cruthers NM, Laing RM, Niven BE. Fibers from Three Cultivars of New Zealand Flax (Phormium tenax): Http://DxDoiOrg/101177/004051750507500201 2016;75:93–8. https://doi.org/10.1177/004051750507500201.
- [24] Swamy RP, Kumar GCM, Vrushabhendrappa Y, Joseph V. Study of Areca-Reinforced Phenol Formaldehyde Composites: Http://DxDoiOrg/101177/0731684404037049 2004;23:1373–82. https://doi.org/10.1177/0731684404037049.
- [25] Mwaikambo LY, Ansell MP. Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. Journal of Applied Polymer Science 2002;84:2222–34. <a href="https://doi.org/10.1002/app.10460">https://doi.org/10.1002/app.10460</a>.
- [26] Hill CAS, Khalil HPSA. Effect of Fiber Treatments on Mechanical Properties of Coir or Oil Palm Fiber Reinforced Polyester Composites 2000. <a href="https://doi.org/10.1002/1097-4628">https://doi.org/10.1002/1097-4628</a>.
- [27] Theapsak S, Watthanaphanit A, Rujiravanit R. Preparation of Chitosan-Coated Polyethylene Packaging Films by DBD Plasma Treatment. ACS Applied Materials and Interfaces 2012;4:2474–82. <a href="https://doi.org/10.1021/AM300168A">https://doi.org/10.1021/AM300168A</a>.
- [28] Bledzki AK, Mamun AA, Volk J. Physical, chemical and surface properties of wheat husk, rye husk and soft wood and their polypropylene composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2010;41:480–8. https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2009.12.004.
- [29] DO THI ViVi; Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non; Thèses de doctorat de Spécialité Matériaux Polymères et Composites, L'université de Grenoble et L'université des sciences de Hochiminh Ville, 20 juillet 2011.

- [30] E. A. Gutiérrez, Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne, Thèse de doctorat, Universite Paul Cezanne, 2007.
- [31] S. Taj, M. Ali Munawar, S. U. Khan, Natural fiber-reinforced polymer composites, Proc. Pakistan Acad. Sci, 2007; 44: 129-144.
- [32] BOUSSEHEL Hamida; Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène; Thèses de doctorat en sciences des matériaux, Université Mohamed Khidre-Biskra, 21/01/2018.
- [33] Mahé Joaquim ; Applications d'un polymère biodégradable dans le domaine de la santé ; Thèses Pour le Diplôme d'État de Docteur en Pharmacie, Université D'angers faculté de santé, 24 Octobre 2018.
- [34] Cherubini F, Strømman AH. Chemicals from lignocellulosic biomass: opportunities, perspectives, and potential of biorefinery systems. Biofuels, Bioproducts and Biorefining 2011;5:548–61. <a href="https://doi.org/10.1002/BBB.297">https://doi.org/10.1002/BBB.297</a>.
- [35] Zapata Massot Céline, « synthèse de matériaux composite par Co-broyage en voie sèche et caractérisation des propriétés physico-chimique et d'usage des matériaux », institut national polytechnique de Toulouse, décembre 2004.
- [36] NANOU Ikram& YOUSFI Hadjer; Etude comparative sur les composites a fibres du palmier dattier; Mémoire de master en Génie des matériaux, Université Mohamed Boudiaf de M'sila, 2019 / 2020.
- [37] F. Laurans, A. Déjardin, J.Pilate, ''Physiologie de la formation des parois de fibres de bois'', composites et matériaux avancés, Vol.16, pp.27-39,2006.
- [38] 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.
- [39] F. Sadov, M. Korchagin, A. Matetsky Chemical technology of fibrousmaterials 1978.
- [40] A.E. Ofomaja, E.B. Naidoo, Biosorption of copper from aqueous solution by chemical lyactivated Pinecone: A kineticstudy, Chem Eng J, 175 (2011) 260–270.
- [41] J. C.M. Fung, a New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and Thermoplastic, Thesis. October 2009.
- [42] X. Yanjun, W. Qinglin, L.Y. Yong, Creep behavior of Bagasse fiber reinforced polymer composites, Biore source Technol,101 (2010) 3280–3286.

- [43] S. Saxena, J. Chen, R. Dibble, Maximizing Power Output in an Automotive Scale Multi-Cylinder Homogeneous Charge Compression Ignition (HCCI) Engine, SAE Technical Paper 2011-01-0907, 2011, doi:10.4271/2011-01-0907.
- [44] BOUHEMAME Nasser; Etude des matériaux composites à matrice polymère chargée par des fibres de Palmier Dattier; Thèses de doctorat en Génie mécanique, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2021
- [45] Stamboulis A, Baillie CA, Peijs T. Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2001;32:1105–15. <a href="https://doi.org/10.1016/S1359-835X(01)00032-X">https://doi.org/10.1016/S1359-835X(01)00032-X</a>.
- [46] Barkoula NM, Garkhail SK, Peijs T. Effect of Compounding and Injection Molding on the Mechanical Properties of Flax Fiber Polypropylene Composites: <a href="http://DxDoiOrg/101177/0731684409104465">http://DxDoiOrg/101177/0731684409104465</a> 2009;29:1366–85. <a href="https://doi.org/10.1177/0731684409104465">https://doi.org/10.1177/0731684409104465</a>.
- [47] Graupner N, Herrmann AS, Müssig J. Natural and man-made cellulose fibre-reinforced poly(lactic acid) (PLA) composites: An overview about mechanical characteristics and application areas. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2009;40:810–21. https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2009.04.003.
- [48] Satyanarayana KG, Sukumaran K, Kulkarni AG, Pillai SGK, Rohatgi PK. Performance of Banan Fabric-Polyester Resin Composites 1983:535–48. <a href="https://doi.org/10.1007/978-94-009-6640-6\_38">https://doi.org/10.1007/978-94-009-6640-6\_38</a>.
- [49] Shibata S, Cao Y, Fukumoto I. Press forming of short natural fiber-reinforced biodegradable resin: Effects of fiber volume and length on flexural properties. Polymer Testing 2005;24:1005–11. https://doi.org/10.1016/J.POLYMERTESTING.2005.07.012.
- [50] Jayaraman K. Manufacturing sisal–polypropylene composites with minimum fibre degradation. Composites Science and Technology 2003;63:367–74. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00217-8.
- [51] Shibata M, Takachiyo K-I, Ozawa K, Yosomiya R, Takeishi H. Biodegradable polyester composites reinforced with short abaca fiber. Journal of Applied Polymer Science 2002;85:129–38. https://doi.org/10.1002/APP.10665.

- [52] Satyanarayana KG, Sukumaran K, Kulkarni AG, Pillai SGK, Rohatgi PK. Fabrication and properties of natural fibre-reinforced polyester composites. Composites 1986;17:329–33. https://doi.org/10.1016/0010-4361(86)90750-0.
- [53] Tomczak F, Sydenstricker THD, Satyanarayana KG. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: Morphology and properties of Brazilian coconut fibers. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 2007;38:1710–21. https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2007.02.004.
- [54] Satyanarayana KG, Sukumaran K, Mukherjee PS, Pillai SGK. Materials science of some lignocellulosic fibers. Metallography 1986;19:389–400. <a href="https://doi.org/10.1016/0026-0800(86)90073-X">https://doi.org/10.1016/0026-0800(86)90073-X</a>.
- [55] Dungani, R., Khalil, H.P.S.A., Sumardi, 1, Suhaya, Y, Sulistyawati, E, Islam, Md.N, Suraya, N.L.M. ET Aprilia .A.S. Non-wood renewable materials: properties improvement and its application. In K.R. Hakeem, M. Jawaid et U. Rashid, Biomassand Bioenergy: Applications, (p. 1-30). Springer, London, (2014).
- [56] Melelli A, Durand S, Arnould O, Richely E, Guessasma S, Jamme F, et al. Extensive investigation of the ultrastructure of kink-bands in flax fibres. Industrial Crops and Products 2021;164:113368. https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2021.113368.
- [57] Marrot L, Lefeuvre A, Pontoire B, Bourmaud A, Baley C. Analysis of the hemp fiber mechanical properties and their scattering (Fedora 17). Industrial Crops and Products 2013;51:317–27. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.09.026.
- [58] Zimniewska M, Frydrych I, Mankowski J, Trywianska W. Process and quality control in cultivating natural textile fibres. "full-transfer"; 2012. https://doi.org/10.1533/9780857095633.2.81.
- [59] Anuar NIS, Zakaria S, Gan S, Chia CH, Wang C, Harun J. Comparison of the morphological and mechanical properties of oil Palm EFB fibres and kenaf fibres in nonwoven reinforced composites. Industrial Crops and Products 2019;127:55–65. https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2018.09.056.
- [60] Santulli C. Creep behaviour of plant fibre composites. Advanced High Strength Natural Fibre Composites in Construction 2017:459–77. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-

100411-1.00018-2.

- [61] J. Vallade, Structure et développement de la plante. Morphogénèse et biologie de la reproduction des angiospermes. Dunod, Paris, 1999.
- [62] K. Persson, Micro mechanical modelling of wood and fibre properties. PhDthesis, Department of Mechanics and Materials Lund University, 2000.
- [63] Manel HADDADI; Propriétés de transport des matériaux hétérogènes a renfort naturel: Approche expérimental et modélisation numérique; Thèse de Doctorat LMD en Physique Energétique, Université Hadj Lakhdar Batna, 1, 27/09/2015.
- [64] D. Sedan, Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite, Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France, 2007.
- [65] R. D. Tolêdo Filho, K. Scrivener, G.L. England, K. Ghavami "Durability of alkalisensitive sisal and coconut fibers in cement mortar composites". Cement and Concrete Composites, citée par [MAG10], Volume 2 (2000) 127-143
- [66] 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).
- [67] 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". 18éme congrès Français de Mécanique, 27-31 08 (2007).
- [68] 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.
- [69] 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.
- [70] L. Y. Mwaikambo and M. P. Ansell, "Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization," Journal of Applied Polymer Science, vol. 84, no. 12, pp. 2222–2234, 2002.

- [71] M. M. Kabir, H. Wang, K. T. Lau, and F. Cardona, "Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview," Composites Part B: Engineering, vol. 43, no. 7, pp. 2883–2892, Oct. 2012.
- [72] M. J. John and R. D. Anandjiwala, "Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites," Polymer Composites, vol. 29, no. 2, pp. 187–207, Feb. 2008.
- [73] X. Li, L. G. Tabil, and S. Panigrahi, "Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review," Journal of Polymers and the Environment, vol. 15, no. 1, pp. 25–33, Feb. 2007.
- [74] P. V. Joseph et al. "The thermal and crystallization studies of short sisal fibre reinforced polypropylene composites," Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, vol. 34, no. 3, pp. 253–266, 2003.
- [75] B. Wang, S. Panigrahi, L. Tabil, and W. Crerar, "Pre-treatment of flax fibers for use in rotation all y molded bio-composites," Journal of Reinforced Plastics and Composites, vol. 26, no. 5, pp. 447–463, 2007.
- [76] A. Roy, S. Chakraborty, S. P. Kundu, R. K. Basak, S. BasuMajumder, and B. Adhikari, "Improvement in mechanical properties of jute fibres throughmild alkali treatment as demonstrated by utilisation of the Weibull distribution model," Bio-resource Technology, vol. 107, pp. 222–228, Mar. 2012.
- [77] A. Alawar, A. M. Hamed, and K. Al-Kaabi, "Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement," Composites: Part B, vol. 40, 2009.
- [78] El-Morsy, M.: Studies on the rachises of the Egyptian date palm leaves for hardboard production. Fibre Sci. Technol. 13, 317–323 (1980).
- [79] Alsaeed T, Yousif B.F, Ku H. The potential of using date palm fibres as reinforcement for polymeric composites. Materials and Design 43 (2013) 177–184. <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2012.06.061">http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2012.06.061</a>.
- [80] Shalwan A, Yousif B.F. Influence of date palm fibre and graphite filler on mechanical and wear characteristics of epoxy composites. Mater. Des. 59, 264–273 (2014). https://doi.org/10.1016/j. mat de s.2014.02.066.

- [81] M. J. John and R. D. Anandjiwala, "Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites," Polymer Composites, pp. 187-207, 2008.
- [82] G. Kalaprasad et al. "Effect of fibre length and chemical modifications on the tensile properties of intimately mixed short sisal/glass hybrid fibre reinforced low density polyethylene composites," Polymer International, vol. 53, no. 11, pp. 1624–1638, 2004.
- [83] Y. Li, Y.-W. Mai, and L. Ye, "Sisal fibre and its composites: à review of recent developments," Composites Science and Technology, vol. 60, pp. 2037±2055, 2000.
- [84] S. A. Paul, K. Joseph, G. D. G. Mathew, L. A. Pothen, and S. Thomas, "Influence of polarity parameters on the mechanical properties of composites from polypropylene fiber and short banana fiber," Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, vol. 41, no. 10, pp. 1380–1387, 2010.
- [85] S. A. Paul, C. Oommen, K. Joseph, G. Mathew, and S. Thomas, "The role of interface modification on thermal degradation and crystallization behavior of composites from commingled polypropylene fiber and banana fiber," Polymer Composites, vol. 16, no. 2, p. NA-NA, 2009.
- [86] AIZI Djamel Eddine; Extraction, caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique des fibres caulinaires de RetamamonospermaL. Boiss; Théses de Doctorat, Faculté des Sciences de la Nature et de la vie Département de Biotechnologie, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, 2016 / 2017.
- [87] Raveendran Nair G., Rho D., Yaylayan V., Raghavan V., 2013. Micro wave assisted retting

  -A novel method of processing off lax stems. Biosyst. Eng. 116: 427 435.
- [88] Tokoro R., Minh Vu D., Okubo K., Tanaka T., Fujii T., Fujiura T., 2008. How to improve mechanical properties of poly lacticacid with bamboo fibers. J. Mater Sci. 43: 775-787.
- [89] S. Amroune, A. Bezazi, A. Belaadi, C. Zhu, F. Scarpa, S. Rahatekar, A. Imad, Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (Phoenix dactylifera L.), Composites: Part A 71; 95–106, 2015.
- [90] S.L. Fávaro, T.A. Ganzerli, A.G.V de Carvalho Neto, O.R.R.F da Silva, E. Radovanovic, Chemical, morphological and mechanical analysis of sisal fiber reinforced recycled high-density polyethylene composites, Express Polymer Letters, 4; 465–473, 2010

- [91] P. Upadhyaya, M. Garg, V. Kumar, A. K. Nema, The Effect of Water Absorption on Mechanical Properties of Wood Flour/Wheat Husk Polypropylene Hybrid Composites, Materials Sciences and Applications, 3; 317-325, 2012.
- [92] H.N. Tran, S. Ogihara, N.H. Tung, S. Kobayashi, Effect of alkali treatment on interfacial and mechanical properties of coir fiber reinforced poly (butylene succinate) biodegradable composites, Composites: Part B, 42; 1648–1656, 2011.
- [93] L. Berreur, B. d. Maillard, and S. Nösperger, "L'industrie française des matériaux composites," Ministere de l'économie des finances et de l'industrie, 2002.
- [94] Saidani k. Analyse de composites sandwich et qualification de leur intégrité vis-à-vis a laruine, thèse de doctorat, université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2014.
- [95] Gornet L. Généralités sur les matériaux composites. cel-00470296, version 1 6 Apr 2010.
- [96] HADDADI Manel; Etude numérique avec comparaison expérimentale des propriétés thermo-physiques des matériaux composites à matrice polymère; Mémoire de master en Physique, Université El Hadg Lakhdar –Batna, 1, 2011.
- [97] A. D. Tranle, "Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment," Thèse de Doctorat, Université de Reims Champagne- Ardenne, 2010, pp. 221.
- [98] Salit, M.S. Tropical Natural Fibre Composites: Properties, Manufacture and Applications, Springer. Singapore, (p. 53-103), (2014).
- [99] Davis, J.R. Tensile Testing, 2nd Edition, ASM international, (p. 4-183). (2004).
- [100] Bazergui, A. Résistance des matériaux, troisième édition. Presses Internationales Polytechnique. (p. 258), (2002).
- [101] Mallick, P.K., M. Dekker Composites Engineering Hand book, Marcel Dekker Inc. United States of America, (p. 1-129), (1997).
- [102] ACI. Report on Fiber Reinforced Concrete (Reapproved). American Concrete Institute. Agopyan, V., H. Savastano, V. M. John, et M. A. Cincotto. Developments on vegetable fibre—cement based materials in São Paulo, Brazil: an over view. Cement and Concrete Composites 27, 527-536, (1996).

- [103] D. Taoukil, A. E. bouardi, T. Ajzoul, and H. Ezbakhe, "Effect of the Incorporation of Wood Wool on Thermo Physical Proprieties of Sand Mortars, KSCE," Journal of Civil Engineering, vol. 16, pp. 1003-1010, 2012.
- [104] L. Patural, "Méthode d'action des éthers de cellulose sur la rétention d'eau des mortiers à l'état frais," Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2011, pp. 262.
- [105] Aziz MA, Paramasivam P, Lee. SL. New Reinforced Concretes: 3. Concrete reinforced with natural fibres. Surrey University Press, 1984.
- [106] Kriker, A., G. Debicki, A. Bali, M. M. Khenfer, et M. Chabannet. Mechanical properties of datepalm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot dry climate. Cement and Concrete Composites 27, 554-564 (2005).
- [107] Mansur, M. A. et M. A. Aziz. A study of jute fibre reinforced cement composites. International Journal of Cement Composites and Light weight Concrete 4, 75-82, (1982).
- [108] Akers, S. A. S. et J. B. Studinka. Ageing behaviour of cellulose fibre cement composites in natural weathering and accelerated tests. International Journal of Cement Composites and Light weight Concrete 11, 93-97, (1989).
- [109] Almeida, A. E. F. S., G. H. D. Tonoli, S. F. Santos, et H. Savastano. Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. Cement and Concrete Composites 42, 49-58 (2013).
- [110] Canovas, M. F., N. H. Selva, et G. M. Kawiche. New economical solutions for improvement of durability of Portland cement mortars reinforced with sisal fibres. Materials and Structures 25, 417-422 (1992).
- [111] Bentur, A. et S. A. S. Akers. The microstructure and ageing of cellulose fibre reinforced cement composites cured in a normal environment. International Journal of Cement Composites and Light weight Concrete 11, 99-109 (1989).
- [112] MacVicar, R., L. M. Matuana, et J. J. Balatinecz. Aging mechanisms in cellulose fiber reinforced cement composites. Cement and Concrete Composites 21, 189-196, (1999).
- [113] Juarez, C., A. Durán, P. Valdez, et G. Fajardo. Performance of "Agave lecheguilla" natural fiber in portland cement composites exposed to severe environment conditions. Building and Environment 42, 1151-1157, (2007).
- [114] Gram, H.-E. Durability of Natural Fibres in Concrete. Stockholm, Suède: Swedish

- Cement and Concrete Research Institute (1983).
- [115] Pavasars, I, J. Hagberg, H. Borén, et B. Allard. Alkaline degradation of cellulose: mechanisms and kinetics. Journal of Polymers and the Environment 11, 39-47, (2003).
- [116] EN 196-1 Methods of testing cement-part 1: Determination of stress, European committee for standarization, 2005.
- [117] Li D, Ji D, Liu J, Lin Y. A Multi-Model EKF Integrated Navigation Algorithm for Deep Water AUV. International Journal of Advanced Robotic Systems 2016;13. https://doi.org/10.5772/62076.
- [118] Babaki M, Yousefi M, Habibi Z, Mohammadi M. Process optimization for biodiesel production from waste cooking oil using multi-enzyme systems through response surface methodology.Renewable Energy 2017;105:465–72. <a href="https://doi.org/10.1016/j.renene.2016.12">https://doi.org/10.1016/j.renene.2016.12</a>. 086. of testing cement-part 1: Determination of stress, European committee for standarization, 2005
- [119] ASTM C109 / C109M –Standard Test Method for Comptessive strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. Or [50mm] Cube Specimens), https://www.astm.org/Standards/C109.
- [120] ASTM C348-14, Standard Test Method for Flexural Stress of Hydraulic- Cement Mortars, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www. Astm.org.