



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique

جامعة العربي التبسي – تبسة

Université Larbi Tébessi – Tébessa –

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie Civil

THÈSE DE DOCTORAT

Présentée pour l'obtention du **diplôme de Doctorat LMD**

en : Génie Civil

Spécialité : Structures et Matériaux avancés

Par: BELKHIR Zohra

Titre de la thèse

**Amélioration des propriétés mécaniques des composites à
différentes matrices à base de fibres naturelles locales**

Présentée et soutenue publiquement, le **06/06/ 2022**, devant le jury composé de :

| | | | |
|------------------|-------|--------------------|--------------------|
| MESSABHIA Ali | Prof. | Président | U. Tébessa |
| MERZOUUD Mouloud | Prof. | Directeur de thèse | U. Annaba |
| DJEBBAR Yassine | Prof. | Examineur | U. Souk Ahras |
| NINOUH Tarek | Prof. | Examineur | U. Tébessa |
| DEGHBODJ Samir | Prof. | Examineur | U. Tébessa |
| MEZHOUD Samy | MCA | Examineur | U. Constantine |
| BENAZZOUK Amar | MCA | Invité | U. Amiens (France) |

2021/2022

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à remercier ALLAH clément et miséricordieux de m'avoir donné la force et le courage de mener à bien ce modeste travail.

Mes remerciements les plus sincères s'adressent à mon directeur de thèse :

Monsieur MERZOUZ Mouloud, professeur au département de Génie Civil de l'Université BADJI Mokhtar d'Annaba pour son aide précieuse, sa confiance, ses conseils avisés, ses encouragements et surtout la liberté d'action qu'il m'a donnée à chaque étape de cette aventure. Je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour sa disponibilité et pour tous les efforts qu'il n'a cessé de fournir tout au long de ce travail.

Je voudrais exprimer ma gratitude envers tous les membres du jury de soutenance pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de juger ce travail :

Mes vifs remerciements à Pr Ali MESSABHIA pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de juger ce travail et de présider le jury.

Je tiens à exprimer ma parfaite et profonde considération à tous les membres du jury de soutenance : Pr Tarek NINOUEH, Pr Yassine DJEBBAR, Pr Samir DEGHOUDJ et Dr Samy MEZHOUD qui m'ont fait l'honneur d'accepter et d'examiner mon travail.

Grand merci à Dr BENZAOUK Amar du laboratoire des technologies innovantes (IUT d'Amiens, France) pour son aide précieuse, son soutien et ses conseils lors de mon stage de courte durée.

J'adresse ma profonde gratitude à mes enseignants de la post-graduation de l'Université de Larbi TEBESSI de Tébessa pour les efforts qu'ils ont déployés afin de contribuer à mon encadrement.

Tout mon respect et mes remerciements aux êtres les plus chers et les plus proches au monde qui symbolisent le courage et la tendresse, à ceux qui ont sacrifié de leur temps pour ma réussite et mon bonheur : mes très chers parents Abdelhak BELKHIR et Ouarda YOZMANE, mon époux Mehdi, à tous mes frères et sœurs, à mon grand-père, à ma belle-famille, à mes tantes et oncles, à mes cousins et cousines. À toute ma famille sans exception. Puisse Dieu vous garder et vous combler de bonheur.

C'est avec une grande émotion que je remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce projet.

Zohra BELKHIR

Résumé

Soucieux de l'impact environnemental et économique, les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans le secteur de la construction. En effet, l'utilisation des fibres végétales comme renfort dans les matériaux de construction, ont fait l'objet de plusieurs recherches ces dernières années, et dont la principale motivation est le gain de poids, allié à des caractéristiques mécaniques élevées. L'objectif de cette recherche concerne l'étude des propriétés physico-mécaniques et hydriques de matériaux composites à matrices cimentaires et argileuses renforcés par les fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier de dimensions allant de 2 à 8 cm.

Il s'agit d'évaluer les performances de ces matériaux en fonction de la formulation, pour un ratio volumique (Fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier/Matrice égal à 4), en utilisant des fibres bouillies sèches d'une part et des fibres bouillies prémouillées d'autre part, dans des composites élaborés à la table à choc et par précompression. Pour réaliser notre programme expérimental, nous avons élaboré deux cents quatre-vingt-huit (288) éprouvettes pour la flexion et la compression.

Les composites obtenus ont une très faible densité, ce qui permet de les classer comme matériaux légers, avec un comportement ductile, et qui peuvent être utilisés comme remplissage dans les structures soumises aux charges sismiques.

L'imagerie au MEB des fibres végétales nous a aidé à connaître la structure extérieure des fibres, en contact direct avec les pâtes d'argile et de ciment qui sont utilisées dans notre thèse. L'analyse chimique des fibres faite par l'EDX nous a permis de connaître les composés chimiques des différentes phases de la même fibre.

Les essais réalisés sur des composites à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier dans différentes matrices (cimentaire et argileuse) et différentes dimensions qui varient de 2 à 8 cm, nous ont permis de constater, que les meilleures résistances en flexion des composites cimentaires sont généralement atteintes pour les fibres de 2 à 4 cm, due à la bonne adhérence fibre-pâte de ciment, et entre 6 à 8 cm pour les composites argileux, qui nécessitent un bon ancrage.

Les résistances à la compression des composites argileux renforcés de fibres d'Alfa et de Diss et élaborés à la table à choc donnent des contraintes de compression très élevées, comparées à celles des fibres de Palmier, et dépassent dans tous les cas la résistance à la compression de la pâte d'argile.

Les composites argileux élaborés par précompression, et contenant des fibres de Diss, montrent une très forte diminution de la résistance à la compression, ceci s'explique par le fait que les épines s'écrasent et perdent leur capacité d'adhérence à la matrice d'argile. Par contre les composites argileux renforcés par les fibres d'Alfa et de Palmier, leurs résistances à la compression élaborées à la table à choc et par précompression sont presque identiques.

Mots clés : Composites, fibres naturelles, Résistance, Eco-matériaux, ductilité, Alfa, Diss, Palmier Dattier, Ciment, Argile.

Abstract

Concerned about the environmental and economic impact, composite materials made from plant fibers are increasingly used as infill in the construction sector. Indeed, the use of plant fibers as reinforcement in building materials has been the subject of several researches in recent years, and whose main motivation is the weight gain, combined with high mechanical characteristics. The objective of this research concerns the study of the physico-mechanical and hydrous properties of composites with cement and clay matrices reinforced with Alfa, Diss and Date Palm fibers of dimensions ranging from 2 to 8 cm.

This involves evaluating the performance of these materials according to the formulation, for a volume ratio (Alfa, Diss and Date Palm/ Matrix fibers equal to 4), using dry boiled fibers and prewetted boiled fibers, in composites elaborate at the shock table and by precompression. To carry out our experimental program, we developed two hundred and eighty-eight (288) specimens for bending and compression.

The composites obtained have a very low density, which allows them to be classified as lightweight materials, with a ductile behavior, and which can be used as infill in structures subjected to seismic loads.

SEM imaging of plant fibers helped us to know the external structure of the fibers, which is in direct contact with the clay and cement pastes that are used in our thesis. The chemical analysis of the fibers by the EDS allowed us to know the different chemical compounds of the different phases of the same fiber.

The tests carried out on composites based on Alfa, Diss and Palm fibers in different matrices (cement and clay) and different dimensions ranging from 2 to 8 cm, have enabled us to observe that the best flexural resistances composites are generally reached for fibers of 2 to 4 cm for cementitious composites, due to the good fiber-cement paste adhesion, and between 6 to 8 cm for clay composites, which require good anchoring.

The compressive strengths of clay composites reinforced with Alfa and Diss fibers and carried out by the shock table give very high compressive stresses, compared to those containing palm fibers, and in all cases exceed the compressive resistance of the clay paste.

Clay composites made by precompression, and containing Diss fibers, show a very strong decrease in compressive strength, this is explained by the fact that the spines are crushed and lose their ability to adhere to the clay matrix. . On the other hand, clay composites reinforced with Alfa and Palm fibers, their compressive strengths developed on the shock table and by precompression are almost identical.

Keywords: Composites, natural fibers, Resistance, Eco-materials, ductility, Alfa, Diss, Date Palm, Cement, Clay.

ملخص

إعتباراً للتأثير الملحوظ على البناء و الإقتصاد تستخدم المواد المركبة و في قطاع البناء بشكل متزايد، في الواقع تتمحور و في السنوات الأخيرة أبحاث عديدة حول إستعمال الألياف النباتية كتدعيم في مواد البناء و ذلك للتقليل من وزنها و كذا لتحصيل خصائص ميكانيكية عالية.

في غضون هذه الأبحاث إرتأ الباحثون الخوض في الدراسة الفيزيائية الميكانيكية و المائية للمواد المركبة ذات المصفوفات الإسمنتية و الطينية المرصصة بألياف حلفاء، ديس و نخيل التمر بأبعاد تتراوح بين 2 و 8 سم.

ويستهدف ذلك تقييم أداء هذه المواد اعتماداً على الصيغة الملائمة للنسبة الحجمية [ألياف حلفاء، ديس و نخيل التمر/مصفوفة (Matrice) = 4.0] بإستعمال ألياف مغلقة جافة من جهة و ألياف مغلقة و مسبقة التشبع بالماء من جهة أخرى، في مواد مركبة أعدت على طاولة الصدمات (Table à choc) بواسطة الضغط المسبق، و لتحقيق برنامجنا التجريبي أعدنا 288 عينة للإحناء و الضغط.

المركبات المتحصل عليها لها كثافة جد منخفضة يتاح تصنيفها على أنها مواد خفيفة ذات سلوك مطيل (ductile)، يمكن استخدامها كحشو في الهياكل المعرضة للحمولات الزلزالية.

تمكنا من خلال استعمال المجهر الإلكتروني (EDX) على الألياف النباتية من معرفة هيكلها الخارجي المتصل مباشرة مع عجائن الطين و الإسمنت المستخدمة في أطروحتنا و من خلال التحليل الكيميائي للألياف و بواسطة EDX من معرفة مختلف المركبات الكيميائية التي تتشكل منها مختلف مراحل ذات الألياف.

التجارب المنجزة على المركبات القائمة على ألياف حلفاء، ديس و نخيل التمر في مختلف المصفوفات (Matrices) (إسمنت و طين) و مختلف الأبعاد (تتراوح بين 2 و 8 سم)، سمحت لنا بملاحظة أن أفضل مقاومات الإحناء في المركبات تحصل و في غالب الأحيان بإستخدام الألياف التي تتراوح أبعادها ما بين 2 و 4 سم بالنسبة للمركبات الإسمنتية و ذلك لشدة إلتصاقها بعجينة الإسمنت و ما بين 6 و 8 سم بالنسبة للمركبات الطينية التي تستوجب تثبيتاً محكماً.

مقاومة الإنضغاط لمركبات الطين المدعمة بألياف الحلفاء و الديس و المعدة على طاولة الصدمات تعطي إجهاد ضغط عالي جداً مقارنة بتلك المحتوية على ألياف نخيل التمر، و في جميع الحالات تتجاوز مقاومة الضغط لدى عجينة الطين.

المركبات الطينية المعدة عن طريق الضغط المسبق و الحاملة ألياف الديس تسفر على إنخفاض معتبر لمقاومة الإنضغاط و يعود ذلك إلى سحق أشواك الألياف (Epines) مما يفقدها القدرة على الإلتصاق بمصفوفة الطين، و في المقابل فإن مقاومتي الإنضغاط المصنوعة على طاولة الصدمات و عن طريق الضغط المسبق (Précompression)، عند مركبات الطين المقواة بألياف حلفاء و بألياف نخيل التمر متطابقتين تقريباً.

الكلمات المفتاحية: مركبات ، ألياف طبيعية ، مقاومة ، مواد بيئية ، سلوك مطيل ، حلفاء ، ديس ، نخيل التمر ، أسمنت ، طين.

| |
|---------------------------|
| Table des matières |
|---------------------------|

| | |
|---|-----|
| Remerciements | II |
| Résumé | III |
| Abstract | IV |
| ملخص | V |
| Table des matières | VI |
| Liste des figures | XIV |
| Liste des tableaux | XIX |
| Introduction générale | 1 |
| Chapitre 1 : Etude Bibliographique..... | 6 |
| 1.1 Généralités sur les composites..... | 7 |
| 1.1.1 Renfort | 7 |
| 1.1.1.1 Fibres minérales | 8 |
| 1.1.1.1.1 Fibres d’amiante | 8 |
| 1.1.1.1.2 Fibres métalliques..... | 9 |
| 1.1.1.2 Fibres synthétiques..... | 9 |
| 1.1.1.2.1 Fibres de polypropylènes..... | 10 |
| 1.1.1.2.2 Fibres de cellulose | 10 |
| 1.1.1.3 Fibres artificielles..... | 11 |
| 1.1.1.3.1 Fibres de verre | 11 |
| 1.1.1.3.2 Fibres de carbone..... | 12 |
| 1.1.1.4 Fibres végétales..... | 12 |
| 1.1.1.4.1 Fibres de jute | 14 |
| 1.1.1.4.2 Fibres de chanvre..... | 15 |
| 1.1.1.4.3 Fibres de sisal | 15 |
| 1.1.1.4.4 Fibres de lin | 16 |

| | |
|---|----|
| 1.1.1.4.5 Fibres de ramie | 16 |
| 1.1.1.4.6 Fibres de coton..... | 16 |
| 1.1.2 Matrices..... | 17 |
| 1.1.2.1 Matrices thermodurcissables | 17 |
| 1.1.2.2 Matrices thermoplastiques..... | 17 |
| 1.1.2.3 Matrices thermostables..... | 18 |
| 1.1.2.4 Matrices en céramique..... | 18 |
| 1.1.2.5 Matrices métalliques | 18 |
| 1.1.3 Classification des matériaux composites | 18 |
| 1.1.3.1 Classification suivant la forme des constituants | 19 |
| 1.1.3.1.1 Composites à fibres | 19 |
| 1.1.3.1.2 Composites à particules..... | 19 |
| 1.1.3.2 Classification suivant la nature des constituants ou composants | 19 |
| 1.1.4 Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites | 20 |
| 1.1.4.1 Influence de la nature et dosage des constituants..... | 20 |
| 1.1.4.2 La dispersion et l'orientation de la fibre | 20 |
| 1.1.4.3 Interface fibre/matrice | 20 |
| 1.1.4.4 Influence des dimensions | 21 |
| 1.2 Matériaux composites à bases de fibres naturelles | 21 |
| 1.3 Matrice minérale renforcée par des fibres naturelles..... | 22 |
| 1.4 Généralités sur les fibres végétales..... | 23 |
| 1.4.1 Définition d'une fibre végétale | 23 |
| 1.4.2 Structure des fibres lignocellulosiques | 24 |
| 1.4.3 Morphologie d'une fibre végétale..... | 24 |
| 1.4.3.1 Morphologie des fibres d'Alfa..... | 25 |
| 1.4.3.2 Morphologie des fibres de Diss..... | 26 |
| 1.4.3.3 Morphologie des fibres de Palmier..... | 26 |

Table des matières

| | |
|--|----|
| 1.4.4 Classification des fibres végétales | 27 |
| 1.4.5 Rôle des fibres..... | 27 |
| 1.4.6 Propriétés des fibres végétales | 28 |
| 1.4.6.1 Propriétés hygrométriques..... | 28 |
| 1.4.6.2 Propriétés physiques et mécaniques | 28 |
| 1.4.7 Composition lignocellulosique des fibres végétales | 29 |
| 1.4.7.1 La cellulose | 30 |
| 1.4.7.2 Les hémicelluloses | 30 |
| 1.4.7.3 Lignine | 31 |
| 1.4.7.4 Lipides | 31 |
| 1.4.7.5 Pectines..... | 32 |
| 1.4.7.6 Les protéines et les extractibles..... | 32 |
| 1.5 Détermination des taux des constituants extractibles | 33 |
| 1.5.1 Extraction de cellulose | 33 |
| 1.5.2 Extraction alcaline des Hémicelluloses..... | 34 |
| 1.5.2.1 Délipidation de l'échantillon..... | 34 |
| 1.5.2.2 Extraction de l'échantillon délipidé | 34 |
| 1.5.3 Dosage de la lignine, méthode de (Klason) | 35 |
| 1.5.4 Dosages des protéines solubles | 36 |
| 1.5.5 Extraction des pectines..... | 36 |
| 1.6 Mécanisme de Dégradation | 37 |
| 1.7 Traitements des fibres végétales..... | 38 |
| 1.7.1 Traitement physique..... | 38 |
| 1.7.2 Traitement chimique | 38 |
| 1.7.3 Traitement thermique..... | 39 |
| 1.8 Application des fibres végétales | 40 |
| 1.9 Evaluation de la disponibilité des fibres végétales | 41 |

Table des matières

| | |
|--|----|
| 1.9.1 Disponibilité des fibres végétales à l'échelle mondiale..... | 41 |
| 1.9.2 Disponibilité des fibres végétales en Algérie..... | 41 |
| 1.10 Intérêt de l'utilisation des fibres naturelles..... | 42 |
| 1.11 Avantages et inconvénients des fibres végétales | 43 |
| Conclusion..... | 43 |
| Chapitre 2 : Matériaux et Méthodes Expérimentales..... | 45 |
| Introduction | 46 |
| 2.1 Sélection et présentation des renforts utilisés..... | 46 |
| 2.1.1 L'Alfa..... | 46 |
| 2.1.2 Le Diss | 47 |
| 2.1.3 Le Palmier Dattier..... | 48 |
| 2.1.1.1 Contraintes d'utilisation des fibres à l'état brut | 49 |
| 2.1.1.2 Préparation de la matière première..... | 50 |
| 2.1.1.3 Problématique..... | 50 |
| 2.1.1.4 Traitement par ébullition..... | 50 |
| 2.1.1.5 Dosages des sucres solubles..... | 51 |
| 2.1.1.6 Propriétés physiques de fibres utilisées..... | 52 |
| 2.1.1.6.1 Masse volumique apparente | 52 |
| 2.1.1.6.2 Essais d'absorption des fibres par immersion | 53 |
| 2.1.1.6.3 Essais d'absorption par capillarite | 54 |
| 2.1.1.6.4 Essai de séchage des fibres | 55 |
| 2.2 Les ciments..... | 56 |
| 2.2.1 Définition | 56 |
| 2.2.2 Catégories de Ciment..... | 57 |
| 2.2.2.1 les ciments alumineux | 57 |
| 2.2.2.2 Les ciments Portland | 57 |
| 2.2.3 Ciment utilisé..... | 58 |

| | |
|---|----|
| 2.2.4 Hydratation du ciment portland | 58 |
| 2.2.5 Fabrication du ciment Portland..... | 59 |
| 2.2.6 Propriétés principales du ciment..... | 60 |
| 2.2.6.1 Propriétés physiques..... | 60 |
| 2.2.6.1.1 La masse volumique | 60 |
| a. La masse volumique absolue..... | 60 |
| b. La masse volumique apparente | 60 |
| 2.2.6.1.2 La finesse de mouture | 61 |
| 2.2.6.1.3 Consistance normale..... | 61 |
| 2.2.6.1.4 La prise | 61 |
| 2.2.6.1.5 Le durcissement | 61 |
| 2.2.6.2 Propriétés mécaniques..... | 61 |
| 2.2.6.3 Composition chimique | 63 |
| 2.2.6.4 Composition minéralogique | 64 |
| 2.3 Les argiles..... | 64 |
| 2.3.1 Définition | 64 |
| 2.3.2 Argile utilisée..... | 65 |
| 2.3.3 Structure des minéraux argileux | 65 |
| 2.3.4 Les différentes catégories d'argiles..... | 66 |
| 2.3.5 Les différents types d'argiles | 67 |
| 2.3.5.1 La kaolinite..... | 67 |
| 2.3.5.2 La montmorillonite..... | 68 |
| 2.3.5.3 L'illite..... | 69 |
| 2.3.6 Propriétés et rôle des minéraux argileux..... | 70 |
| 2.3.7 Caractéristiques des argiles de couleur marron de la région de Treat (Annaba) | 71 |
| 2.3.8 Préparation de l'argile pour les gâchées | 72 |
| 2.4 Eau de gâchage | 74 |

Table des matières

| | |
|--|----|
| 2.5 Influence des substances hydrosolubles contenues dans les fibres végétales sur la prise du ciment..... | 74 |
| 2.6 Méthode d'élaboration et de caractérisation des composites étudiés | 75 |
| 2.6.1 Formulation et élaboration des composites étudiés | 75 |
| 2.6.2 Confection des éprouvettes et conservation..... | 75 |
| 2.7 Description de l'équipement utilisé pour les essais mécaniques | 79 |
| 2.8 Essais mécaniques | 80 |
| 2.8.1 Essai de traction | 80 |
| 2.8.2 Essai de traction par flexion..... | 81 |
| 2.8.3 Essai de compression | 81 |
| Conclusion..... | 82 |
| Chapitre 3 : Morphologie des fibres..... | 83 |
| 3.1 Introduction | 84 |
| 3.2 Analyses par microscopie électronique | 84 |
| 3.3 Analyse des échantillons au MEB et à l'EDX..... | 86 |
| 3.3.1 Images au MEB et constituants chimiques des tiges d'Alfa naturel..... | 87 |
| 3.3.1.1 Images au MEB | 87 |
| 3.3.1.2 Analyse chimique..... | 88 |
| 3.3.2 Images au MEB et constituants chimiques des tiges d'Alfa bouilli | 89 |
| 3.3.2.1 Images au MEB | 89 |
| 3.3.2.2 Analyse chimique..... | 90 |
| 3.3.2.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des tiges d'Alfa.... | 91 |
| 3.3.3 Images au MEB et constituants chimiques des fibres d'Alfa naturel | 92 |
| 3.3.3.1 Images au MEB | 92 |
| 3.3.3.2 Analyse chimique..... | 93 |
| 3.3.4 Images au MEB et constituants chimiques des fibres d'Alfa bouilli..... | 94 |
| 3.3.4.1 Images au MEB | 94 |

Table des matières

| | |
|--|-----|
| 3.3.4.2 Analyse chimique | 95 |
| 3.3.4.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des fibres d'Alfa .. | 96 |
| 3.3.5 Images au MEB et constituants chimiques des tiges de Diss naturel | 97 |
| 3.3.5.1 Images au MEB | 97 |
| 3.3.5.2 Analyse chimique | 98 |
| 3.3.6 Images au MEB et constituants chimiques des tiges de Diss bouilli | 99 |
| 3.3.6.1 Images au MEB | 99 |
| 3.3.6.2 Analyse chimique | 100 |
| 3.3.6.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des tiges de Diss | 101 |
| 3.3.7 Images au MEB et constituants chimiques des fibres de Diss naturel | 102 |
| 3.3.7.1 Images au MEB | 102 |
| 3.3.7.2 Analyse chimique | 103 |
| 3.3.8 Images au MEB et constituants chimiques des fibres de Diss bouilli | 104 |
| 3.3.8.1 Images au MEB | 104 |
| 3.3.8.2 Analyse chimique | 105 |
| 3.3.8.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des fibres de Diss | 105 |
| 3.3.9 Images au MEB et constituants chimiques des tiges de Palmier naturel | 107 |
| 3.3.9.1 Images au MEB | 107 |
| 3.3.9.2 Analyse chimique | 108 |
| 3.3.10 Images au MEB et constituants chimiques des tiges de Palmier bouilli | 109 |
| 3.3.10.1 Images au MEB | 109 |
| 3.3.10.2 Analyse chimique | 110 |
| 3.3.10.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des tiges de Palmier | 111 |
| 3.3.11 Images au MEB et constituants chimiques des fibres de Palmier naturel | 112 |
| 3.3.11.1 Images au MEB | 112 |
| 3.3.11.2 Analyse chimique | 113 |

Table des matières

| | |
|--|-----|
| 3.3.12 Images au MEB et constituants chimiques des fibres de Palmier bouilli | 114 |
| 3.3.12.1 Images au MEB | 114 |
| 3.3.12.2 Analyse chimique | 115 |
| 3.3.12.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des fibres de Palmier..... | 116 |
| 3.4 Comparaisons de la structure externe et des composés chimiques des fibres bouillies... 116 | |
| Chapitre 4 : Résultats Expérimentaux et Discussions..... | 117 |
| Introduction | 118 |
| 4.1 Essais sur fibres | 119 |
| 4.1.1 Essais de traction sur fibres..... | 119 |
| 4.1.2 Essais d'absorption des fibres..... | 120 |
| 4.1.3 Essais de séchage des fibres..... | 121 |
| 4.1.4 Essais de capillarité des composites..... | 121 |
| 4.2 Essais mécaniques sur les composites à matrice cimentaire élaborés à la table à choc | 123 |
| 4.3 Essais mécaniques sur les composites à matrice cimentaires élaborés par précompression..... | 126 |
| 4.4 Essais mécaniques sur les composites à matrice argileuse élaborés à la table à choc .. | 130 |
| 4.5 Essais mécaniques sur les composites à matrice argileuse élaborés par précompression..... | 133 |
| 4.6 Analyse des résultats mécaniques des différents composites soumis à la flexion..... | 135 |
| 4.7 Analyse des résultats mécaniques des différents composites soumis à la compression | 136 |
| Conclusion générale..... | 137 |
| Bibliographie..... | 143 |

Liste des figures

| | | |
|------|---|----|
| 1.1 | Représentation schématique de la paroi cellulaire [Lepetit 2017]..... | 24 |
| 1.2 | Modèle de description de la structure d'une fibre végétale [Yahiaoui 2011]..... | 25 |
| 1.3 | Molécule de la cellulose [Djebloun 2018]..... | 30 |
| 1.4 | Représentation de la structure de la lignine et modèle moléculaire de la lignine dérivée du bois [Achour 2017]..... | 31 |
| 1.5 | Structure de la chaîne principale d'une molécule de pectine [Achour 2017]..... | 32 |
| 1.6 | Délipidation d'échantillon par le system (ballon + réfrigérant à reflux) [Seidel et col 1980]..... | 34 |
| 1.7 | Agitation magnétique [Sellami 2015]..... | 36 |
| 1.8 | Hydrolyse par reflux [Sellami 2015]..... | 36 |
| 1.9 | Gisement mondial de fibres végétales hors coton et bois (2001-2008) [Achour 2017]..... | 41 |
| 1.10 | Gisement de fibres végétales en Algérie [Sellami 2015]..... | 42 |
| 2.1 | Plante d'Alfa, région de Tebessa..... | 46 |
| 2.2 | Tiges d'Alfa..... | 47 |
| 2.3 | Fibres d'Alfa..... | 47 |
| 2.4 | Plante de Diss, région de Souk Ahras..... | 47 |
| 2.5 | Fibres de Diss..... | 48 |
| 2.6 | Tiges de Diss..... | 48 |
| 2.7 | Présentation d'un Palmier Dattier, région d'Annaba..... | 49 |
| 2.8 | Tiges de Palmier..... | 49 |
| 2.9 | Fibres de Palmier..... | 49 |
| 2.10 | Rota-vapeur [Sellami 2015] | 51 |
| 2.11 | Spectrophotomètre [Sellami 2015] | 51 |
| 2.12 | Essai d'absorption des fibres..... | 54 |
| 2.13 | Essuyage des fibres..... | 54 |
| 2.14 | Dispositif de mesure de l'absorption d'eau par capillarité [Al-Mohamadawi 2016] | 54 |
| 2.15 | Essai d'absorption d'eau par capillarité (Alfa/Ciment, Diss/Ciment et Palmier/Ciment) | 55 |

Liste des figures

| | | |
|------|--|----|
| 2.16 | Essai de séchage des fibres (Alfa, Diss et Palmier) | 56 |
| 2.17 | Diagramme de phase ternaire CaO-SiO ₂ -Al ₂ O ₃ , et repérage des compositions de Ciment Portland et de ciment alumineux [Yahiaoui 2011]..... | 58 |
| 2.18 | Représentation schématique de l'hydratation du ciment [Jawed 1985]..... | 59 |
| 2.19 | Schéma des voies de fabrication du ciment [Benarima 2019]..... | 60 |
| 2.20 | Représentation des couches tétraédrique et octaédrique..... | 66 |
| 2.21 | Structure schématique de la kaolinite [Lambe 1953] | 68 |
| 2.22 | Vue isométrique de la structure atomique de la kaolinite [Grim 1959]..... | 68 |
| 2.23 | Schéma de la structure de la montmorillonite [Lambe 1953] | 68 |
| 2.24 | Structure de la montmorillonite [Reinholdt 2001] | 69 |
| 2.25 | Schéma de la structure de l'illite [Abakar 201] | 70 |
| 2.26 | Diagramme de Winkler des différentes argiles de la région de Treat (Annaba).... | 72 |
| 2.27 | Broyage de l'argile en usine..... | 73 |
| 2.28 | Broyage à boulets..... | 73 |
| 2.29 | Argile utilisée..... | 73 |
| 2.30 | Machine de traction Zwick/Roell 20 KN..... | 80 |
| 2.31 | Essai de traction des fibres végétales..... | 80 |
| 2.32 | (a)Montage de flexion 3 points(b) Schéma de l'éprouvette de flexion..... | 81 |
| 2.33 | Essai de compression..... | 82 |
| 3.1 | Microscope Electronique à balayage type Quanta 250..... | 85 |
| 3.2 | Ecrans associés pour visionnage des images et analyse chimique..... | 85 |
| 3.3 | Image de l'échantillonneur..... | 86 |
| 3.4 | Image MEB des tiges d'Alfa naturel, Mag 800, 1600, 3000 et 6000..... | 87 |
| 3.5 | Analyse à l'EDX de la tige d'Alfa naturel..... | 88 |
| 3.6 | Image MEB des tiges d'Alfa bouilli, Mag 400, 800, 1600, 3000..... | 89 |
| 3.7 | Analyse à l'EDX de la tige d'Alfa bouilli..... | 90 |
| 3.8 | Image MEB des fibres d'Alfa naturel, Mag200, 400, 800 et 1600..... | 92 |
| 3.9 | Analyse à l'EDX de la fibre d'Alfa naturel..... | 93 |
| 3.10 | Image MEB des fibres d'Alfa bouilli, Mag 400, 800, 1600 et 3000..... | 94 |
| 3.11 | Analyse à l'EDX de la fibre d'Alfa bouilli..... | 95 |
| 3.12 | Image MEB des tiges de Diss naturel, Mag 200, 400, 1600 et 3000..... | 97 |
| 3.13 | Analyse à l'EDX de la tige de Diss naturel..... | 98 |
| 3.14 | Image MEB des tiges de Diss bouilli, Mag 200, 400, 800, 3000..... | 99 |

Liste des figures

| | | |
|------|---|-----|
| 3.15 | Analyse à l'EDX de la tige de Diss bouilli..... | 100 |
| 3.16 | Image MEB des fibres de Diss naturel, Mag 400, 800, 1600 et 3000..... | 102 |
| 3.17 | Analyse générale à l'EDX de la fibre de Diss naturel..... | 103 |
| 3.18 | Image MEB des fibres de Diss bouilli, Mag 400, 800, 1600 et 3000..... | 104 |
| 3.19 | Analyse générale à l'EDX de la fibre de Diss bouilli..... | 105 |
| 3.20 | Image MEB des tiges de Palmier naturel, Mag 400, 800, 1600 et 6000..... | 107 |
| 3.21 | Analyse à l'EDX de la tige de Palmier naturel..... | 108 |
| 3.22 | Image MEB des tiges de Palmier bouilli, Mag 400, 1600, 3000 et 6000..... | 109 |
| 3.23 | Analyse à l'EDX de la tige de Palmier bouilli..... | 110 |
| 3.24 | Image MEB des fibres de Palmier naturel, Mag 400, 800,1600 et 3000..... | 112 |
| 3.25 | Analyse à l'EDX de la fibre de Palmier naturel..... | 113 |
| 3.26 | Image MEB des fibres de Palmier bouilli, Mag 800, 1600, 3000 et 6000..... | 114 |
| 3.27 | Analyse à l'EDX de la fibre de Palmier bouilli..... | 115 |
| 4.1 | Traction des différentes fibres..... | 119 |
| 4.2 | Essais d'absorption des différentes fibres..... | 120 |
| 4.3 | Essais d'humidité des différentes fibres..... | 121 |
| 4.4 | Absorption relative par capillarité des composites cimentaires des fibres d'Alfa.. | 122 |
| 4.5 | Absorption relative par capillarité des composites cimentaires des fibres de Diss. | 122 |
| 4.6 | Absorption relative par capillarité des composites cimentaires des fibres de Palmier..... | 123 |
| 4.7 | Résistances à la flexion des composites cimentaires élaborés à la table à choc..... | 124 |
| 4.8 | Essais de flexion des composites cimentaires de fibres normales élaborés à la table à choc..... | 124 |
| 4.9 | Essais de flexion des composites cimentaires de fibres prémouillées élaborés à la table à choc..... | 124 |
| 4.10 | Résistances à la Compression des composites cimentaire élaborés à la table à choc..... | 125 |
| 4.11 | Essais de compression des composites cimentaires de fibres normales élaborés à la table à choc..... | 126 |
| 4.12 | Essais de compression des composites cimentaires de fibres prémouillées élaborés à la table à choc..... | 126 |
| 4.13 | Résistances à la flexion des composites cimentaire élaborés par précompression. | 127 |

Liste des figures

| | | |
|------|--|-----|
| 4.14 | Essais de flexion des composites cimentaires de fibres normales élaborés par précompression..... | 128 |
| 4.15 | Essais de flexion des composites de fibres prémouillées élaborés par précompression..... | 128 |
| 4.16 | Résistances à la compression des composites cimentaires élaborés par précompression..... | 128 |
| 4.17 | Essais de compression des composites cimentaires de fibres normales élaborés par précompression..... | 129 |
| 4.18 | Essais de compression des composites cimentaires de fibres prémouillées élaborés par précompression..... | 129 |
| 4.19 | Résistances à la flexion des composites à matrice argileuse élaborés à la table à choc..... | 130 |
| 4.20 | Essais de flexion des composites argileux de fibres normales élaborés à la table à choc..... | 131 |
| 4.21 | Essais de flexion des composites argileux de fibres prémouillées élaborés à la table à choc..... | 131 |
| 4.22 | Résistances à la Compression des composites à matrice argileuse élaborés à la table à choc..... | 132 |
| 4.23 | Essais de compression des composites argileux de fibres normales élaborés à la table à choc..... | 132 |
| 4.24 | Essais de compression des composites argileux de fibres prémouillées élaborés à la table à choc..... | 133 |
| 4.25 | Résistances à la flexion des composites à matrice argileuse élaborés par précompression..... | 133 |
| 4.26 | Essais de flexion des composites argileux de fibres normales élaborés par précompression..... | 134 |
| 4.27 | Essais de flexion des composites argileux de fibres prémouillées élaborés par précompression..... | 134 |
| 4.28 | Résistances à la compression des composites à matrice argileuse élaborés par précompression..... | 134 |
| 4.29 | Essais de compression des composites argileux de fibres normales élaborés par précompression..... | 135 |

Liste des figures

| | | |
|------|---|-----|
| 4.30 | Essais de compression des composites argileux de fibres prémouillées élaborés par précompression..... | 135 |
| 4.31 | Composites en flexion trois points..... | 136 |
| 4.32 | Composites en Compression..... | 136 |

Liste des tableaux

| | | |
|------|---|----|
| 1.1 | Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre d’amiante [Khenfer et Morlier 2000]..... | 8 |
| 1.2 | Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre d’acier [Khenfer et Morlier 2000] | 9 |
| 1.3 | Caractéristiques de la fibre de polypropylène [Melais 2015]..... | 10 |
| 1.4 | Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de cellulose [Khenfer et Morlier 2000] | 11 |
| 1.5 | Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de verre [Khenfer et Morlier 2000] | 12 |
| 1.6 | Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de carbone [Chaabani 2017] | 12 |
| 1.7 | Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales [Harrache 2015]..... | 25 |
| 1.8 | Composition chimique de la surface des fibres avant et après oxydation (XPS), en % atomique..... | 27 |
| 1.9 | Propriétés des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles [Harrache 2015]..... | 29 |
| 1.10 | Composition chimique et lignocellulosique de fibres de Diss | 37 |
| 1.11 | Domaines d’application des fibres végétales [Harrache 2015]..... | 40 |
| 1.12 | Les principaux avantages et les inconvénients des fibres végétales [Djebbloun 2018] | 43 |
| 2.1 | Sucres solubles des fibres d’Alfa, de Diss et de Palmier Dattier..... | 52 |
| 2.2 | Propriétés physiques de fibres bouillies..... | 52 |
| 2.3 | Composition et phases du clinker [Brahmi 2017]..... | 57 |
| 2.4 | Propriétés physiques et mécaniques du ciment..... | 62 |
| 2.5 | Composition chimique du ciment..... | 63 |
| 2.6 | Composition minéralogique du ciment..... | 64 |
| 2.7 | Classification des phyllosilicates [Abakar 2018]..... | 67 |
| 2.8 | Caractéristiques de façonnage de l’argile marron..... | 71 |
| 2.9 | Caractéristiques de la courbe de Bigot..... | 71 |

| | | |
|------|--|-----|
| 2.10 | Analyse granulométrique (teneurs massiques)..... | 72 |
| 2.11 | Résultats des analyses de l'eau du réseau (station de Chaïba-Wilaya d'Annaba) | 74 |
| 2.12 | Essais de prise..... | 74 |
| 2.13 | Etapes de préparation et de suivi..... | 76 |
| 3.1 | Constituants chimiques de la tige d'Alfa naturel..... | 88 |
| 3.2 | Constituants chimiques de la tige d'Alfa bouilli..... | 90 |
| 3.3 | Constituants chimiques de la fibre d'Alfa naturel..... | 93 |
| 3.4 | Constituants chimiques de la fibre d'Alfa bouilli..... | 95 |
| 3.5 | Constituants chimiques de la tige de Diss naturel..... | 98 |
| 3.6 | Constituants chimiques de la tige de Diss bouilli..... | 100 |
| 3.7 | Constituants chimiques général de la fibre de Diss naturel..... | 103 |
| 3.8 | Constituants chimiques de la fibre de Diss bouilli..... | 105 |
| 3.9 | Constituants chimiques de la tige de Palmier naturel..... | 108 |
| 3.10 | Constituants chimiques de la tige de Palmier bouilli..... | 110 |
| 3.11 | Analyse à l'EDX de la fibre de Palmier naturel..... | 113 |
| 3.12 | Analyse à l'EDX de la fibre de Palmier bouilli..... | 115 |
| 4.1 | Caractéristiques mécaniques des différentes fibres végétales en traction directe..... | 119 |

Introduction générale

Dans un but écologique et afin de limiter l'utilisation des ressources fossiles, il est nécessaire d'améliorer les procédés de recyclage et d'encourager l'utilisation de matériaux issus des ressources naturelles recyclables qui existent en abondance sur terre. Dans ce sens, de nombreuses normes environnementales ont vu le jour afin de préserver les ressources de notre planète. Ces normes ont eu beaucoup d'impacts sur l'industrie qui a mis au point de nouveaux matériaux composites à base de fibres naturelles entre autre.

Les fibres naturelles sont une nouvelle tendance de renforts et de suppléments, et utilisées pour remplacer les matériaux synthétiques et ses produits connexes. Le développement des composites renforcés de fibres naturelles a été l'une des réalisations remarquables dans le domaine de la science des matériaux au cours du siècle dernier.

La croissance dans le secteur des matériaux composites est actuellement en pleine expansion, ils répondent aux exigences d'un marché de plus en plus demandeur. Les matériaux composites sont constitués de plusieurs éléments hétérogènes. Les propriétés des matériaux ainsi obtenus sont accrues grâce à la complémentarité des constituants utilisés. Leurs hautes performances mécaniques et leurs potentiels illimités, ouvrent un grand éventail de champs d'utilisation. Les matériaux composites se développent aujourd'hui dans tous les domaines et utilisés même dans les technologies avancées.

Un matériau composite est constitué de différents éléments, principalement de fibres noyées dans une matrice. Les fibres utilisées ont le rôle d'assurer le renfort quant à la matrice, elle assure la cohésion entre les fibres de manière à répartir les sollicitations mécaniques et le transfert des efforts aux fibres. L'arrangement des fibres, leur orientation, leur longueur définissent les propriétés mécaniques de la structure.

Le renforcement des matériaux de construction à savoir : béton, mortier, ciment et argile, par des fibres naturelles, a montré ses preuves pour améliorer leurs performances mécaniques, notamment leurs résistances à la traction, à la fissuration et la ductilité.

L'introduction des fibres naturelles telles que le chanvre, le lin, le jute, le sisal, le bambou ou encore l'Alfa, le Diss et le Palmier dans l'industrie des composites, présente des propriétés spécifiques intéressantes. De nombreuses recherches ont mis en valeur les avantages de ces matériaux. Des études plus poussées doivent être réalisées dans le but de repousser leurs limites intrinsèques et ouvrir des champs d'utilisation plus larges de ces matériaux. Malgré le développement des composites à fibres naturelles, de nombreuses difficultés doivent être surmontées:

- La nature hydrophile des fibres végétales et le caractère hydrophobe des matrices posent un problème d'incompatibilité. Sachant que l'interface est essentielle pour le transfert des charges entre le renfort et la matrice. Des recherches qui ont été menées dans les domaines des matériaux composites à base de fibres végétales, qui se sont penchées sur l'amélioration du rapport de l'interface fibre/matrice. En effet, les propriétés rhéologiques et mécaniques des composites dépendent des propriétés de l'interface, un contact inadéquat pourrait avoir des conséquences néfastes sur les performances du matériau composite. Pour modifier et contrôler cette interface, il est possible d'agir soit sur la matrice, soit sur les fibres, au moyen de traitements physiques ou chimiques.
- L'autre contrainte provient de la grande diversité et la variabilité des fibres naturelles dont les propriétés varient considérablement dans la même espèce et d'une espèce à l'autre. Le développement de leurs caractéristiques physico-mécaniques ouvre la voie à des études plus poussées.

Parmi la grande diversité de fibres végétales qui existe dans notre pays, nous nous sommes intéressés aux fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier.

L'Alfa « *Stipa Tenacissima L.*, famille des Poacées » est une plante, herbacée, vivace monocotylédone. Cette fibre pousse harmonieusement dans le climat aride des plateaux des steppes de la méditerranée occidentale : Sud Est de l'Espagne, au Maroc oriental, en Algérie, en Tunisie et en Libye [Rhim et col 2017]. Traditionnellement, l'utilisation de cette fibre est très répandue dans le secteur de l'artisanat.

Le Diss « *Ampelodesmos mauritanicus*, famille des Poacées » est une grande graminée abondante en Afrique du Nord, les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. En France, elle est répandue dans les départements des Alpes-Maritimes, du Var, de la Corse-du-Sud et de l'Hérault. Cette fibre est utilisée depuis l'antiquité dans des domaines divers et en particulier dans la réalisation d'habitations pour ses qualités mécaniques et hydriques.

Le Palmier Dattier « *Phoenix dactylifera L.*, famille des Arécacées ». En dehors de ses fruits délicieux qu'il nous procure, le Palmier produit également des déchets qui ne sont pratiquement pas exploités. Il est connu et cultivé depuis la plus haute Antiquité. Le Palmier Dattier est répandu dans toutes les zones chaudes d'Afrique du Nord, le Sahara, depuis l'Atlantique jusqu'à la mer Rouge, ainsi qu'au Moyen-Orient et vers l'est jusqu'à l'Indus. Dans les zones semi arides, il peut être cultivé sous d'autres climats mais ne fructifie pas ou donne des fruits médiocres. Il a été introduit dans les cinq continents, en particulier en Amérique à partir du XVIème siècle et

en Australie au XIX^{ème} siècle. Il est l'objet de cultures commerciales en Afrique du Nord (Algérie), au Moyen-Orient et aux États-Unis (Californie, Arizona) [Amroune 2016]. Traditionnellement les différentes parties du Palmier Dattier étaient utilisées dans différents domaines domestiques et artisanaux.

Beaucoup d'aspects n'ont pas été pris en compte lors des études de valorisation technologique concernant ces fibres végétales en particulier dans le domaine des composites à matrices cimentaires et argileuses. D'après les recherches effectuées par Merzoud (2008), l'introduction des fibres de Diss à l'état naturel dans les matrices cimentaires pose un problème de compatibilité. En effet, la présence de sucres et d'autres constituants hydrosolubles contenus dans les fibres de Diss, provoquent une mauvaise interface entre les fibres et la matrice cimentaire. Ces contraintes ont pu être maîtrisées grâce à un traitement thermique qui permet l'élimination des composés organiques hydrosolubles. L'utilisation de cette technique, a permis une nette amélioration des résistances à la compression et à la flexion des matériaux composites.

L'objectif principal de notre travail est de caractériser des composites cimentaire et argileux à base de fibres naturelles locales d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier, avec différentes dimensions, et différents modes de mise en œuvre, en utilisant lors de la préparation la table à choc ou la précompression, et leurs utilisations dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques de ces composites. Nous avons aussi utilisé des fibres bouillies sèches et des fibres bouillies prémouillées.

Afin de répondre aux questions précédentes, notre thèse est organisée comme suit:

Le premier chapitre : concerne la recherche bibliographique sur les composites élaborés à l'aide des différents types de fibres et la connaissance des différentes fibres naturelles ou autres utilisées dans les matériaux de construction.

Le deuxième chapitre : Permet d'identifier les matières premières (ciment, argile et les différentes fibres végétales utilisées, à savoir Alfa, Diss et Palmier Dattier) dans la fabrication des composites avec différentes dimensions des fibres variant de 2 à 8 cm. Plusieurs formulations sont présentées, et tous les éléments constitutifs de chaque composition afin de fabriquer des éprouvettes à utiliser dans le programme expérimental. Nous avons également montré dans ce présent chapitre les différentes méthodes expérimentales et d'élaboration de ces composites.

Introduction générale

Le troisième chapitre consiste à représenter et discuter l'ensemble des images au microscope électronique à balayage des différentes fibres utilisées dans notre recherche, ainsi que leur analyse chimique détaillée.

Le quatrième chapitre a été consacré aux résultats expérimentaux des caractéristiques mécaniques (flexion et compression) des composites ainsi obtenus.

L'étude se termine par une conclusion générale et rappelle les résultats les plus importants obtenus pour les différentes formulations utilisées dans notre recherche.

**Chapitre 1 :
Etude Bibliographique**

1.1 Généralités sur les composites

Durant ces dernières années, le secteur du bâtiment a été marqué par une prise de conscience concernant la nécessité de limiter les impacts des matériaux utilisés sur l'environnement. Pour atteindre cet objectif, il faudrait tenir compte du développement durable dans le choix des matériaux. Dans ce contexte, les matériaux de construction, dont le renfort est constitué de fibres végétales, font actuellement l'objet d'un intérêt croissant dont la principale motivation est le gain de poids, allié à des caractéristiques mécaniques élevées. De par leur capacité à se substituer aux fibres synthétiques, les fibres végétales sont biodégradables, renouvelables et présentent des caractéristiques mécaniques spécifiques très intéressantes ([Merzoud 2008], [Sellami 2013, 2015], [Nozahic 2012]). De par leur intérêt sur le plan développement durable, ces fibres sont susceptibles d'apporter des avantages supplémentaires tels que l'augmentation des résistances en traction, la limitation de la fissuration et enfin l'amélioration de la ductilité des matériaux. Dans cet objectif, des matériaux composites à base de déchets lignocellulosiques ont fait l'objet de plusieurs travaux de recherche.

Un matériau composite est un matériau hétérogène, constitué d'au moins deux matériaux non miscibles. Les composites sont souvent constitués d'une matrice dans laquelle nous disposons de façon contrôlée ou non des renforts (fibres). La matrice maintient les renforts et assure les transferts de charge, tandis que les renforts contribuent principalement par leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limites d'élasticité, résistances mécaniques...). Cette association a pour but d'obtenir un matériau dont les propriétés spécifiques sont supérieures à celles des composants pris séparément. Le concept de matériau composite, par le choix des constituants et de leurs proportions respectives, ainsi que par le choix de la forme, des dimensions et de la disposition des renforts, permet donc de concevoir un matériau présentant les caractéristiques spécifiques souhaitées ([Fertikh 2011], [Boudjema 2016]).

L'importante diversité de renfort et de matrice permet d'obtenir des matériaux composites en fonction des besoins d'utilisation. Les différents avantages de ces composites est l'amélioration des propriétés physico-mécaniques qu'ils apportent, leur assurent un intérêt de plus en plus grand dans le secteur industriel et du génie civil [Lepetit 2017].

1.1.1 Les renforts

Souvent utilisés sous forme de fibres dans les matériaux composites, les renforts sont sollicités sous différentes actions pour conférer des propriétés mécaniques spécifiques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc...) et une nette amélioration des caractéristiques physiques

telles que les comportements au feu, à l'abrasion et la faible conductibilité thermique, faible masse volumique et une facilité de mise en œuvre à un faible coût [Boudjema 2016].

En fonction des utilisations, les renforts peuvent être d'origines diverses : végétale, minérale, artificielle, synthétique, etc....

1.1.1.1 Fibres minérales

Issues des ressources minières tel que : amiante, aluminium, fer, etc..., elles sont utilisées depuis des décennies dans plusieurs applications traditionnelles : l'industrie civile, militaire, et dans le domaine de la construction, elles sont destinées pour l'isolation et l'ignifugeage [Sellami 2015].

1.1.1.1.1 Fibres d'amiante

Les fibres d'amiante étaient utilisées depuis longtemps en tant que renforcement des matrices cimentaires. Ces microfibrilles ont attiré l'attention des industriels pour leur résistance à la chaleur, au feu, aux agressions électriques et chimiques et pour leur pouvoir absorbant [Taallah 2014]. Elles ont l'avantage d'être inattaquables par les ciments, elles possèdent une bonne résistance à la traction et un module d'élasticité élevé.

Ces fibres étaient utilisées dans différents éléments et en particulier : voiles, tuyaux, panneaux, matériaux d'isolation thermique et protection contre le feu, tuyaux d'égout, plaques de toitures plates et ondulées, revêtements de mur [Makhlouf 2010].

Depuis les années 1990, les chercheurs ont tiré la sonnette d'alarme sur l'utilisation de ces fibres à cause des dangers que cela représente sur la santé publique. Leur utilisation a été limitée puis interdite. Le tableau suivant donne un aperçu sur les principales caractéristiques mécaniques et physiques :

Tableau 1.1 : Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre d'amiante [Khenfer et Morlier 2000].

| Fibre | Diamètre (µm) | Longueur (mm) | Densité (g/cm ³) | Résistance à la traction (MPa) | Module d'Young (GPa) | Allongement (%) |
|---------|---------------|---------------|------------------------------|--------------------------------|----------------------|-----------------|
| Amiante | 0.02-20 | 20-80 | 2.5-3.4 | 300 | 160 | 2-3 |

1.1.1.1.2 Fibres métalliques

Il s'agit entre autres des fibres d'acier et de fonte amorphe, qui font l'objet de recherches très avancées dans le monde. Les fibres d'acier sont sans doute les plus utilisées dans le domaine du génie civil. Les propriétés mécaniques du béton renforcé par ces fibres sont influencées par l'adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice. Ce qui a poussé les chercheurs à approfondir leurs études sur le paramètre de rugosité de ces fibres dans le but d'améliorer l'adhérence fibres/matrice. Il existe une grande variété de fibres métalliques qui se caractérisent suivant leur diamètre, leur section (ronde, carrée, rectangulaire), leur longueur et leur mode d'opération [Guermi 2013]. Les fibres métalliques ont pour rôles d'absorber et dissiper l'énergie, réduire l'initiation et la propagation des fissures, augmenter la durabilité du béton soumis à l'abrasion et ralentir la dégradation [Setti et col 2012]. Leurs principales caractéristiques mécaniques et physiques sont les suivantes :

Tableau 1.2 : Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre d'acier [Khenfer et Morlier 2000].

| Fibre | Diamètre (µm) | Longueur (mm) | Densité (g/cm³) | Résistance à la traction (MPa) | Module d'Young (GPa) | Allongement (%) |
|--------------|----------------------|----------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------|------------------------|
| Acier | 5-500 | 20-80 | 7.8 | 1000-3000 | 200 | 3-4 |

1.1.1.2 Fibres synthétiques

Les fibres synthétiques proviennent des polymères organiques et sont le résultat de recherches et des développements de l'industrie pétrochimique. Les fibres reconnues comme les plus résistantes sont : les polyoléfines, les polypropylènes, les polyéthylènes, le nylon et le carbone. Les fibres synthétiques sont incorporées dans les matrices cimentaires sans aucune interaction chimique ni dégradation due à la corrosion. De plus, l'allongement à la rupture des fibres synthétiques, qui est de 15 à 20 %, favorise la ductilité du béton. Les fibres synthétiques sont peu résistantes au feu. Elles perdent leurs propriétés recherchées à haute température [[Guermi 2013]. Elles suscitent l'intérêt de beaucoup d'industriels pour leur faible coût, leur disponibilité et surtout la possibilité d'adapter et de modifier leurs propriétés en fonction de leur utilisation [Taallah 2014].

1.1.1.2.1 Fibres de polypropylènes

Le polypropylène est un polymère cristallisable de la famille des polyoléfines, industrialisé depuis le début des années 50. Il a connu un engouement dans ce domaine pour les avantages suivants : bonne résistance à la traction qui peut atteindre 800 MPa, déformabilité élevée, imputrescibilité [Benali 2010] et bonne résistance chimique. Il est moins sensible à l'eau que d'autres polymères grâce à son caractère hydrophobe [Ben Jmeaa 2019].

L'utilisation de fibres de polypropylène dans les mortiers et les bétons remonte à 1960. Des réalisations intéressantes utilisant cette technique sont apparues en Grande Bretagne depuis 1967. Dans le domaine du bâtiment, ces fibres sont utilisées pour l'élaboration de panneaux décoratifs, ainsi que l'élaboration de revêtement de façades dans plusieurs constructions et aussi dans la réalisation des canalisations et des pieux [Benali 2010].

Le polypropylène est favorisé dans les applications industrielles en raison de sa faible densité, son excellente aptitude à l'usinage, ses propriétés mécaniques, sa faible conductivité électrique, sa bonne stabilité dimensionnelle et sa résistance aux chocs [Ben Jmeaa 2019].

Il a été constaté que le polypropylène est sensible aux ultra-violets. Son exposition prolongée au rayonnement solaire provoque une oxydation mais, noyé dans la matrice, les fibres de polypropylène sont protégées de ce phénomène [Benali 2010]. Leurs principales caractéristiques sont les suivantes :

Tableau 1.3 : Caractéristiques de la fibre de polypropylène [Melais 2015].

| Fibre | Masse volumique (g/cm ³) | Longueur (mm) | Point de fusion (°C) | Allongement à la rupture (%) | Section de la fibre (µm) | Module d'élasticité (GPa) |
|---------------|--------------------------------------|---------------|----------------------|------------------------------|--------------------------|---------------------------|
| Polypropylène | 0.9 | 12 | 150 | 50 | 30 | 3 |

1.1.1.2.2 Fibres de cellulose

Les fibres de cellulose existent en abondance dans la nature et proviennent essentiellement du bois de conifères [Henry et Fernández 2017]. Ces polymères naturels possèdent une excellente rigidité et une bonne isolation thermique et acoustique. Selon l'origine, les fibres de cellulose ont un diamètre allant de 15 à 30 µm [Bourahli 2014].

Introduites dans les composites, elles contribuent à une amélioration remarquable de la résistance mécanique en agissant sur le freinage des fissures [Sellami 2015].

Les fibres de cellulose sont abondantes, renouvelables, non toxiques, non irritables et non corrosives pour les équipements [Lepetit 2017]. Elles améliorent les caractéristiques des panneaux de revêtement, renforcement des matrices organiques et aussi des matrices cimentaires. Ces dernières sont destinées à la fabrication des plaques minces, des pipes, et d'autres types d'éléments [Sellami 2015]. Leurs principales caractéristiques mécaniques et physiques sont les suivantes :

Tableau 1.4 : Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de cellulose [Khenfer et Morlier 2000].

| Fibre | Diamètre (μm) | Longueur (mm) | Densité (g/cm^3) | Résistance à la traction (MPa) | Module d'Young (GPa) | Allongement (%) |
|--------------|--|--------------------------|--|---|-------------------------------------|----------------------------|
| Cellulose | 14-45 | 1 à 3 | 1.50 | 150-500 | 20-40 | 8-12 |

1.1.1.3 Fibres artificielles

Les fibres artificielles sont les plus utilisées dans le domaine industriel en général et dans le domaine de génie civil en particulier. Parmi les fibres artificielles les plus répandues dans les industries, on distingue : fibres de verre, fibres de carbone et fibres d'acier, etc... [Makhlouf 2010]. Elles sont aujourd'hui très utilisées dans le domaine aérospatial, l'industrie navale, aéronautique, automobile et l'industrie de la construction et des travaux publics, etc...[Sellami 2015].

1.1.1.3.1 Fibres de verre

Les caractéristiques et les avantages des fibres de verre leur offre un grand éventail dans différents domaines d'application industrielles. Elles présentent des propriétés utiles telles que la dureté, la résistance à l'attaque chimique et la stabilité. Ainsi, elles possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques telles que la résistance, la flexibilité et la rigidité [Nouri et col 2017]. Les fibres de verre sont utilisées dans différents secteurs : le renforcement, l'isolation et l'optique [Chaabani 2017]. Leurs principales caractéristiques mécaniques et physiques sont les suivantes :

Tableau 1.5 : Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de verre [Khenfer et Morlier 2000].

| Fibre | Diamètre (µm) | Longueur (mm) | Densité (g/cm³) | Résistance à la traction (MPa) | Module d'Young (GPa) | Allongement (%) |
|--------------|----------------------|----------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------|------------------------|
| Verre | 5-20 | 40-70 | 2.6 | 150-300 | 80 | 2-3.5 |

1.1.1.3.2 Fibres de carbone

Un intérêt particulier est accordé à l'utilisation des fibres de carbone dans pratiquement tous les domaines. En effet, leurs différentes caractéristiques qui les distinguent des autres renforts sont : résistance à la fatigue, résistance thermique, résistance mécanique, conductivité électrique, etc... Les propriétés de légèreté et de rigidité des fibres de carbone, les démarquent des autres matériaux, étendent leur utilisation dans différents domaines de plus en plus indispensables [Chaabani 2017]. Leurs principales caractéristiques mécaniques et physiques sont les suivantes :

Tableau 1.6 : Caractéristiques mécaniques et physiques de la fibre de carbone [Chaabani 2017].

| Fibre | Diamètre (µm) | Densité (g/cm³) | Résistance à la traction (MPa) | Module d'Young (GPa) |
|--------------|----------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------|
| Carbone | 5-7 | 1.8 | 2410-5790 | 230-825 |

1.1.1.4 Fibres végétales

Les exigences actuelles du développement durable ont fait que la science et la technologie s'intéressent particulièrement à promouvoir la production de matériaux écologiques, respectueux de l'environnement mais qui doivent présenter des caractéristiques équivalentes et même parfois supérieures aux matériaux traditionnels. Ceci se manifeste dans différents secteurs en particulier dans le domaine de la construction (bâtiments à haute performance énergétique et bâtiments à basse consommation) [Hajj 2018].

Parmi ces matériaux écologiques, les fibres végétales provenant du secteur forestier ou agricole sont considérées aujourd'hui comme une alternative intéressante aux fibres classiques (amiante, verre, carbone et aramide). L'intérêt des fibres végétales continue d'augmenter en raison de

leurs avantages : faible densité, renouvelables, faible coût, propriétés mécaniques élevées (résistance à la traction). De plus, la disponibilité des plantes à fibres dans les pays sous-développés permet de produire les fibres végétales avec peu de technologie et une faible quantité d'énergie. Les fibres végétales ont une structure poreuse, ce qui conduit à une bonne isolation thermique et acoustique [Elouaer 2011]. D'autre part, en raison de leur flexibilité, la manipulation des fibres végétales est très facile notamment si le pourcentage de fibres mélangé à la matrice est élevé contrairement aux autres types de fibres à l'exemple des fibres en acier. [Aboutair 2019].

Ces fibres végétales sont apparues sur le marché du Génie Civil il y a longtemps. Avant, on les utilisait comme isolant thermique et acoustique. Progressivement, on les a introduites dans les bétons fibrés pour améliorer leur résistance à la fissuration due au retrait plastique et pour améliorer leurs caractéristiques mécaniques [Guermi 2013].

Ces renforts végétaux sont issus de la biomasse, elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d'une plante. Elles sont principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines et de pectines. L'intérêt croissant pour ces fibres est dû à leurs avantages inégalés : leur faible densité, leur pouvoir d'isolant thermique, leurs propriétés mécaniques, et notamment pour leur biodégradabilité et autres atouts écologiques [Dallel 2012]. En effet, les problèmes souvent rencontrés dans l'élaboration des matériaux composites cimentaires à base de fibres naturelles, sont essentiellement liés à la faible réactivité de ces derniers au ciment. La présence de composés hydrosolubles dans la matière lignocellulosique, exerce un effet d'inhibition sur la réaction d'hydratation du ciment. Ces effets inhibiteurs sont généralement attribués aux sucres, aux hémicelluloses, aux tanins, aux lignines et autres composés phénoliques contenus dans les composés hydrosolubles [Merzoud 2008]. Pour pallier ce phénomène, des traitements physiques d'imprégnation ou de revêtement de surface des fibres ont été étudiés [Merzoud et col 2008].

Merzoud et col 2008 ont montré que la résistance mécanique des matériaux composites cimentaires à base de Diss naturel est très faible. Ce phénomène est dû aux échanges intervenant à l'interface matrice-fibres et aux réactions d'hydrolyse et de solubilisation de certains composés tels que les sucres, les hémicelluloses et les pectines provoqués par un milieu fortement alcalin développé par l'hydratation du ciment. La présence de ces fractions solubles a également été confirmée par des tests d'adsorption de fibres de Diss en phase vapeur. Au cours de ces tests, des moisissures sont apparues sur les fibres de Diss non bouillies à la fin du onzième jour, alors qu'aucun développement n'a été noté dans les fibres de Diss bouillies pendant toute la période

d'essai. On peut noter que les fractions hydrosolubles sont à l'origine d'une faible adhérence des matériaux.

1.1.1.4.1 Fibres de jute

Le jute est un matériau assez intéressant pour la qualité de ses fibres. Cet arbuste de 2 à 4 m de haut, présent des tiges rigides et fibreuses de 2 cm de diamètre environ, et ramifiée dans la partie supérieure. Les feuilles, longuement pétiolées, à limbe triangulaire font 10 à 15 cm de long sur 5 cm de large [Djebloun 2018]. Il en existe environ 100 espèces. Les principaux producteurs de jute sont l'Inde, le Bangladesh et la Chine, dont les climats sont favorables et donnent les conditions optimales pour la croissance de la plante de jute.

Des laboratoires du monde entier se sont penchés sur les caractéristiques de ces fibres comme la stabilité thermique, la cristallinité, la durabilité, l'orientation des fibres, le frottement à l'usure. Ces atouts font que ce végétal soit l'agro-fibre la plus couramment utilisée. Les composites à matrice thermoplastique renforcée par des fibres de jute ont été utilisés dans l'industrie pour fabriquer les portes en panneaux composites, etc... [Djebloun 2018].

Menadi et col 2013 ont étudié la faisabilité des composites cimentaires à base de fibres de jute issues des sacs des toiles de jute. Une étude de la compatibilité entre le liant ciment et cette fibre a montré que l'ajout de fibres de jute ne retarde que faiblement la prise du ciment pour des taux de substitution massique de sable ne dépassant pas 2%. Les essais mécaniques de ces composites montrent une baisse de résistance à la compression et à la flexion de 61% et de 48% respectivement, à 28 jours pour des pourcentages de fibres de 2% comparé au mortier de référence.

Les composites de fibres naturelles ont des propriétés uniques par rapport aux composites traditionnels de fibres. L'objectif principal de l'étude effectuée par Singh et col (2021) est l'utilisation des fibres de jute et de coco comme matériau de renforcement pour la fabrication de composites naturels. Pour caractériser les composites et développer une meilleure compréhension de ces composites, où les propriétés physiques et mécaniques de ces composites sont évaluées pour trouver la dureté, les propriétés de flexion et de traction du composite à matrice polymère renforcée de jute/coco de coco. Ils ont trouvé que le composite avec la composition de 85 % de jute et de 15 % de noix de coco fournit une résistance à la traction plus élevée en raison du pourcentage en poids plus élevé de la fibre de jute. Le composite avec une composition de 50 % de jute et 50 % de fibre de coco se comporte comme semi-fragile et ductile. Par conséquent, à partir de cette étude, ils ont ainsi conclu que les spécimens composites

fabriqués de mélange jute-noix de coco sont fondamentalement plus durables que les spécimens de coco purs.

1.1.1.4.2 Fibres de chanvre

Le chanvre est une plante annuelle de la famille des Cannabis, qui pousse dans les climats tempérés. Les principaux producteurs de chanvre sont la France et l'Italie. Cette plante présente des fibres externes longues et étroites, et des fibres internes ligneuses. Les fibres de chanvre sont très recherchées comme renfort dans les composites à matrice thermoplastique grâce à leur grande rigidité et leur intérêt économique. Elles sont appliquées dans les structures spécifiques, les pièces automobiles et les matériaux de construction, etc... [Djebbloun 2018].

1.1.1.4.3 Fibres de sisal

Les fibres de sisal sont extraites de l'Agave originaire de l'est du Mexique et introduites dans différentes régions du monde. Cette plante est caractérisée par une rosette à grandes feuilles de section triangulaire allant jusqu'à 2 m de long. Ces feuilles assez rigides, sont composées de 4% de fibres, 0,75% de cuticule, 8% de matière sèche et 87,25% d'eau. Une feuille contient 1000 à 1200 paquets de fibres et une plante produit environ 200 à 250 feuilles avant la floraison. Les principaux domaines d'utilisation de ces fibres sont la fabrication de cordage, fabrication de tissus grossiers et de tapis, produits artisanaux, revêtement mural, fabrication de bourrellerie, de tissus de polissage, de filtres, de géotextiles, des matériaux pour l'industrie automobile et pour le renforcement des matériaux composites et bien plus ([Betene Ebanda 2012], [Djebbloun 2018]).

Pour améliorer la durabilité du béton armé, des granulats de béton recyclé sont envisagés avec des fibres naturelles telles que la fibre de sisal comme renforcement à la place des fibres synthétiques. Étant donné que les fibres naturelles sont connues pour subir une détérioration potentielle par la matrice cimentaire alcaline, en particulier dans un environnement érosif extérieur, elles doivent être traitées pour améliorer leur durabilité. Wei et Meyer (2014) ont procédé au traitement des fibres de sisal par un traitement thermique et Na_2CO_3 et ils ont trouvé que le traitement thermique et le traitement de surface au Na_2CO_3 améliorent la durabilité du composite de 36.5% et 46.2 % la résistance à la traction et de 31.1 % et de 45.4 % la résistance à la compression, respectivement. Les mécanismes de ces deux modes de traitement ont également été analysés. Le traitement thermique a permis d'améliorer la cristallisation de la cellulose, ce qui a assuré la résistance initiale et a amélioré la durabilité de la fibre de sisal. Une

couche constituée de sédiments de carbonate de calcium, protège les composants internes de la fibre de la forte solution alcaline formée lors du processus d'hydratation du ciment.

1.1.1.4.4 Fibres de lin

Le lin se présente sous l'aspect d'une tige unique pouvant atteindre une hauteur de 1 m pour un diamètre au collet de l'ordre de 2 mm. Sur cette tige se répartissent 80 à 100 feuilles simples. La fibre de lin existant dans toutes les régions tempérées était utilisée dans les anciennes civilisations, elle est trouvée dans la grotte de Géorgie, les pays de l'Asie centrale et l'Egypte. La fibre de lin est utilisée comme renfort dans les composites à matrice thermoplastiques pour les structures internes dans l'industrie automobile [Djebloun 2018].

1.1.1.4.5 Fibres de ramie

La Ramie ou *Boehmeria nivea* (nom scientifique) originaire d'Asie de l'Est, la ramie est produite principalement en Chine, le Japon et l'Amérique. Les feuilles se présentent sous forme de cœur, est une plante vivace herbacée atteignant une hauteur de 1 m à 2,5 m, et une longueur d'environ 7 à 15 cm sur 6 à 12 cm de largeur. Cette plante se caractérise par une couleur blanche sur la face inférieure avec des petits poils denses. En moyenne ses fibres mesurent 40 à 250 mm de longueur, pour un diamètre d'environ 45 μm . Les fibres de ramie sont utilisées comme renforts dans les matrices polyester, époxy et PP. La longueur et le pourcentage des fibres dans une matrice conditionnent la résistance à la traction et à la compression. L'utilisation de ces fibres comme renforts dans les composites présente quelques inconvénients en particulier une faible résistance à l'impact et allongement à la rupture [Djebloun 2018].

1.1.1.4.6 Fibres de coton

Le cotonnier appartient à la famille des Malvacées est un arbuste de 80 centimètres à 200 centimètres de hauteur originaire de Chine, d'Inde et des États-Unis. Suivant les variétés des cotonniers, les feuilles peuvent avoir des formes et des dimensions différentes ainsi que la longueur des fibres qui se situe généralement entre 22 et 40 mm.

Ces fibres sont connues depuis l'antiquité pour leurs bonnes caractéristiques physiques et mécaniques, elles sont utilisées dans différents secteurs de la vie courante ([Abakar 2018], [Bagayoko 2013], [Al-Mohamadawi 2016], [Sellami 2015]).

1.1.2 Les matrices

La matrice constituant le matériau composite est généralement une résine polymère. Il existe une diversité de résines polymères destinées à des domaines d'utilisation divers. Le rôle essentiel des matrices est de transférer les contraintes apportées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et donnent la forme du matériau. Elles doivent être en outre assez déformables et présenter une certaine compatibilité avec le renfort pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques assez élevées [Mahmoud 2005]. En fonction des besoins spécifiques de l'industrie, les matrices utilisées sont principalement : les matrices thermodurcissables, les matrices thermoplastiques, les matrices thermostables et les matrices métalliques et céramiques.

1.1.2.1 Matrices thermodurcissables

Ces matrices thermodurcissables se présentent sous forme d'une résine initialement à l'état liquide visqueux, composée de molécules longues et indépendantes qui établissent des liaisons et durcissent grâce à des réactions déclenchées le plus souvent par l'action conjointe d'un durcisseur. Il se forme ainsi une structure solide tridimensionnelle.

Parmi les résines thermodurcissables, on peut citer les polyesters insaturées, les résines de condensation (phénoliques, aminoplastes, furaniques) et les résines époxy.

Les matrices thermodurcissables renforcées de fibres ont des propriétés mécaniques élevées, de bonnes propriétés thermomécaniques, et une forte adhésion avec les fibres (de carbone, de verre...). Ces composites sont les plus utilisés dans l'industrie aéronautique [Djebbloun 2018].

1.1.2.2 Matrices thermoplastiques

Le motif de base des matrices thermoplastiques est composé de monomères linéaires ou légèrement ramifiés. Le thermoplastique se ramollit sous l'effet de la chaleur, des mouvements à longue portée dans les chaînes moléculaires apparaissent alors, donnant un certain degré de ramollissement. Un refroidissement est nécessaire pour la solidification du thermoplastique en lui donnant la forme désirée. Ce processus peut être répété indéfiniment car, contrairement aux résines thermodurcissables, la température permet la modification de l'agencement intermoléculaire. Quasiment aucune modification chimique ne vient altérer les thermoplastiques. Cette aptitude confère aux déchets thermoplastiques des propriétés de recyclage très intéressantes [Krim 2009].

1.1.2.3 Matrices thermostables

Les matrices à base de résines thermostables se distinguent par leurs performances thermiques qui conservent leurs propriétés mécaniques à des températures pouvant aller jusqu'à 300°C.

Les matrices à base de résines thermostables sont développées surtout dans les domaines de l'aéronautique et de l'aérospatial. Parmi les résines thermostables on trouve les résines bismaléimides et les résines polyamides qui sont les plus utilisées [Houideg 2012].

Parmi les avantages de ces matrices, nous retiendrons:

- Une bonne performance mécanique.
- Une très bonne tenue en température jusqu'à 300°.
- Un bon comportement à froid inférieur à -200°C.
- Une bonne résistance chimique aux solvants organiques.
- Une bonne résistance à la fatigue.

1.1.2.4 Matrices en céramique

Les matrices céramiques possèdent de nombreux atouts : elles peuvent résister à des températures très élevées, et présentent une bonne stabilité chimique. Elles sont utilisées dans l'industrie aérospatiale et l'industrie aéronautique et militaire [Mahmoud 2005].

1.1.2.5 Matrices métalliques

Alliages d'aluminium, titane et magnésium. Elles offrent une résistance mécanique élevée et possèdent pour certains un bon comportement à hautes températures. Ces matériaux qui combinent la dureté des métaux et la rigidité de la céramique et sont utilisées dans l'aéronautique pour la réalisation des pièces des réacteurs et autres ([Mahmoud 2005], [Malha 2013]).

1.1.3 Classification des matériaux composites

Plusieurs facteurs peuvent influencer les propriétés mécaniques des matériaux composites, à savoir :

- la nature, la texture et la forme du renfort;
- la quantité utilisée en renfort dans la matrice;
- l'interface matrice/renfort;
- le procédé de mise en œuvre des matrices.

Une infinité de combinaisons possibles matrice/charge permettrait d'obtenir des matériaux composites spécifiques à des utilisations définies.

Les composites peuvent être classés selon la forme ou la nature des composants [Souakir 2014]:

1.1.3.1 Classification suivant la forme des constituants

Les matériaux composites sont classés en deux catégories, en fonction de la forme de leurs constituants: les matériaux composites à fibres et les matériaux composites à particules.

1.1.3.1.1 Composites à fibres

Les renforts sous forme de fibres se présentent soit sous forme continue, soit sous forme discontinue : fibres coupées, fibres courtes, etc. L'arrangement et l'orientation des fibres permettent de moduler les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan.

Le comportement mécanique et physique des constituants peuvent être modifiés et modulés à volonté suivant : la nature des constituants, la proportion des constituants et l'orientation des fibres, suivant des utilisations spécifiques de ces matériaux [Baley et col 2012].

1.1.3.1.2 Composites à particules

Les renforts sous forme de particules sont sollicités pour améliorer les caractéristiques des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc... Ces particules sont souvent utilisées comme charges dans le but de réduire les coûts de production du matériau en améliorant leurs caractéristiques. Le choix de l'association matrice-particules répond à des besoins spécifiques dans différents domaines utilisant ce genre de matériaux. Cette technique trouve un intérêt croissant dans l'industrie dont le développement s'accroît de plus en plus [Baley et col].

1.1.3.2 Classification suivant la nature des constituants ou composants

Selon la nature de la matrice, nous distinguons les composites à matrices organiques (thermoplastiques et thermodurcissables), et les composites à matrice métallique ou minérale. Divers renforts sont associés à ces matrices dans le domaine industriel. D'autres associations font l'objet de développement dans les laboratoires de recherche.

Le renforcement des matrices thermoplastiques par des fibres leur confère de meilleures résistances mécaniques, une bonne stabilité dimensionnelle, ainsi qu'un accroissement de la tenue en température [Souakir 2014].

1.1.4 Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites

Le renforcement des matériaux composites par des fibres végétales est conditionné par les paramètres suivants : Influence de la nature et dosage des constituants, la dispersion et l'orientation de la fibre, interface fibre/matrice et influence de la morphologie.

1.1.4.1 Influence de la nature et dosage des constituants

Il est essentiel de rechercher le dosage idéal des renforts dans une matrice suivant leur nature, dimension, etc..., dans le but d'améliorer sa rigidité. Une trop grande quantité de renforts diminue l'adhésion ce qui conduit à une baisse de performances. D'après la littérature, il est assez peu fréquent de trouver des composites contenant un pourcentage de fibres supérieur à 50-60%, sans qu'il y est une influence néfaste sur les caractéristiques mécaniques des composites et leur mise en œuvre. D'après les recherches, un taux supérieur à 50% de fibres, donne des matériaux rugueux avec des surfaces présentant des ruptures à de faibles charges [Fadel 2014].

1.1.4.2 La dispersion et l'orientation de la fibre

Les propriétés physico-mécaniques du matériau composite sont influencées par plusieurs facteurs y compris la dispersion du renfort dans les matrices qui conduit à un mélange plus ou moins homogène des composants. Les fibres qui ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer créent des hétérogénéités.

L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des axes forts pour le produit final. Par ailleurs, les dimensions et l'orientation des fibres dans une matrice, sont des facteurs déterminants. Pour un résultat optimal, et pour obtenir un renforcement maximal et un meilleur comportement des matrices. Les fibres doivent être disposées en une seule direction, du fait qu'elles sont sollicitées longitudinalement ([Merzoud 2007], [Fadel 2014]).

1.1.4.3 Interface fibre/matrice

Les interactions échangées entre le renfort et la matrice déterminent les performances d'un composite. Celles-ci sont conditionnées par les propriétés intrinsèques des matériaux constitutifs et dépendent également très étroitement de l'adhésion.

Parmi les critères responsables de l'interface fibre/matrice, nous pouvons citer [Souakir 2014] :

- 1- La nature et la composition du renfort ainsi que l'influence du taux et de la taille du renfort ;
- 2- La nature de la matrice ;

3- Les forces d'interaction renfort/matrice, et la mouillabilité du renfort par la matrice.

1.1.4.4 Influence des dimensions

Les dimensions des fibres végétales est un élément clef déterminant leurs propriétés mécaniques. Parmi les éléments morphologiques on peut citer :

- La taille des renforts qui a une grande influence sur les propriétés mécaniques du composite ainsi que le procédé de fabrication [Boussehel 2011]. Les fibres courtes résistent mieux aux contraintes en traction que les fibres longues qui ont plus de chance de contenir des défauts de formation [Bouhank 2017].
- Le facteur de forme L/D est un paramètre important. Il a été prouvé par des études consacrées à la morphologie des renforts (farines, particules et fibres) que pour des facteurs de forme inférieurs à 10, les renforts se comportent comme charges, au-delà, les renforts confèrent des caractéristiques mécaniques améliorées [Boussehel 2011].

1.2 Matériaux composites à base de fibres naturelles

Les fibres naturelles sont utilisées depuis des temps immémoriaux pour apporter un certain renfort aux matériaux relativement fragiles. Les briques de terre étaient renforcées par la paille brute. Le crin de cheval servait à renforcer les mortiers de maçonnerie et le plâtre [Page 2017].

Les fibres naturelles sont soit d'origine animale (laine, soie, etc...) ou végétale (coton, lin, jute, coco, bois, etc...). L'homme utilise les fibres végétales dans les matériaux de construction depuis l'antiquité. Tôt dans l'histoire, ce renfort était utilisé pour élever des parois en incorporant de la paille dans des matrices d'argile [Tlijani 2016].

Le domaine de renforcement des matériaux composites par des fibres se voit enrichi depuis les années 1960 par l'introduction de fibres alternatives dans le secteur des matériaux techniques pour leurs propriétés mécaniques spécifiques. Des industries diverses trouvent un intérêt de plus en plus croissant pour les matériaux de construction renforcés de fibres naturelles et les recherches dans ce domaine ne cessent de croître [Page 2017].

Les fibres naturelles sont composées essentiellement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Les proportions d'holocellulose (cellulose + hémicellulose) et lignine varient selon la nature des fibres. Leur composition dépend des conditions de croissance, de l'âge des végétaux, des conditions climatiques et d'autres facteurs [Tlijani 2016].

L'industrie des matériaux composites peut bien se vanter d'innover et de présenter de nouveaux produits mais la nature en offre déjà un large éventail, que ce soit dans le monde végétal ou

dans le monde animal. Nous trouvons dans le milieu naturel une multitude d'exemples de matériaux composites, les uns rigides mais légers, comme les coquilles de noix, et les autres souples mais résistants, comme le bois, doivent leurs propriétés mécaniques à leur structure composite.

En plus de tous les avantages que peuvent apporter les fibres pour améliorer les caractéristiques des matériaux composites, leurs utilisations ouvrent de nouveaux débouchés aux produits agricoles et développent des matériaux et des technologies qui respectent la nature [Tlijani 2016].

Les constituants d'un composite doivent posséder des qualités respectives complémentaires pour obtenir un matériau aux performances mécaniques, thermiques et physico-chimiques améliorées. Il est possible de moduler les propriétés d'un composite en fonction du besoin spécifique. L'adaptabilité et le grand choix de ces matériaux offrent des atouts majeurs et les placent en position concurrentielle par rapport aux matériaux traditionnels comme les métaux et les alliages, etc...

L'importante diversité de renfort et de matrice permet de façonner les matériaux composites en fonction du besoin exprimé. L'amélioration des caractéristiques physico-mécaniques de ces matériaux constitue une des clés de leur développement industriel futur [Lepetit 2017].

1.3 Matrice minérale renforcée par des fibres naturelles

Depuis l'interdiction d'utilisation de l'amiante pour tous les risques que cela engendre sur la santé publique, un grand champ d'utilisation s'offre à l'utilisation des fibres végétales dans les domaines de renforcement des mortiers. En effet, ces fibres sont beaucoup plus saines et leur incorporation dans un mortier, de type plâtre ou ciment, n'engendre aucun problème de type sanitaire. En plus de cet atout majeur, nous pouvons citer les avantages économiques et surtout écologiques. En effet, ces fibres, sous exploitées se trouvent en abondance dans la nature et permettent la réduction du prix de revient du composite de près de 30% par rapport à un produit composite conventionnel.

La principale fonction des fibres utilisées comme renfort dans une matrice minérale est de lui conférer de bonnes propriétés mécaniques tout en diminuant sa densité. Ces propriétés sont dépendantes de plusieurs facteurs : le type de fibres, leur longueur, leur forme, le choix de mise en œuvre, les traitements qu'elles doivent subir, ainsi que les conditions de séchage. A l'état naturel, les fibres contiennent des matières hydrosolubles susceptibles de nuire à l'interface fibres/matrice dans un milieu alcalin. En effet, dans le milieu hautement alcalin des matrices

cimentaires, les fibres subissent des dégradations de leurs constituants. Par ailleurs, les fibres utilisées à l'état brut, sont affectées par l'humidité et la température extérieure qui ont une influence directe sur les variations dimensionnelles. Pour y remédier, une multitude de traitements adéquats sont possibles.

Plusieurs études se sont penchées sur l'amélioration de l'interface fibres/matrices affectée par les composants hydrosolubles contenus dans les fibres naturelles et ainsi accroître les propriétés mécaniques des matériaux composites. Parmi les solutions proposées, l'imprégnation des fibres par des agents hydrophobes, du silicate de sodium et du sulfure de sodium. Les différentes approches se sont avérées peu efficaces à part l'acide stéarique qui a pu retarder la cassure du composite sans pour autant améliorer les autres caractéristiques mécaniques du couple fibre/matrice. Les autres traitements du même type avec de la silicone, du goudron, de l'asphalte ou du polyvinyle acétate, n'ont pas empêché la minéralisation des fibres [Le Troedec 2009].

Les travaux d'Elhamdouni et col (2015) s'inscrivent dans le développement de matériaux locaux tels que l'argile et la fibre d'Alfa dans le nord du Maroc. Ces matériaux sont abondants, naturels et renouvelables, ils ont des propriétés thermiques très intéressantes. Leur objectif est d'étudier l'effet de la fibre d'Alfa sur les caractéristiques thermiques des matériaux à base d'argile. Pour cette raison, ils ont mélangé l'argile (choisie comme matériau de base) avec différents pourcentages de fibres d'Alfa (0,5%, 1%, 2%, 3%, 4%). Ensuite, ils ont comparé les propriétés thermo physiques de ce nouveau matériau avec celles de l'argile uniquement pour justifier la proposition d'utiliser ce matériau comme isolant dans la construction rurale. Cette comparaison de l'énergie et des performances de ces deux matériaux nous permettra de déduire que le nouveau matériau est moins effusif que l'argile seule, sa légèreté dépasse celle de l'argile seule, et son utilisation comme murs de briques devrait permettre une économie d'énergie de plus de 30%.

1.4 Généralités sur les fibres végétales

1.4.1 Définition d'une fibre végétale

Le terme " Fibre " se rapporte à un corps solide flexible, de nature variable, des formes pratiquement cylindriques. Elles se distinguent soit par leur nature (métallique, minérale, végétale et synthétique), soit par leur dimension (macro ou micro-fibres), par leur forme (droites, ondulées, crochetées aux extrémités...etc.) et bien évidemment par leurs propriétés mécaniques. Elles sont réparties dans la matrice d'une façon aléatoire ou orientation préférentielle [Guermiti 2013].

1.4.2 Structure des fibres lignocellulosiques

D'un point de vue cellulaire dans une fibre lignocellulosique (figure 1.1), une lamelle moyenne assure la cohésion entre les cellules et confère à la fibre ses propriétés de rigidité. On distingue une paroi primaire très fine et une paroi secondaire beaucoup plus dense et résistante. La paroi secondaire est subdivisée en trois couches notées S1, S2 et S3. Elle est constituée essentiellement de micro-fibrilles de cellulose alignées parallèlement et dispersées en hélices. Les couches S1, S2 et S3 vont fournir à la fibre sa résistance à la traction et à l'écrasement. Enfin, le lumen est la cavité au centre de la fibre qui va permettre la circulation de la sève [Lepetit 2017].

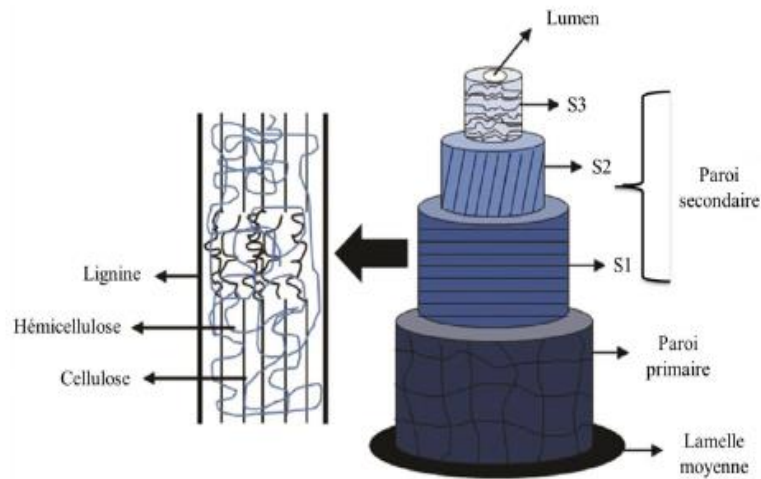


Figure 1.1 : Représentation schématique de la paroi cellulaire [Lepetit 2017].

1.4.3 Morphologie d'une fibre végétale

Une fibre végétale est considérée comme étant un matériau composite dont le renfort est assuré par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicelluloses, de pectines et de lignine.

Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle microfibrillaire (figure 1.2), dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des microfibrilles augmente, le module d'Young décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [Harrache 2015].

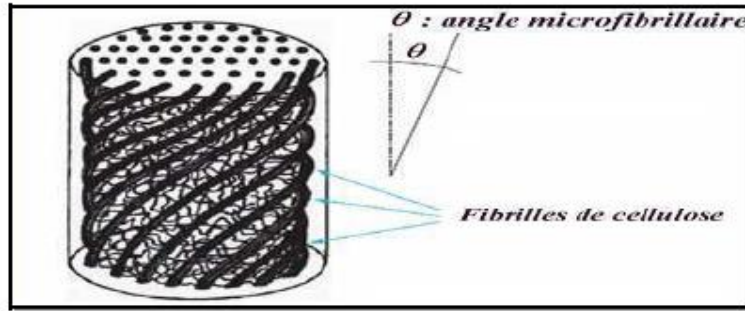


Figure 1.2 : Modèle de description de la structure d'une fibre végétale [Yahiaoui 2011].

Tableau 1.7 : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales [Harrache 2015].

| fibres | Longueur de la fibre (mm) | Diamètre de la fibre (μm) | Angle micro fibrillaire (°) |
|--------------|---------------------------|---------------------------|-----------------------------|
| Cotton | 35 | 10-45 | - |
| Lin | 4-77 | 5-76 | 10 |
| Chanvre | 5-55 | 10-51 | 6.2 |
| Kénaf | 2.5-4.5 | 14-33 | - |
| Jute | 2.5 | 5-25 | 8 |
| Sisal | 900 | 8-50 | 20 |
| Rami | 900-1200 | 20-80 | 7.5 |
| Noix de coco | 03-1 | 12-24 | 45 |

1.4.3.1 Morphologie des fibres d'Alfa

La vue longitudinale au MEB des fibres d'Alfa naturelles étudiées par Ajouguim et col (2019) a confirmé la forme du faisceau. De plus, une répartition homogène de diverses particules appelées trichomes aux formes régulières. La structure morphologique de ces tiges d'Alfa de l'extérieur vers l'intérieur à différentes vues en coupe; diagonale, latérale, transversale et longitudinale. La coupe diagonale montre une couche épaisse entourant de diverses fibrilles alignées verticalement. Les fibrilles sont liées à la lignine et à d'autres matières inorganiques, La vue latérale des tiges d'Alfa présente un aspect rugueux, avec des défauts et de nombreuses impuretés (graisse, cire, etc...) appelées stomates répartis en surface. Ces trichomes sont principalement composés de silice confirmé par analyse MEB-EDX.

Le traitement hydrothermique a bien modifié la fibre, les images au MEB confirment bien ces modifications de surface et des composants chimiques des fibres. Les images des surfaces latérales traitées à différents temps de traitement, montrent que les surfaces apparaissent plus homogènes et également plus rugueuses, laissant des surfaces plus accessibles et augmentant

ainsi la réactivité de la fibre. Ils ont aussi observé que la surface des fibres traitées pendant 5 et 15 min par ébullition, présente des particules (graisses, cires, etc.) et des impuretés, qui constituent un dépôt discontinu et aléatoire. Pour les autres fibres traitées à 30, 60 et 120 min, des variations importantes ont été enregistrées en surface. Les micro-fibrilles se distinguent après élimination de la couche d'impuretés (graisses, cires). Ceci est particulièrement remarqué après 60 min de traitement hydrothermique. D'après les résultats trouvés, ils ont affirmé que le traitement à l'eau bouillante pendant 1 h a entraîné une élimination incomplète de l'hémicellulose, de la lignine et des autres extractifs de la fibre alors qu'au-delà de 1 h la dégradation de la cellulose a été observée.

1.4.3.2 Morphologie des fibres de Diss

Sellami et col (2013) ont montré que la surface extérieure de la fibre de Diss brute présente des épines d'une taille d'environ 100 μm soit 5 fois plus grande que celles de la surface intérieure. La morphologie de ces épines est par ailleurs la même, mais leur répartition est beaucoup moins dense. La surface des épines n'est pas homogène et recouverte d'une substance dont la texture ressemble à la cire naturelle. La surface entre les épines affiche des stries visibles de façon homogène avec de fines aiguilles enchevêtrées.

Après ébullition des fibres, certains composés hydrosolubles présents en surface des épines et des zones interstitielles disparaissent. En revanche, il est visible que la morphologie des épines à quelque peu évolué. Elles sont désormais plus minces et allongées. Par ailleurs, des produits de dégradation d'une taille allant de 1 à 10 μm sont également visibles.

L'extérieur de la fibre bouillie puis lavée est identique à celle uniquement bouillie mais présente un certain nombre de dépôts en surface, et les épines restent intactes, mais débarrassées des constituants hydrosolubles, comme les sucres, et une partie de la cire qui couvre les fibres.

1.4.3.3 Morphologie des fibres de Palmier

La morphologie des fibres de Palmier Dattier a été étudiée par Sbai (2011), il a montré que la surface de la fibre n'est pas identique avant et après oxydation. Des sillons et/ou des défauts sous forme de lignes sont apparues sur la surface ce qui laisse penser que la structure des éléments constitutifs de la fibre s'est affaïssée après oxydation. Ce phénomène peut être expliqué par l'oxydation et la dissolution des éléments constitutifs de la fibre et plus particulièrement de la lignine comme l'ont montré les analyses de la composition chimique des fibres. Le taux de perte en matière soluble (de l'ordre de 30%) dans le milieu réactionnel conforte ces suppositions.

Il a déterminé à l'aide de l'EDX les composés chimiques renfermés dans les fibres naturelles après traitement, qui sont représentés sur le tableau 1.8.

Tableau 1.8 : Composition chimique de la surface des fibres avant et après oxydation (XPS), en % atomique.

| Echantillon | C | O | Na | Cl | N | Si | Ca |
|-------------------|-------|-------|------|------|------|------|------|
| Fibres naturelles | 78.87 | 16.99 | - | - | 2.83 | 0.89 | 0.42 |
| Fibres traitées | 69.95 | 19.66 | 3.92 | 3.66 | 1.14 | 0.98 | 0.39 |

1.4.4 Classification des fibres végétales

Les fibres végétales sont classées selon les critères suivants [Yahiaoui 2011] :

- a-** L'organe de la plante : Les fibres végétales peuvent être classées suivant l'organe de la plante dont elles sont issues. Nous distinguons :
 - Les fibres issues des tiges comme le kénaf, le jute, le lin, l'Alfa et le Diss, etc...
 - Les fibres issues des feuilles comme le sisal, la paille de graminée et le Palmier, etc...
- b-** Leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine : Deux catégories de fibres se distinguent selon leur teneur en holocellulose et en lignine :
 - Les fibres ligneuses dures et rigides provenant de végétaux ligneux tels que le bois d'œuvre, les déchets de l'industrie du bois.
 - Les fibres non ligneuses douces et souples, issues de végétaux non ligneux, moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin, etc...
- c-** Leur longueur : En fonction de la longueur, les fibres végétales sont groupées comme suit :
 - Fibres longues, dites libériennes, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles assez douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides grâce à leur richesse en lignine.
 - Fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues.

1.4.5 Rôle des fibres

Les raisons fondamentales de l'emploi des fibres comme renfort tiennent à leur bonne contrainte à la rupture. Les fibres incorporées dans une matrice ont pour rôle d'augmenter la résistance à la traction de la matrice et limiter la propagation des microfissures. Elles peuvent également dans certains cas renforcer la structure ou remplacer les armatures passives. En général, les fibres permettent aussi une meilleure répartition des contraintes mécaniques. L'incorporation de fibres a pour effet d'augmenter la ductilité de la matrice et donc ses

caractéristiques post-fissurations. De plus, les fibres peuvent améliorer la résistance à la flexion, torsion, cisaillement, aux impacts et à la fatigue. Une matrice fibrée continue permet de supporter les efforts après l'apparition de fissures. L'amélioration des résistances précédemment citées est fonction de la teneur, de la nature, de la taille et du mode de traitements que les fibres utilisées ont subi. Il est important de souligner qu'une répartition uniforme des fibres dans le mélange est une condition essentielle pour améliorer les caractéristiques mécaniques de la matrice fibrée. Selon le type utilisé, les fibres permettent également de mieux contrôler la propagation des fissures et leur ouverture [Page 2017].

1.4.6 Propriétés des fibres végétales

1.4.6.1 Propriétés hygrométriques

La présence de groupements hydroxyles faisant partie des molécules des fibres, sont responsables de l'absorption d'eau par les fibres hydrophiles de la cellulose. Les hydroxyles présents à la surface des fibres ainsi que les hydroxyles des zones amorphes absorbent facilement les molécules d'eau. Cette eau dite libre s'évapore facilement, quant aux molécules d'eau piégées au niveau des cristallites et de la surface interne des vides, elles sont liées au squelette de la fibre. Un gonflement des fibres en résulte par le fait que les molécules d'eau infiltrées entre les chaînes de cellulose, provoquent leur écartement et favorisent leur glissement les unes par rapport aux autres en désorganisant les microfibrilles [Harrache 2015].

1.4.6.2 Propriétés physiques et mécaniques

Les fibres végétales se caractérisent par une faible masse volumique présentent des propriétés physiques et mécaniques spécifiques intéressantes.

- Les fibres longues ont des contraintes en traction plus faibles que les fibres courtes, du fait que les premières ont de plus grandes probabilités de contenir des défauts de formation.
- L'index de cristallinité de la cellulose d'une fibre élevé est un indicateur de ses propriétés mécaniques élevées. A titre comparatif la cellulose cristalline possède un module d'élasticité de 90 à 137 GPa, relativement plus élevé par rapport à la fibre de verre qui est d'environ 75 GPa.
- L'angle micro fibrillaire explique en partie la déformation élastique de la fibre végétale, ce qui améliore son allongement à la rupture en traction. En effet, la fibre lignocellulosique subit, sous l'action de forces de traction faibles, une déformation

réversible. Ceci est dû à l’alignement progressif des microfibrilles cellulosiques avec l’axe de la fibre et une déformation élasto-viscoplastique des polymères amorphes.

Suite à un essai de traction sur une fibre végétale, les paramètres influençant la courbe contrainte-déformation sont [Harrache 2015] :

- La nature de la fibre (composition et structure) ;
- La largeur de la fibre sollicitée ;
- Le pourcentage d’eau absorbée dans la fibre. La variation du pourcentage d’eau absorbée entraîne une modification de la section de la fibre (retrait ou gonflement) ; l’eau pénètre dans les zones amorphes et modifie le transfert de charge entre les éléments fibrillaires ;
- Le diamètre de la fibre : le module d’Young et la contrainte à la rupture évoluent avec les diamètres des fibres.

Tableau 1.9 : Propriétés des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles [Harrache 2015].

| Fibre | Contrainte à la rupture (MPa) | Module d'élasticité (GPa) | Déformation (%) | Densité (g/cm ³) |
|------------------|-------------------------------|---------------------------|-----------------|------------------------------|
| Lin | - | - | - | 0.85 |
| Chanvre | 500-900 | 50-70 | 1.5-4.0 | 1.45 |
| Jute | 350-800 | 30-60 | 1.6-4.0 | 1.48 |
| Bambou | 300-700 | 20-50 | 1.2-3.0 | 1.3 |
| Sisal | 500-740 | 30-50 | ≈ 2 | 1.4 |
| Fibre de Coco | 300-500 | 10-30 | 2-5 | 1.5 |
| Fibre de verre | 150-180 | 4-6 | 20-40 | 1.2 |
| Fibre de Carbone | 1200-1800 | 72 | ≈ 2.5 | 2.5 |
| | ≈ 4000 | 235 | ≈ 2 | 1.4 |

1.4.7 Composition lignocellulosique des fibres végétales

En plus de l’eau, qui reste la molécule indispensable pour la survie de toutes les espèces végétales, leurs cellules se composent principalement de polymères à base de sucre (glucides) qui sont combinés avec de la lignine et d’autres produits d'extraction en quantités moindres. La composition chimique varie d'une plante à une autre et dépend de l’espèce, de l’âge de la plante,

des conditions climatiques, de la composition du sol et de la méthode d'extraction utilisée. Les fibres végétales se composent principalement de la cellulose, d'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et des cires. Leurs proportions déterminent l'ensemble des propriétés de fibres [Dallel 2012].

1.4.7.1 La cellulose

La cellulose représente la molécule biologique la plus abondante sur terre. Chimiquement, la cellulose est une macromolécule stéréo-régulière composée de maillons de glucose $C_6H_{12}O_6$ (Figure 1.3).

La cellulose possède une structure fibrillaire et partiellement cristalline. Les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées.

Dans la zone cristalline, les chaînes cellulosiques sont disposées parallèlement les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité des liaisons hydrogène qui se développent entre les chaînes. Les interactions moléculaires sont fortes et assurent l'essentiel de la cohésion. Grâce à cette cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. La cellulose est de nature très hydrophile [Djebloun 2018].

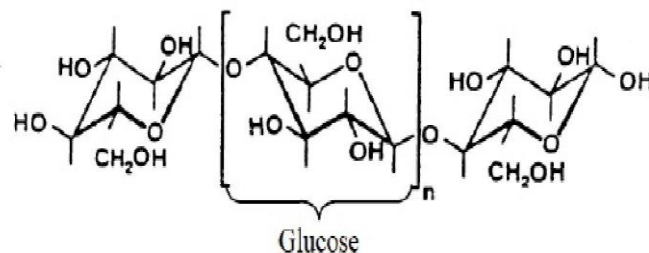


Figure 1.3 : Molécule de la cellulose [Djebloun 2018].

1.4.7.2 Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polymères amorphes offrant une grande diversité de structure. N'étant ni cellulose, ni substance pectinique, les hémicelluloses sont des polysaccharides complexes de faible poids moléculaire. Elles se situent au niveau des parois végétales. Parmi les hémicelluloses, on peut citer : les arabinanes, les xylanes, les galactanes, les mannanes, et les glucanes. Elles sont responsables du maintien d'une architecture pariétale organisée, elles servent de liant entre les fibrilles de cellulose. Elles sont facilement extraites par des solutions

alcalines et sont solubles dans l'eau. Elles ont une structure en forme d'hélice qui leur confère une certaine souplesse [Elfehri Borchani 2016].

1.4.7.3 Lignine

La lignine est un polymère hydrocarboné complexe à constituants aliphatiques et aromatiques. La lignine est composée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes ayant trois unités différentes de type phénylpropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (figure 1.4). La lignine a une structure très hétérogène variant en fonction des différentes espèces végétales. La lignine est soluble dans une solution alcaline chaude et ne peut être hydrolysée par des acides. Ce constituant est totalement amorphe et de nature hydrophobe. Il donne la rigidité aux plantes. La lignine est thermiquement stable ; mais très sensibles aux ultraviolets (UV) [Achour 2017].

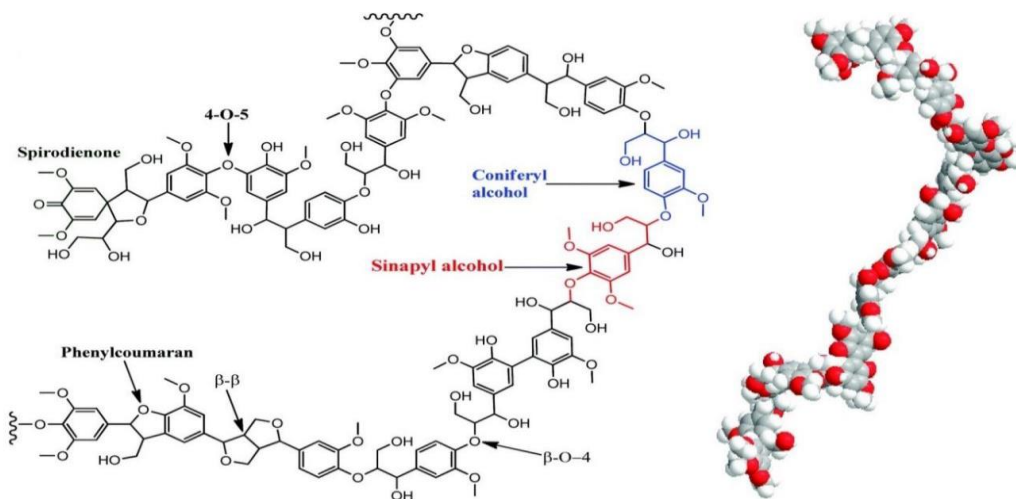


Figure 1.4 : Représentation de la structure de la lignine et modèle moléculaire de la lignine dérivée du bois [Achour 2017].

1.4.7.4 Lipides

Les lipides sont des matières grasses, à solubilité nulle ou faible dans l'eau, mais élevée dans les solvants organiques non polaires tels que méthanol, chloroforme, cyclohexane, etc... Les termes d'huiles, beurres, graisses, cires ne désignent que leur état physique, liquide ou solide à la température ambiante. Les lipides sont divisés en deux catégories : les lipides simples (les cires, les stérides) et les lipides complexes (les glycérophospholipide, les glycérolyolipides et les sphingolipides) [Sellami 2015].

1.4.7.5 Pectines

La plupart des végétaux contiennent de la pectine à différentes proportions. Cette substance pectique joue un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale en servant de ciment intercellulaire et en contribuant à la cohésion des tissus végétaux [Yahiaoui 2011]. Sur le plan structural, les pectines sont des polymères de polysaccharides acides qui se composent essentiellement d'un enchainement d'acide uronique lié en 1-4 (figure 1.5). Les molécules de pectines possèdent des fonctions carboxyles qui les dotent d'une capacité à échanger des ions. Ce constituant donne aux plantes leur flexibilité. Thermiquement stable, la pectine ne supporte pas les rayons ultraviolets [Achour 2017].

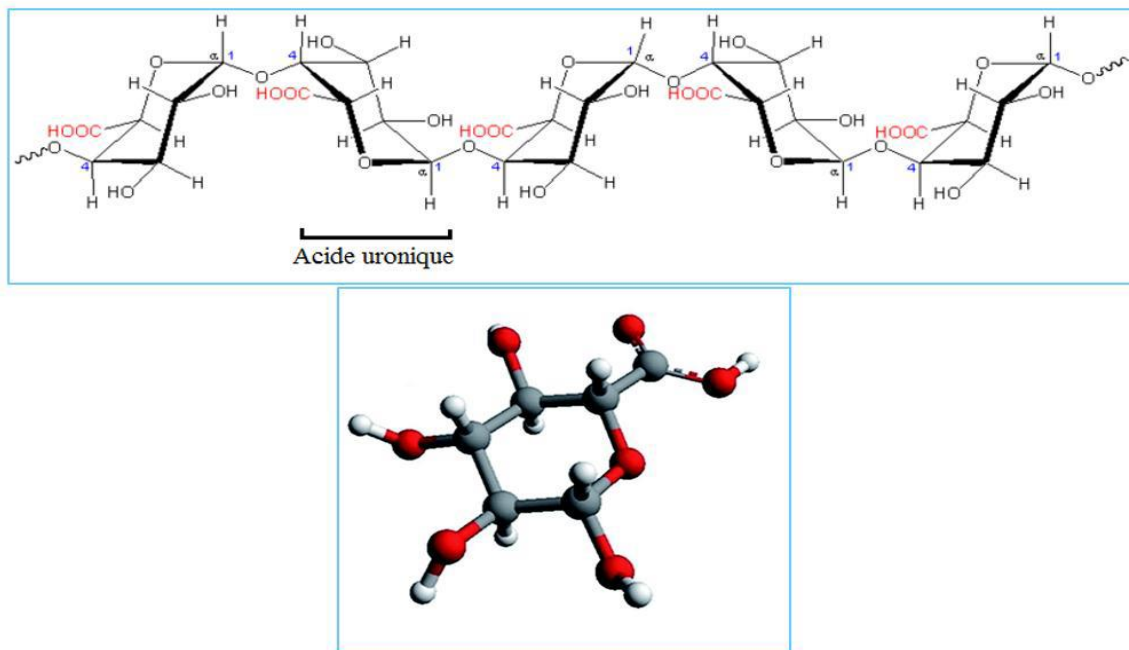


Figure 1.5 : Structure de la chaîne principale d'une molécule de pectine [Achour 2017].

1.4.7.6 Les protéines et les extractibles

Les protéines sont des polymères d'acides aminés parmi lesquels on trouve les enzymes et les toxines. Souvent, la quantité des protéines est considérée comme étant une partie du contenu de la lignine puisque les deux sont isolés par la même procédure.

Les extractibles constituent en général entre 0,3 et 3% de la masse des fibres naturelles. Cependant, certaines fibres peuvent être riches en extractibles tel que les cosses et les pailles de riz. Ils constituent les membranes cellulaires telles que la graisse, les acides gras, les alcools gras, les terpènes, les stéroïdes, les résines et les cires. Ils peuvent être des monomères, dimères et polymères [Hajj 2018].

1.5 Détermination des taux des constituants extractibles

Dans le but de caractériser la composition chimique des fibres de Diss, différentes techniques ont été mises en œuvre dans le but d'extraire les principaux composants lignocellulosiques et organiques. Sellami (2015) a développé les différentes méthodes d'extraction des différents éléments lignocellulosiques contenus dans les fibres de Diss. Ces protocoles peuvent être appliqués à toutes les fibres végétales.

1.5.1 Extraction de cellulose

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour la détermination de la cellulose. Parmi ces méthodes, on trouve : la méthode gravimétrique dite méthode de Weende (1809), utilisée par [Sellami 2015], qui consiste à éliminer les substances incrustées dans la cellulose, par un procédé chimique, des agents oxydants modérés (des acides ou des bases dilués) peuvent être utilisés dans le but de détruire les autres constituants de la membrane comme : les hémicelluloses, la lignine, les tanins, les matières pectines, les gommes et mucilages...

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

La méthode de dosage de « l'insoluble cellulosique » mise au point par l'institut agronomique de Weende selon la norme ISO-AFNOR (NF V 03-040, 1977) est utilisée. L'insoluble cellulosique qui correspond aux substances perdues lors de l'incinération du produit résistant aux attaques successives acide et alcaline.

On résume le processus opératoire utilisé comme suit :

- Le matériau broyé est soumis à une attaque par l'acide sulfurique H_2SO_4 (0,255N) à ébullition pendant 30 minutes.
- Séparation de résidu effectué par filtration sur toile de nylon, sable de mer.
- Le résidu est ensuite soumis à une attaque par la soude NaOH (0,313N) à ébullition pendant également 30 minutes.
- Après filtration par un creuset (porosité = 1, $\varnothing = 4$ cm), le résidu est lavé à l'eau permutée chaude.
- L'insoluble obtenu est séché à $130^\circ C$ pendant 60 minutes, pesé, puis incinéré à $550^\circ C$ pendant 60 minutes.

1.5.2 Extraction alcaline des Hémicelluloses

Les hémicelluloses peuvent être libérées par extraction alcaline car le traitement alcalin peut se séparer complètement ou partiellement les liaisons ester entre la lignine et l'hémicellulose dans les parois cellulaires, entraînant la dissolution des hémicelluloses [Farhat et col 2017] et [Sellami 2015].

1.5.2.1 Délipidation de l'échantillon

- Dans un ballon muni d'un réfrigérant à reflux (figure 1.6), on pèse 5 g de végétal.
- Ajouter 40 ml de méthanol 85%.
- Le ballon est porté au bain marie à 70°C pendant 4h.
- Après refroidissement, on centrifuge à 3000 tr/min pendant 20 minutes à l'aide d'une centrifugeuse de type (BEKMAN TJ-8). Le surnageant est alors éliminé.
- La même opération est répétée par addition de méthanol 85% puis chauffage à 70°C pendant 2 heures seulement.
- Quatre lavages sont effectués avec le méthanol à 85% à température ambiante suivis de centrifugation. Le premier lavage avec l'eau distillée et les autres avec l'éthanol 95%. Le précipité est alors séché à l'étuve à 50°C.



Figure 1.6 : Délipidation d'échantillon par le system (ballon + réfrigérant à reflux) [Seidel et col 1980].

1.5.2.2 Extraction de l'échantillon délipidé

- Dans un herlenmeyer, l'échantillon délipidé est placé avec 140 ml de soude (NaOH) à 10%, le mélange est agité magnétiquement pendant 24 heures à 25°C.
- La solution est alors centrifugée à 3000 tr/min pendant 20 minutes, ensuite le filtrat est immédiatement transféré dans un bécher et refroidit dans un réfrigérateur à 4°C.

- L'hémicellulose **A** est obtenue sous forme de précipité par acidification du filtrat à PH=5 avec une solution CH₃COOH 50% (vérification du PH à l'aide d'un papier PH). Après centrifugation, le précipité est lavé avec de l'eau distillée puis séché à l'étuve à 50°C.
- Le surnageant obtenu est fractionné en ajoutant de l'éthanol à 95%. Le mélange est refroidi dans un réfrigérateur à 4°C puis centrifugé à 3000 tr/min pendant 20 minutes. Le précipité obtenu est séché à l'étuve à 50°C, pour obtenir l'hémicellulose B₁.
- Le surnageant de la dernière centrifugation est repris dans un autre bécher et on ajoute l'éthanol 95% goutte à goutte jusqu'à formation d'une solution trouble. Le précipité est récupéré par centrifugation à 3000 tr/min pendant 20 minutes, puis lavé à l'alcool, et séché à l'étuve pour obtenir l'hémicellulose B₂.
- La procédure de précipitation est poursuivie jusqu'à obtenir l'hémicellulose B₃.

1.5.3 Dosage de la lignine, méthode de (Klason)

Les méthodes les plus couramment utilisées pour l'analyse quantitative de la lignine sont les méthodes Klason et AcBr. Klason est une méthode gravimétrique et ne mesure les matières insolubles qu'après hydrolyse avec 72 % de H₂SO₄. Il a été développé selon la procédure suivante [Fagerstedt et col 2015] :

- Dans un ballon d'un litre, on mélange 1 g de végétal à 15 ml d'acide sulfurique (H₂SO₄ à 72%).
- Le mélange est placé dans un agitateur magnétique en continu pendant une nuit à température ambiante (figure 1.7). La solution obtenue est diluée en additionnant 560 ml d'eau distillée et portée à reflux pendant 6 heures (figure 1.8).
- Après hydrolyse, le dépôt de la solution obtenue après une nuit de repos, est filtrée à l'aide d'un creuset filtrant (n°=4) préalablement séché et taré.
- Le précipité obtenu est lavé abondamment à l'eau chaude afin d'éliminer toute trace d'acide, puis placé dans une étuve à 70°C jusqu'à poids constant.
- Après séchage, le résidu est placé dans un dessiccateur et pesé.



Figure 1.7: Agitation magnétique.



Figure 1.8: Hydrolyse par reflux.

1.5.4 Dosages des protéines solubles

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

- Broyage de 0,1 g de végétal à l'aide d'un mortier en ajoutant 10 ml d'eau distillée jusqu'à obtention d'une solution verdâtre.
- Cette solution est filtrée à l'aide de papier Wattman.
- On prélève 0,2 ml du surnageant obtenu et on ajoute 2 ml de Bradford (BBC).
- Le dosage se fait au spectrophotomètre à la longueur d'onde $\lambda=595$ nm après l'étalonnage de l'appareil par une solution témoin contenant (1,8 ml d'eau distillée + 0,2 ml du réactif de Bradford). La quantité des protéines a été déterminée à partir de la formule suivante :

$$Y = 0.00406X + 0.0104 \quad \mathbf{1.1}$$

Avec :

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

Y : densité optique

1.5.5 Extraction des pectines

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

- Broyage des échantillons jusqu'à obtention des particules de 1 mm.
- Prendre 5 g du matériau végétal auquel on ajoute 15 parties d'eau distillée.
- Fixation du PH à 2.8 en ajoutant l'acide sulfurique dilué (H_2SO_4 0,01N).
- Le mélange est introduit dans un ballon muni d'un réfrigérant qu'on place au bain marie à une température de 100°C pendant 40 minutes.

- Après refroidissement, le mélange est filtré à l'aide d'une toile en nylon.
- Le PH est ramené à 4,8 par addition de Na₂CO₃.
- Le filtrat contient des pectines en solution. A un volume de filtrat, ajouter 1 volume d'éthanol à 95%.
- Refroidissement du filtrat au bain de glace, et filtration sur papier puis séchage du précipité à l'étuve à 40°C.
- Pesage la pectine extraite.

Les résultats des principaux composants lignocellulosiques et organiques de Diss sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 1.10 : Composition chimique et lignocellulosique de fibres de Diss.

| Constituants | Diss non bouilli (naturel) (%) | Diss bouilli non lavé (%) | Diss bouilli lavé (%) |
|------------------------------|--------------------------------|---------------------------|-----------------------|
| Cellulose | 30.33 | - | 40 |
| Hémicellulose A | 0.11 | - | 0.078 |
| Hémicellulose B ₁ | 4.80 | - | 0.056 |
| Hémicellulose B ₂ | 2.42 | - | 0.069 |
| Hémicellulose B ₃ | 3.83 | - | 2.72 |
| Lignine | 17 | - | 29 |
| Protéines | 1.76 | 0.42 | 0.12 |
| Pectines | 3.55 | 2.95 | 2.41 |

1.6 Mécanisme de Dégradation

Les fibres végétales, utilisées à l'état brut dans les composés cimentaires, se dégradent parce que l'eau interstitielle alcaline dissout la lignine et l'hémicellulose existant dans les lamelles moyennes des fibres, affaiblissant ainsi le lien entre les différentes cellules. Un mécanisme additionnel est l'hydrolyse alcaline des molécules de cellulose, qui cause la dégradation des fibres, tandis que l'utilisation des fibres végétales à l'état brut dans les composés argileux ne pose pas de problème. L'utilisation de fibres végétales de Diss à l'état naturel dans des matrices argileuses ne nécessite aucun traitement préalable, alors que dans le cas de la matrice cimentaire, un traitement hydrothermique est indispensable pour éliminer les constituants hydrosolubles responsables du retard de prise et de la perte de résistance ([Fertikh et col 2011], [Mokhtari 2006]).

1.7 Traitements des fibres végétales

Pour obtenir des caractéristiques spécifiques recherchées des matrices à fibres végétales, il existe principalement trois classes de traitements répertoriées dans la bibliographie : physique, chimique et thermique.

1.7.1 Traitement physique

Des agents hydrophobes protecteurs sont utilisés dans le but de réduire l'absorption d'eau par les fibres et les protéger contre les alcalis libres du milieu alcalin. Ces produits organiques présentent les avantages d'être sans nocivité pour le composite, non toxiques, économiques, faciles à utiliser tels que : l'huile de lin, la cire de paraffine, huile de lin/colophane et la paraffine/colophane ([Merzoud 2007], [Sellami 2013], [Achour 2017]).

1.7.2 Traitement chimique

Les traitements chimiques dans les fibres végétales servent à résoudre le problème de compatibilité entre les fibres et la matrice et améliorer ainsi leur adhérence [Elfehri Borchani 2016], qui consiste en :

- Nettoyage de la surface de la fibre;
- Modification de la composition chimique;
- Réduction de la rétention de l'humidité;
- Augmentation de la rugosité;
- Modification des propriétés mécaniques;
- Amélioration de la stabilité thermique.

La modification chimique des fibres végétales consiste à modifier la cellulose, composant majoritaire. La conformation spatiale de la cellulose contrôle ses propriétés chimiques et physiques. En effet, la zone amorphe est beaucoup plus accessible à l'attaque des réactifs que la zone cristalline.

Les modifications chimiques qui ont été menées sur les fibres naturelles dans la littérature, ont entraîné une amélioration de la qualité d'interface fibres/matrice. A titre d'exemples, nous citons entre autres : le traitement à la soude (NaOH), l'acétylation, le traitement au permanganate ou au silane et les prétraitements avec différents agents de couplage [Elfehri Borchani 2016].

Un traitement à la soude NaOH des fibres d'Alfa a été réalisé par Bahloul et col 2009 à des pourcentages différents (20%-25%) pendant 48H. Il a été démontré que les fibres ainsi traitées, ont acquis des caractéristiques meilleures que les fibres non traitées.

1.7.3 Traitement thermique

Pour améliorer les caractéristiques mécaniques et hydriques des matériaux composites à matrice cimentaire à base de fibres de Diss, Merzoud et Habita (2008) ont utilisé deux différents types de traitements. Le premier traitement consiste à extraire les sucres par ébullition des fibres de Diss. Le deuxième traitement consiste en une imperméabilisation des fibres de Diss pour empêcher l'absorption d'eau. Les paramètres de résistance à la compression et à la flexion des matériaux composites de Diss-ciment sont utilisés pour évaluer les performances des traitements.

Pour améliorer les caractéristiques mécaniques et hydriques des matériaux composites à matrice cimentaire à base de fibres de Diss, Sellami et col (2013) ont utilisé deux différents types de traitements. Le premier traitement consiste à extraire les sucres par ébullition des fibres de Diss. Le deuxième traitement consiste en une imperméabilisation des fibres de Diss pour empêcher l'absorption d'eau. Les paramètres de résistance à la compression et à la flexion des matériaux composites de Diss-ciment sont utilisés pour évaluer les performances des traitements. Ils ont trouvé que le traitement à l'eau bouillie améliore significativement les caractéristiques mécaniques des matériaux composites mais n'affecte pas la structure de la fibre. Cependant, le traitement peut éliminer les composants organiques, comme les sucres hydrosolubles en particulier, qui passent de 30,78 % pour le Diss non traité à 1,95 % pour le Diss bouilli non lavé, et à 0,72 % pour le Diss bouilli et lavé.

Ajouguim et col (2019) se sont intéressés à l'étude des composites de fibres d'Alfa brutes contenant 39,53 % en poids de cellulose, 27,63 % en poids d'hémicellulose et 19,53 % en poids de lignine. Ils ont pu améliorer les propriétés des fibres d'Alfa par une technique douce et efficace afin de procéder à leur utilisation dans la construction. Pour modifier la surface, les fibres ont été traitées par du sodium hydroxyde (6 % en poids) et traitement hydrothermique à différents moments. Une comparaison a été effectuée sur les fibres d'Alfa non traitées et traitées par plusieurs techniques. Des propriétés améliorées ont été obtenues avec 6 h de traitement par la soude et 1 h par traitement hydrothermique. Les deux traitements présentent une modification de la microstructure et de la morphologie des fibres; La FTIR (Fourier – Transform Infrared spectroscopy) et l'analyse chimique ont confirmé la réduction de l'hémicellulose et de la lignine après 6 h de traitement alcalin et 1 h de traitement hydrothermique.

Le traitement à l'eau bouillante a été également utilisé par Chafei et col (2015) sur les fibres de lin, il permet de nettoyer les fibres en éliminant les impuretés et les graisses de leur surface et une partie des pectines, ce qui réduit le temps de prise initiale du composite cimentaire, améliore sa consistance et ses résistances à la flexion et à la compression par rapport au composite de référence. D'autre part, ce traitement réduit légèrement les propriétés mécaniques des fibres individuelles et n'affecte pratiquement pas leur taux de saturation en eau car il n'élimine pas les composants hydrophiles de ces fibres. Ce traitement a permis d'améliorer les propriétés rhéologiques et mécaniques d'un mortier de ciment en incorporant des fibres de lin traitées. L'efficacité de ces traitements sera appréciée par la mesure de l'absorption d'eau par les fibres, l'identification des groupements chimiques existant sur les fibres brutes et traitées et par la mesure de la consistance et du temps de prise initial des mélanges cimentaires. Les résistances à la flexion et à la compression ont également été améliorées par rapport au composite de référence, par l'amélioration de l'adhésion fibre-matrice et l'atténuation des phénomènes de décollement.

1.8 Application des fibres végétales

Les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles sont actuellement en cours de développement pour remplacer les matériaux traditionnels. Les principaux marchés sont représentés comme suit :

Tableau 1.11 : Domaines d’application des fibres végétales [Harrache 2015].

| Principaux marchés | Domaines d’application des fibres végétales |
|----------------------------|---|
| Automobile | Les entreprises comme Opel Audi, BMW, Renault, Ford, Seat, fabriquent des composites renforcés de fibres végétales : garnitures et panneaux de portes, planches arrière, revêtements intérieurs et passage de roues, voûte interne de pneu, pare-chocs, tableau de bord, etc... |
| Construction | Les fibres végétales sont utilisées en renfort de matériaux, notamment d’isolation, de produits en ciment, profilés de portes, de fenêtre, panneaux décoratifs, etc... |
| Infrastructure | Trottoirs, digues, signalisation routières, isolant phoniques, etc... |
| Autres applications | Les palettes, le mobilier (table de camping ou chaise), équipement de jeux publics, etc... |

1.9 Evaluation de la disponibilité des fibres végétales

1.9.1 Disponibilité des fibres végétales à l'échelle mondiale

En adéquation de la politique mondiale de protection de la nature, un intérêt croissant est accordé à l'utilisation de ressources naturelles renouvelables dans divers domaines y compris le secteur de l'automobile et de la construction...

L'Inde, la Chine et le Brésil sont leaders dans la production de fibres naturelles figure 1.9.

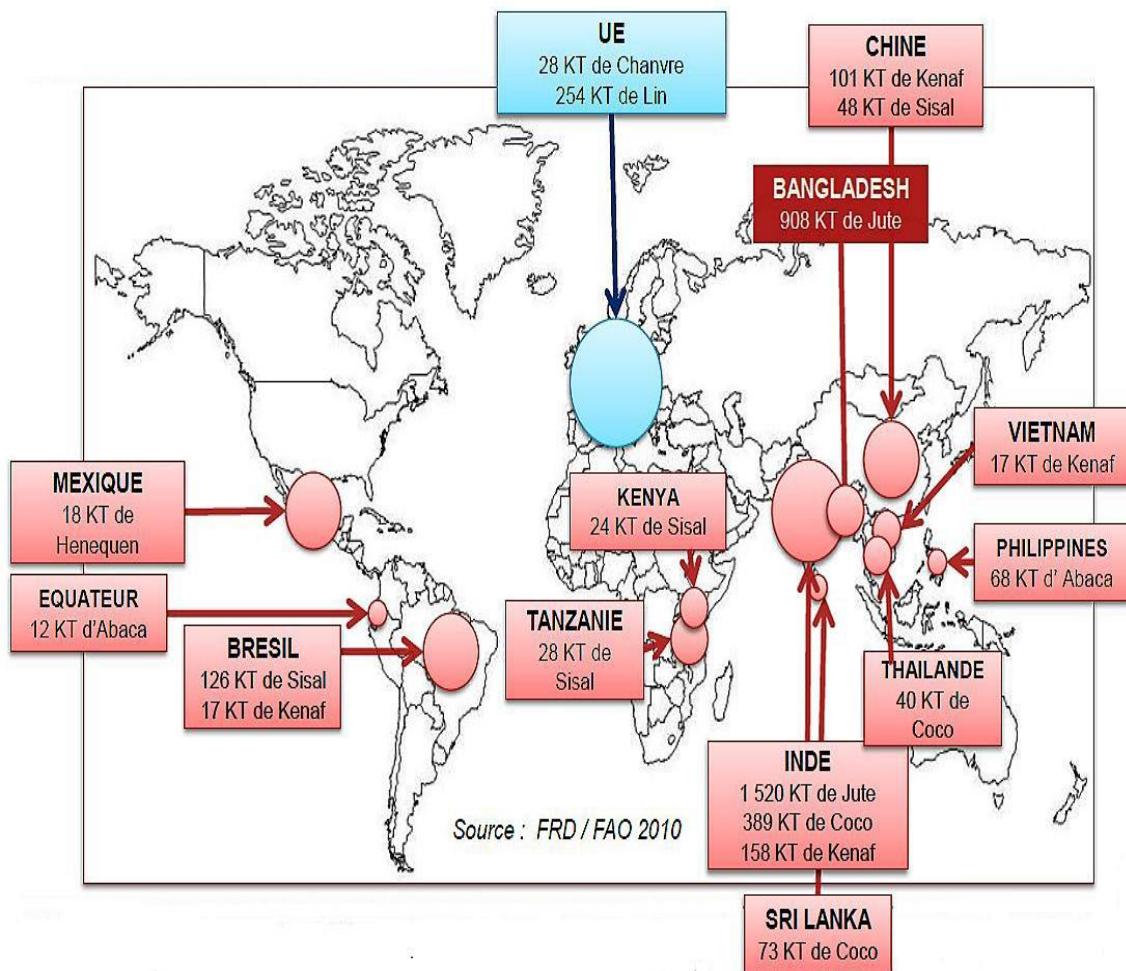


Figure 2. : Gisement mondial de fibres végétales hors coton et bois (2001-2008) [Achour 2017].

1.9.2 Disponibilité des fibres végétales en Algérie

Riche de ses montagnes, hauts plateaux, et un luxueux Sahara, l'Algérie dispose de ressources inépuisables de végétaux et en particulier : Liège, Alfa, Diss, Doum, Palmier Dattier, Pin, Cotton, Lin, etc. Avec une production annuelle de liège de près 6000 tonnes, l'Algérie est

classée sixième au niveau mondial. L'Alfa y occupe environ 4 millions d'hectares. Il est intéressant aussi de noter que l'Algérie possède plus de 10 millions de Palmiers Dattiers. D'autre part, l'Algérie est riche en végétaux comme : le Diss et le Doum... qui restent à nos jours inexploités [Achour 2017].

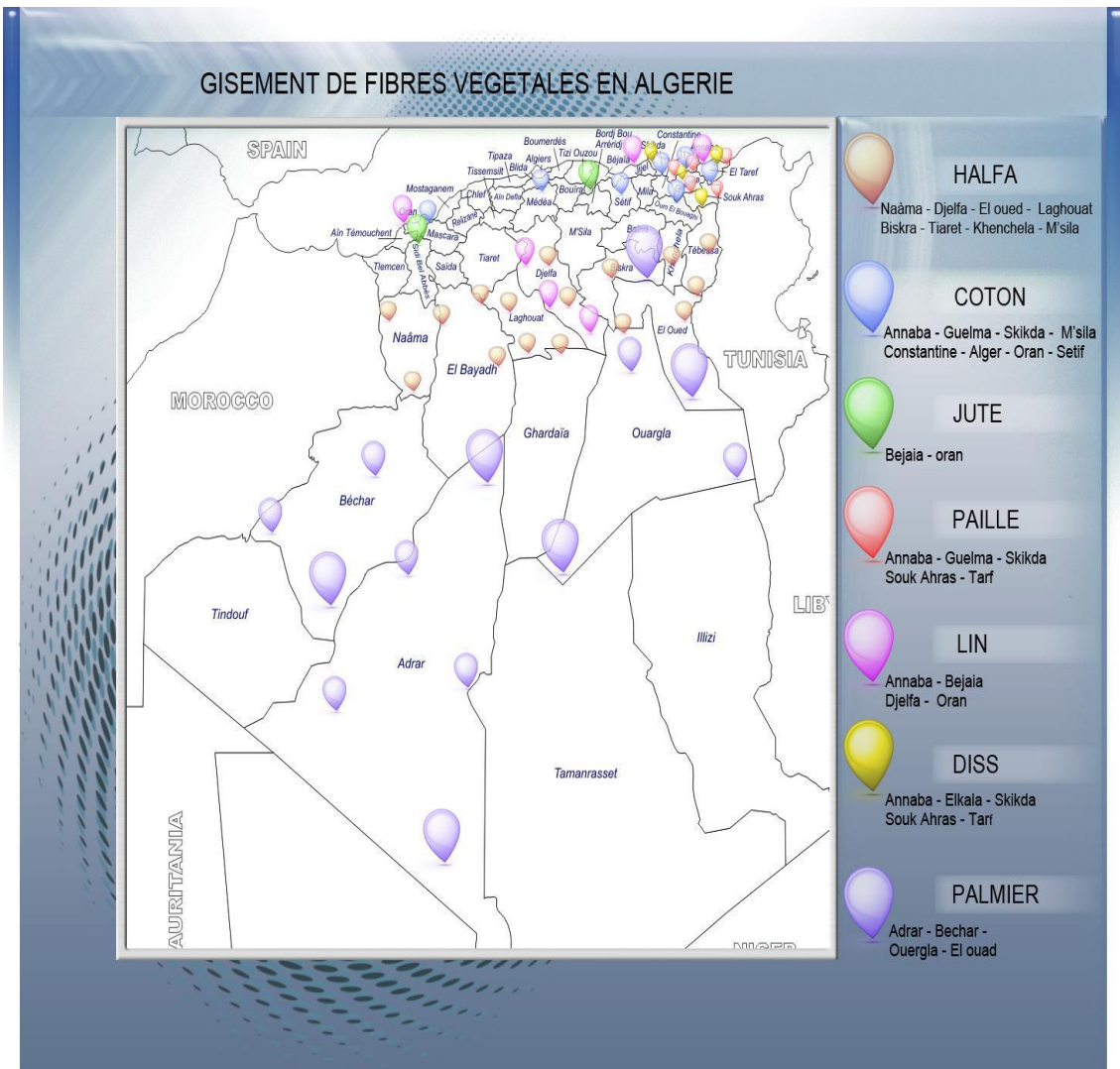


Figure 1.10 : Gisement de fibres végétales en Algérie [Sellami 2015].

1.10 Intérêt de l'utilisation des fibres naturelles

L'encouragement d'utilisation des fibres naturelles à l'échelle mondiale, comme source de renforcement dans les matériaux composites, permet la valorisation des sous-produits agricoles tout en respectant le développement durable. En effet, cette technique ouvre plusieurs perspectives surtout pour les pays les moins industrialisés, avec un minimum d'impact environnemental [Boudjema 2019].

1.11 Avantages et inconvénients des fibres végétales

L'utilisation des fibres végétales en tant que renforts dans les matériaux composites, présente beaucoup d'avantages à condition de remédier à certains inconvénients par différents traitements proposés par la littérature.

Tableau 1.12 : Les principaux avantages et les inconvénients des fibres végétales [Djebloun 2018].

| Avantages | Inconvénients |
|---|--|
| Faible coût | Absorption d'eau |
| Biodégradable (pour l'environnement) | Biodégradabilité (pour le matériau) |
| Ressource renouvelable | Fibres anisotropes |
| Propriétés mécaniques spécifiques | Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock |
| Importantes (résistance et rigidité) | Faible stabilité dimensionnelle |
| Demande peu d'énergie pour la production | Faible tenue thermique (200 à 300 °C max) |
| Non abrasif pour les outillages | Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques |
| Bon isolant thermique et acoustique | Renfort discontinu |
| Neutre pour l'émission de CO ₂ | |
| Pas de résidus après incinération | |
| Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres | |

Conclusion

Nos travaux visent à contribuer au développement d'un matériau de construction innovant en prenant en compte les exigences du contexte environnemental. Nous nous proposons d'étudier les propriétés d'usage de ces éco-matériaux afin de vérifier la faisabilité technique de son développement.

En effet, cette ressource végétale possède de nombreuses qualités techniques élevées. Ses propriétés mécaniques importantes et sa faible densité en font des matériaux susceptibles de concurrencer ceux contenant des fibres conventionnelles. De plus, la structure creuse et poreuse des fibres, leur confère de bonnes propriétés isolantes.

Le présent chapitre met l'accent sur les différentes ressources végétales employées comme charges ou renforts dans les matériaux composites à différentes matrices. Un intérêt particulier a été porté sur les fibres lignocellulosiques qui représentent une source fondamentale de la

biomasse. Sa structure, sa réactivité ainsi que les modifications qui peuvent être apportées engendrent de nouvelles propriétés d'hydrophobie, de compatibilité, etc... ont été étudiées.

La composition chimique et la structure complexe de la fibre influencent les propriétés de l'interface fibre/matrice. A cet effet, la caractérisation de l'interface fibre/matrice dans ces matériaux devient indispensable.

Notons que la cellulose, la lignine et la pectine sont les composants chimiques qui sont respectivement responsables de la résistance, la rigidité et la flexibilité des plantes, se dégradent en présence d'un milieu alcalin. A cet effet, des traitements thermiques, physiques et chimiques adaptés doivent être apportés dans le but d'extraire les constituants hydrosolubles néfastes.

Ces traitements ne sont pas nécessaires pour le cas de la matrice argileuse, qui reste un matériau inerte.

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

**Chapitre 2 :
Matériaux et Méthodes Expérimentales**

Introduction

L'utilisation des renforts non conventionnels (végétaux) pour l'élaboration de matériaux composites impose de bonnes connaissances des propriétés physiques, chimiques de ces matériaux. Il s'agit d'étudier les propriétés physiques des différentes fibres utilisées (Alfa, Diss et Palmier), ainsi que les liants utilisés : le ciment et l'argile.

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et des méthodes de mise en œuvre pour la caractérisation des fibres et des composites élaborés, et aussi des méthodes expérimentales utilisées pour la caractérisation des fibres et de leurs composites.

2.1 Sélection et présentation des renforts utilisés

2.1.1 L'Alfa

L'Alfa « *Stipa Tenacissima* L., famille des Poacées » est une plante, herbacée, vivace monocotylédone typiquement méditerranéenne, Cette plante pousse harmonieusement en touffes d'environ 1 à 1m20 de haut, dans les milieux semi arides et arides des plateaux des steppes de la méditerranée occidentale : Sud Est de l'Espagne, au Maroc oriental, en Algérie, en Tunisie et en Libye. Elle délimite le désert, là où l'Alfa s'arrête, le désert commence ([Dallel 2012], [Rhimi Nasri et col 2017]).

L'idée de l'utilisation des fibres d'Alfa dans la vie courante de l'homme est très ancienne, elle date de l'antiquité pour la fabrication de tapis, de silos de blé, de cordes, de nattes et surtout d'antiquité. Comme renforcement des matériaux de construction traditionnels, elle était utilisée dans la fabrication des briques argileuses ou de plâtre [Khelifa 2017].



Figure 2.1 : Plante d'Alfa, région de Tebessa.



Figure 2.2 : Tiges d'Alfa.



Figure 2.3 : Fibres d'Alfa.

2.1.2 Le Diss

Le Diss « *Ampelodesmos mauritanicus*, famille des Poacées » est une grande graminée atteignant une hauteur de 1 à 2m. Abondante en Afrique du Nord, les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. En France, elle est répandue dans les départements des Alpes-Maritimes, du Var, de la Corse-du-Sud et de l'Hérault. Cette fibre est utilisée depuis l'antiquité dans des domaines divers et en particulier dans la réalisation d'habitations pour ses qualités mécaniques et hydriques. L'utilisation de ces fibres était limitée à la confection des couffins, à lier les branches de vignes ou à la confection des balais cantonniers [Merzoud et col 2008].



Figure 2.4 : Plante de Diss, région de Souk Ahras.



Figure 2.5 : Tiges de Diss.



Figure 2.6 : Fibres de Diss.

2.1.3 Le Palmier Dattier

Le Palmier Dattier « *Phoenix dactylifera* L., famille des Arécacées ». En dehors de ses fruits délicieux qu'il nous procure, il produit également des déchets qui ne sont pratiquement pas exploités. Le Palmier a un tronc très élancé, haut jusqu'à 30 m, couvert de manière visible par les gaines des feuilles tombées. Les feuilles, réunies en un nombre de 20 à 30 maximum, forment une couronne apicale clairsemée. Elles sont pennées, longues jusqu'à 6m; les feuilles supérieures sont ascendantes, les basales recourbées vers le bas, avec des segments coriaces, linéaires, rigides et piquants, de couleur verte. Il est connu et cultivé depuis la plus haute antiquité. Le Palmier Dattier est répandu dans toutes les zones chaudes d'Afrique du Nord, le Sahara, depuis l'Atlantique jusqu'à la mer Rouge, ainsi qu'au Moyen-Orient et vers l'est jusqu'à l'Indus. Il peut être cultivé sous d'autres climats mais ne fructifie pas ou donne des fruits médiocres. Il a été introduit dans les cinq continents, en particulier en Amérique à partir du XVI^{ème} siècle et en Australie au XIX^{ème} siècle. Il est l'objet de cultures commerciales en Afrique du Nord (Algérie), au Moyen-Orient et aux États-Unis (Californie, Arizona). Traditionnellement les différentes parties du Palmier Dattier étaient utilisées dans différents domaines domestiques et artisanaux ([Amroune 2016] et [Sbiai 2011]).



Figure 2.7 : Présentation d'un Palmier Dattier, région d'Annaba.



Figure 2.8 : Tiges de Palmier.



Figure 2.9 : Fibres de Palmier.

2.1.1.1 Contraintes d'utilisation des fibres à l'état brut

Les fibres végétales ne peuvent être utilisées à l'état brut pour différentes raisons [Melais et col 2015] :

- Un taux d'absorption d'eau de l'ordre de 90% qui empêche l'hydratation du ciment en profondeur. Il en résulte une mauvaise interface fibres/matrices et les caractéristiques mécaniques des composites se trouvent affectées.
- Un retard de prise. Il a été constaté lors des essais avec des fibres naturelles broyées à l'état brut, un retard de prise considérable des composites à matrices cimentaires. Ce phénomène est dû essentiellement à certains composés organiques présents naturellement dans les fibres végétales et en particulier les sucres.
- Des éventuelles variations dimensionnelles qui peuvent dépasser les valeurs admissibles par les normes en vigueur.

- Hormis la résistance à la tension acceptable des fibres naturelles à l'état brut, les autres caractéristiques mécaniques souhaitées ne peuvent être atteintes.

2.1.1.2 Préparation de la matière première

Les fibres végétales utilisées dans notre recherche sont issues de différentes régions :

Les fibres d'Alfa sont originaires de la région de Tebessa,

Les fibres de Diss ont été cueillies dans la région de Souk Ahras,

Les fibres du Palmier Dattier sont issues de la région d'Annaba.

Afin de séparer les fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier utilisées dans notre recherche comme renforts, nous avons utilisé un broyeur à couteaux à découpe parallèle, avec une maille de 10 mm. Les fibres ainsi obtenues sont découpées et soumis à un traitement thermique dans le but d'éliminer les substances organiques hydrosolubles.

2.1.1.3 Problématique

D'après l'étude effectuée par Merzoud (2008), l'utilisation des fibres de Diss à l'état brut comme renforts dans des matrices cimentaires, réduirait les performances mécaniques de celles-ci. Ce phénomène est dû essentiellement aux échanges qui peuvent se produire au niveau de l'interface fibres/matrice ainsi qu'aux réactions d'hydrolyse et de solubilisation de certains constituants comme les sucres, les hémicellulose et les pectines. Ces échanges sont causés par le milieu fortement alcalin développé par l'hydratation du ciment. La présence de ces éléments solubles a été mise en évidence par des essais d'absorption en phase vapeur des fibres de Diss. Il est donc certain que la présence de ces fractions hydrosolubles empêche une bonne cohésion entre les matériaux [Merzoud et col 2008].

Notre étude consiste à apporter un traitement thermique par ébullition aux fibres végétales après préparation, pour extraire les constituants hydrosolubles et pallier à l'incompatibilité entre les différents matériaux des composites à matrices cimentaires et argileuses.

2.1.1.4 Traitement par ébullition

Dans le but d'extraire les éléments hydrosolubles contenus dans les fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier, un traitement par ébullition a été effectué. Ce traitement consiste à bouillir les différentes fibres séparément après découpe, pendant une durée de 4 heures. Les fibres bouillies sont alors égouttées et rincées à grande eau afin d'enlever toute trace de substances organiques, causes du retard de prise constaté lors des essais préliminaires réalisés auparavant par Merzoud sur les fibres de Diss [Merzoud et col 2008].

2.1.1.5 Dosages des sucres solubles

Les sucres sont dosés par la méthode qui utilise l'anthrone en milieu sulfurique.

- Macération du végétal dans 3ml d'éthanol à 80% pendant 48 heures pour l'extraction des sucres solubles.
- Passage des tubes en rota-vapeur pour l'évaporation de l'alcool, puis mettre 20 ml d'eau distillée dans la totalité de l'extrait.
- Après prélèvement de 2 ml d'extrait dans les tubes à essai, on ajoute 4 ml du réactif à l'anthrone.
- Les tubes à essai sont placés dans un bain marie (figure 2.8) à 60°C pendant 8 minutes. Les tubes sont refroidis dans un bain-marie de glace afin d'arrêter la réaction.
- Lecture au spectrophotomètre à ($\lambda=585\text{nm}$) après repos de 30 minutes à l'obscurité (figure 2.11).



Figure 2.10 : bain-marie de marque Memmert. **Figure 2.11** : Spectrophotomètre.

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

$$Y = 0.004X - 0.012 \quad 2.1$$

Y : Densité optique

X : Quantité des sucres

Tableau 2.1 : Sucres solubles des fibres d’Alfa, de Diss et de Palmier Dattier.

| Matières végétales | Sucres solubles (%) |
|---------------------------------------|---------------------|
| Alfa naturel (non bouilli) | 11.2 |
| Alfa bouilli | 4.85 |
| Diss naturel (non bouilli) | 25.90 |
| Diss bouilli | 1.13 |
| Palmier Dattier naturel (non bouilli) | 28.25 |
| Palmier Dattier bouilli | 6.13 |

On constate à partir du tableau 2.1, que l’ébullition diminue considérablement les pourcentages des sucres contenus dans les différentes fibres. Les taux de sucres les plus élevés des fibres naturelles sont trouvés pour les fibres de Palmier, ensuite de Diss et finalement celles d’Alfa. Pour les fibres bouillies le taux le plus élevé est donné pour les fibres de Palmier ensuite d’Alfa et enfin celles des fibres de Diss.

2.1.1.6 Propriétés physiques de fibres utilisées

2.1.1.6.1 Masse volumique apparente

C’est la masse d’un corps par unité de volume apparent du corps. C’est-à-dire du volume constitué par la matière du corps et les vides qu’elle contient, elle est donnée par la formule suivante :

$$\gamma_{app} = \frac{M}{V} \tag{2.2}$$

Avec :

γ_{app} : Masse volumique apparente ;

M : Masse nette du matériau ;

V : Volume total du matériau.

Tableau 2.2 : Propriétés physiques de fibres bouillies.

| Fibres | Masse volumique apparente (Kg/m ³) |
|-------------------------|--|
| Alfa bouilli | 32.8 |
| Diss bouilli | 31.6 |
| Palmier Dattier bouilli | 42.2 |

Chapitre 2 : Matériaux et Méthodes Expérimentales

Les masses volumiques apparentes des fibres d'Alfa, de Diss sont légèrement plus faibles que celles des fibres de Palmier Dattier due certainement à la présence des pores dans les deux premiers types.

2.1.1.6.2 Essais d'absorption des fibres par immersion

Les essais d'absorption d'eau sont effectués pour connaître le taux d'absorption à saturation, l'inertie d'absorption et le temps de saturation.

Les mesures ont été réalisées sur des échantillons de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier préalablement découpés en brins de 4 cm, bouillis et rincés.

Après séchage des fibres à l'étuve à 70°C pendant 24 heures jusqu'à stabilisation de la masse, celles-ci sont pesées pour déterminer la masse sèche des fibres $M(0)$. Cette température est choisie car, selon les travaux Le Duigou et col (2012) et Baley (2012), l'exposition des fibres à une température de 105°C pendant 14 heures, provoque une détérioration et une dégradation de la fibre conduisant à une diminution importante de ses propriétés mécaniques avec une perte de résistance à la traction de la fibre de 45%, du module d'Young de 20% et de la contrainte à la rupture (σ) sous l'effet de traction de 33%. Cette température réduit aussi, la force interfaciale entre la fibre et la matrice.

Ensuite, les échantillons de fibres sont immergés dans un bain d'eau à une température ambiante pendant (30 secondes, 2mn, 5mn, 15mn, etc... jusqu'à saturation avec un minimum de 24 heures).

Après chacune de ces périodes d'immersion, les fibres sont sorties de l'eau, essuyées et séchées superficiellement en utilisant un papier absorbant pour enlever tout excès d'eau présent sur la surface de la fibre. Les fibres sont alors pesées $M(t)$. L'essai est suivi jusqu'à stabilisation de la masse absorbée.

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

$$W (\%) = \frac{M(t) - M(0)}{M(0)} * 100 \quad 2.3$$

Où

$M(0)$: Masse sèche des fibres (g);

$M(t)$: Masse des fibres saturées, superficiellement séchées après immersion à l'instant (g).



Figure 2.12 : Essai d'absorption des fibres. **Figure 2.13 :** Essuyage des fibres par immersion.

2.1.1.6.3 Essais d'absorption par capillarité

La norme européenne NF EN 480-5 détermine le mode opératoire pour mesurer l'absorption capillaire. Cette opération consiste à déterminer le taux d'absorption par l'action capillaire, en raison des forces de succion. Des éprouvettes prismatiques de dimension (40x40x160 mm³), préalablement séchées à l'étuve à 70°C jusqu'à stabilisation de masse, sont imperméabilisées latéralement par un film plastique thermo-rétractable qui force l'eau à adopter un cheminement uni-axial. Les éprouvettes sont immergées à une profondeur de 10 mm et le niveau d'eau dans le bac est maintenu constant automatiquement pour ne pas perturber l'essai (figure 2.14). On mesure alors l'augmentation de la masse de l'éprouvette sur plusieurs échéances. A chaque fois, les éprouvettes sont essuyées légèrement puis pesées et replacées en position verticale dans le bac. Cette opération est répétée jusqu'à stabilisation de la masse.

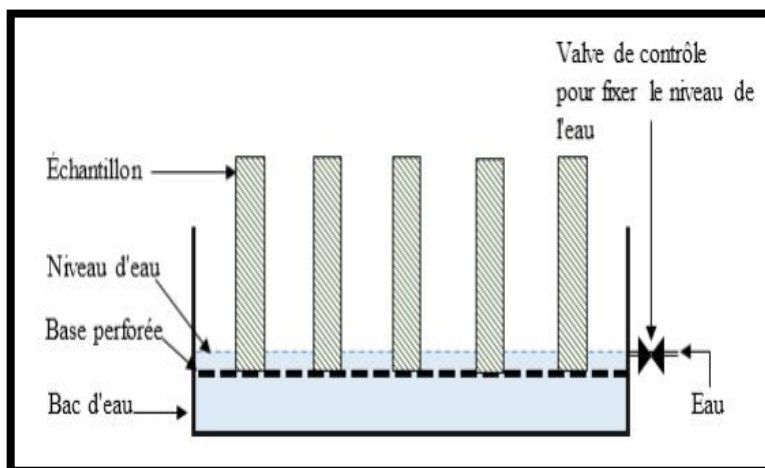


Figure 2.14 : Dispositif de mesure de l'absorption d'eau par capillarité [Al-Mohamadawi 2016].



Figure 2.15 : Essai d'absorption d'eau par capillarité (Alfa/Ciment, Diss/Ciment et Palmier/Ciment).

Le coefficient de sorptivité est déterminé à partir du suivi de l'évolution du volume d'eau absorbé par l'échantillon, rapporté à la surface de contact (40 x 40 mm) en fonction de la racine carrée du temps. La quantité d'eau absorbée est mesurée régulièrement dans le temps, par pesée à l'aide d'une balance précise au mg. La courbe d'évolution obtenue, qui est généralement une droite dans la première phase d'absorption, permet de calculer la sorptivité du matériau selon l'expression suivante:

$$i = S \cdot \sqrt{t} + i_0 \quad 2.4$$

Avec :

i : Coefficient d'absorption capillaire (mm^3/mm^2). Il a la dimension d'une longueur et correspond, au volume cumulé absorbé par unité de surface absorbante ;

S : Sorptivité du matériau ($\text{m/s}^{1/2}$) ;

i_0 : Coefficient empirique dépendant de la surface de contact de l'échantillon avec l'eau (m^3/m^2). Il correspond au remplissage instantané de pores ouverts sur la surface de l'échantillon en contact avec l'eau.

2.1.1.6.4 Essai de séchage des fibres

On a trempé les fibres végétales d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier (préalablement bouillies et rincées), coupées en brins de 4 cm dans un bain d'eau jusqu'à saturation. Des mesures de la masse ont été effectuées après avoir égoutté et éliminé les pellicules d'eau de surface.

Les échantillons sont placés dans une étuve à 70°C pendant 24h afin de mesurer la masse anhydre à l'aide d'une balance de précision à ± 0.1 mg accrochée à l'étuve et liée à un système d'acquisition de données automatique. Pour s'assurer que les échantillons sont exempts de toute

Chapitre 2 : Matériaux et Méthodes Expérimentales

trace d'humidité, il est vérifié que leur masse ne varie pas à intervalle d'une heure. La teneur en eau est calculée par la suite par différence relative de masse.

Les pesées des masses sont effectuées automatiquement à chaque 2 min d'intervalle.



Figure 2.16 : Essai de séchage des fibres (Alfa, Diss et Palmier).

2.2 Les ciments

2.2.1 Définition

Le terme « ciment » est issu du latin *coementum* qui signifie mortier. Le ciment est un liant hydraulique, c'est un matériau anhydre finement broyé, qui par simple mélange avec l'eau développe des hydrates.

Le ciment se présente comme un mélange d'oxyde basique CaO , et d'oxydes acides ou amphotères comme SiO_2 , Al_2O_3 , ou Fe_2O_3 . Il est préparé à partir d'un mélange de calcaire et d'argile (respectivement 80% et 20% en masse) calciné à 1450°C pour former le clinker. Les phases minérales qui composent un ciment sont, par ordre d'importance quantitative, des silicates calciques (C_3S , C_2S), des aluminates calciques (C_3A) et aluminoferrites (C_4AF) (tableau 2.3).

Ces phases sont rarement pures. Elles contiennent des impuretés en faible teneur dans leurs réseaux cristallins. Le clinker contient aussi des éléments mineurs (Na_2O , K_2O , MgO , CaO).

Tableau 2.3 : Composition et phases du clinker [Brahmi 2017].

| Désignation des minéraux purs | Formules | Abréviation cimentière | Dénomination | Pourcentage massique (%) |
|-------------------------------|---|---|---------------------------------|--------------------------|
| Silicate tricalcique | $3\text{CaO}, \text{SiO}_2$ | C_3S | Alite | 55 à 70 |
| Silicate bicalcique | $2\text{CaO}, \text{SiO}_2$ | C_2S | Bélite | 10 à 25 |
| Aluminate tricalcique | $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3$ | C_3A | Aluminate tricalcique ou célite | 0.5 à 13 |
| Alumino-ferrite de calcium | $2\text{CaO}, x\text{Al}_2\text{O}_3, (1-x)\text{Fe}_2\text{O}_3$ | $\text{C}_4\text{A}_x\text{F}_{1-x}, 0 < x < 0.7$ | Alumino-ferrite | 1 à 15 |

2.2.2 Catégories de Ciment : Il existe deux catégories de ciment (figure 2.17) :

2.2.2.1 les ciments alumineux ont été développés au début du 20^{ème} siècle par Bied. Ils sont composés principalement d'alumine (Al_2O_3) et de chaux. Ils sont connus pour leur prise rapide, leur résistance aux attaques chimiques et l'absence de chaux libre. Ces propriétés les rendent intéressants dans le domaine du génie civil. Ils sont utilisés pour la confection de sols industriels qui doivent supporter des attaques de toute sorte, d'ouvrages d'assainissement ou pour des ouvrages exigeant une prise rapide. Ils sont aussi utilisés pour la réalisation de réfractaires monolithiques dans le secteur de l'industrie sidérurgique ou verrière.

2.2.2.2 Les ciments Portland : Parmi tous les liants minéraux, le ciment portland est le liant qui occupe la première place par le volume de sa production mondiale et ses divers domaines d'utilisation. Portland est le nom donné par le détenteur du brevet d'invention du ciment Joseph Aspdin en 1824. Les ciments Portland, constitués majoritairement de silice (SiO_2) et de chaux (CaO) et qui sont utilisés principalement dans les ouvrages de génie civil et de bâtiment.

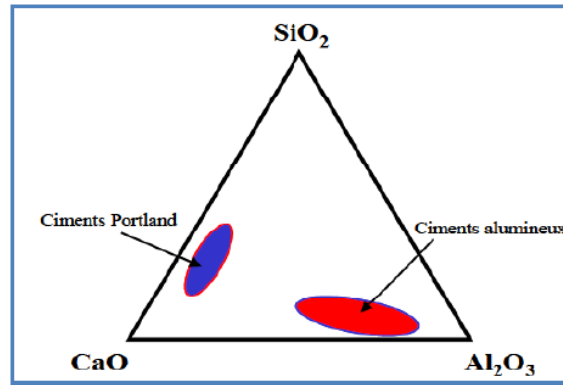


Figure 2.17 : Diagramme de phase ternaire CaO-SiO₂-Al₂O₃, et repérage des compositions de Ciment Portland et de ciment alumineux [Yahiaoui 2011].

2.2.3 Ciment utilisé

Le ciment utilisé pour la fabrication des éprouvettes est un ciment Portland de type CEM II/CPJ 42.5 conforme à la norme NEF 15-301, provenant de la cimenterie de Hadjar Essoud.

2.2.4 Hydratation du ciment portland

En présence d'eau dans le ciment, un mécanisme d'hydratation se déclenche dans l'ordre suivant : réactions d'adsorption, hydrolyse, dissolution, solvataion, précipitation, cristallisation, germination, migration et diffusion.

Dans le cas du CPA, l'hydratation correspond à une suite de réactions chimiques entre les différents composants du clinker, le gypse et l'eau. La figure 2.16 schématise les différentes réactions s'effectuant suivant un processus de dissolution précipitation très complexe. L'ordre de réaction des composants du ciment est connu : **C3A>C3S>C4AF>C2S**.

Henri Le Chatelier 1887 a élucidé le phénomène d'hydratation du ciment qui fait intervenir divers processus d'hydratation. Trois étapes principales relatives à la prise du ciment ont été décrites:

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

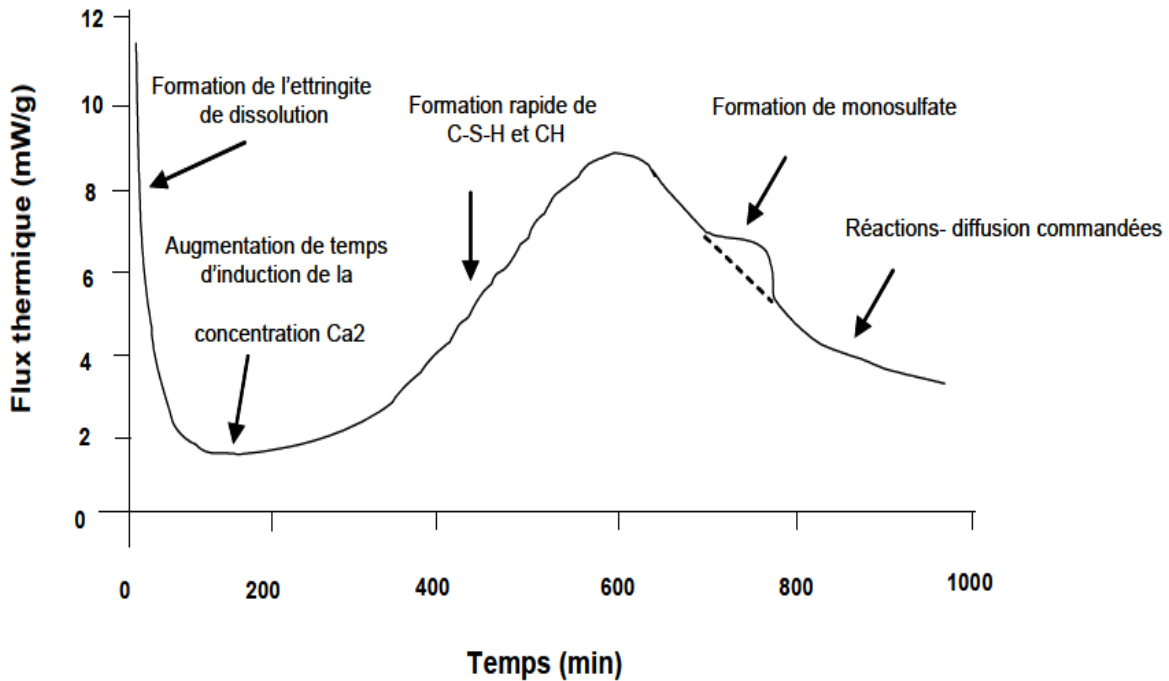


Figure 2.18 : Représentation schématique de l'hydratation du ciment [Jawed 1985].

2.2.5 Fabrication du ciment Portland

Il existe sur le marché différents types de ciments ayant des caractéristiques spécifiques diverses suivant leur composition et leur processus de fabrication (voie humide, semi-humide, voie sèche et semi-sèche) figure 2.19.

A titre indicatif, le ciment Portland est constitué essentiellement de calcaire et d'argile. Quatre constituants rentrent dans sa composition : la chaux (CaO) qui est issue de la roche calcaire, la silice (SiO_2), l'alumine (Al_2O_3), et l'oxyde de fer (Fe_2O_3) qui proviennent des argiles.

Le cru est obtenu après le broyage et l'homogénéisation de ces matières premières. Ceci est porté à une température de 1450°C , dans un four rotatif. Après cuisson, le mélange obtenu est appelé Clinker, qui est par la suite broyé et mélangé avec des sulfates de calcium (Gypse, anhydrite...) à une teneur d'environ 5% massique. Le ciment Portland est ainsi obtenu.

Des additifs minéraux sont ajoutés au clinker, tels que les fillers calcaires, cendres volantes, fumées de silice, etc... Le but de ces additions est de diminuer la consommation d'énergie nécessaire au processus de production et aussi pour limiter la teneur en dioxyde de carbone dégagé.

Les différents types de ciment, se distinguent selon la présence et le type des additions minérales.

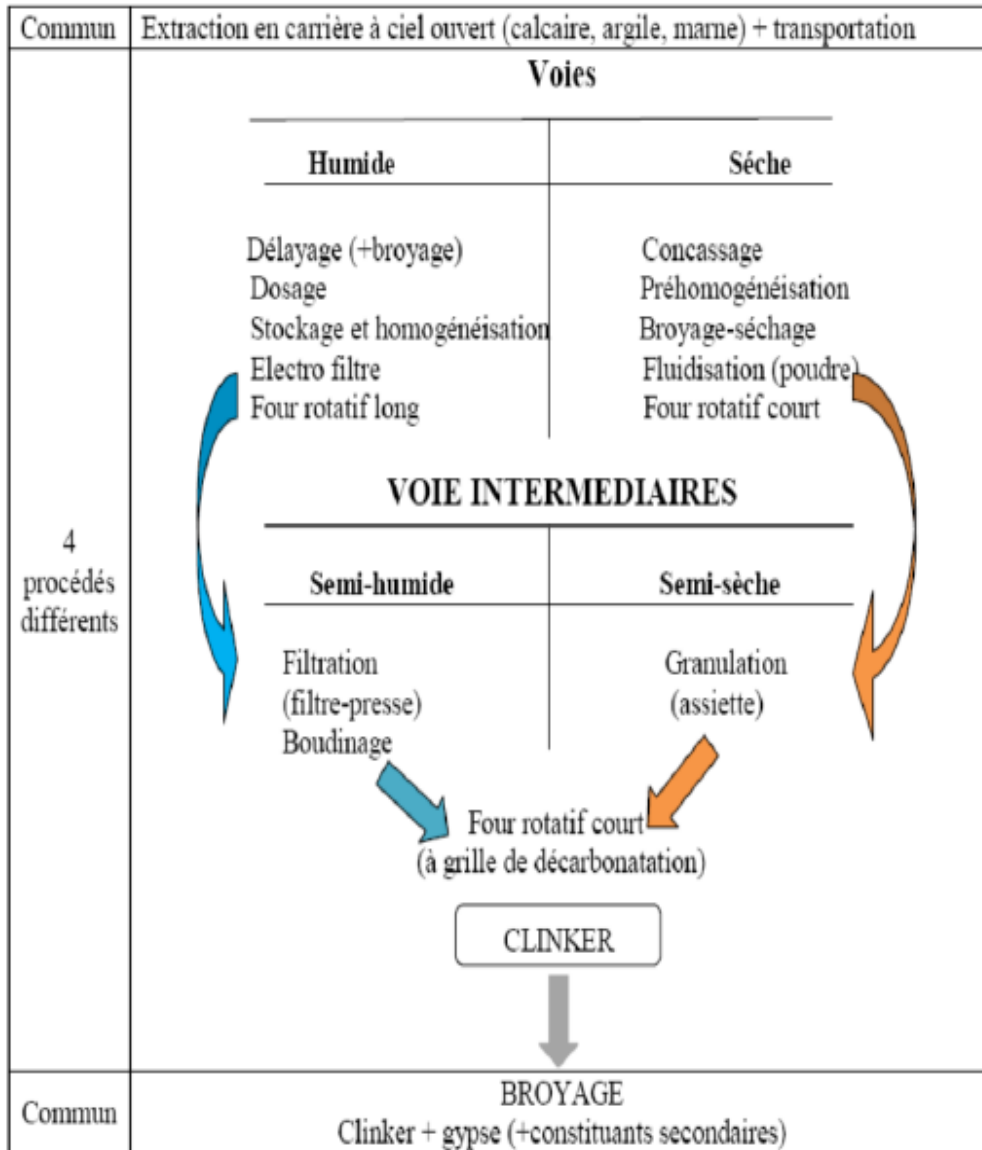


Figure 2.19 : Schéma des voies de fabrication du ciment [Benarima 2019].

2.2.6 Propriétés principales du ciment

2.2.6.1 Propriétés physiques

2.2.6.1.1 La masse volumique

a. La masse volumique absolue

Elle représente la masse de la poudre par unité de volume (vides entre les éléments exclus).

La masse volumique absolue du ciment est de l'ordre de **3080 kg/m³**.

b. La masse volumique apparente

Elle représente la masse de la poudre par unité de volume (vides entre les éléments inclus).

La masse volumique apparente du ciment est de l'ordre **1040 kg/m³**.

2.2.6.1.2 La finesse de mouture (*surface spécifique de Blaine*)

Elle est caractérisée par la surface spécifique des grains de ciment, exprimée en (cm^2/g). Dans les cas courants, elle est de l'ordre de $3213 \text{ cm}^2/\text{g}$.

2.2.6.1.3 Consistance normale

La consistance normale du ciment est obtenue selon la quantité optimale d'eau de gâchage. On utilise souvent l'appareil de Vicat équipé d'une sonde (cylindre de 10mm de diamètre) pour déterminer la consistance normale du ciment. On pèse 500 g de ciment puis on ajoute de l'eau et on remplit le moule tronconique, ensuite on lâche la sonde et on mesure l'enfoncement « d » dans la pâte de ciment. « d » est la distance entre le fond du moule et le bout de la sonde [Sabri 2010].

* $d < 5\text{mm}$ (excès d'eau);

* $d = 5\text{-}6\text{mm}$ (consistance normale);

* $d > 7\text{mm}$ (pas assez d'eau).

2.2.6.1.4 La prise

Dès que le ciment anhydre a été mélangé avec de l'eau, l'hydratation commence et les propriétés de la pâte ainsi obtenue sont évolutives dans le temps. Tant que cette hydratation n'est pas trop avancée la pâte reste plus ou moins malléable, ce qui permet de lui faire épouser par moulage la forme désirée. Mais au bout d'un certain temps, les cristaux d'hydrates prenant de plus en plus d'importance, le mélange a changé de viscosité et se raidit, on dit qu'il fait prise.

2.2.6.1.5 Le durcissement

C'est la période qui suit la prise et pendant laquelle se poursuit l'hydratation du ciment. Sa durée se prolonge pendant des mois au cours desquels les résistances mécaniques continuent à augmenter.

2.2.6.2 Propriétés mécaniques

Les ciments courants sont classés en fonction de leurs résistances mécaniques à la compression exprimées en MPa à 28 jours, cette résistance est mesurée sur des éprouvettes prismatiques $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}$, conformément à la norme NF EN196-1.

Les résultats de l'ensemble des expérimentations sont regroupés dans le tableau suivant :

Chapitre 2 : Matériaux et Méthodes Expérimentales

Tableau 2.4 : Propriétés physiques et mécaniques du ciment.

| Propriétés physiques | Résultats | Unités |
|----------------------------|-----------|--------------------|
| Masse volumique apparente | 1.04 | g/cm ³ |
| Masse volumique absolue | 3.08 | g/cm ³ |
| SSB | 3213 | cm ² /g |
| Perte au feu | 5.54 | % |
| Chaux libre | 1.20 | % |
| Consistance normale | 28.6 | % |
| Expansion | 0 | mm |
| Début de prise | 186 | min |
| Fin de prise | 228 | min |
| Résistances mécaniques | | |
| Compression (MPa) | 2j | 17.2 |
| | 7j | 38 |
| | 28j | 48 |
| Traction par flexion (MPa) | 2j | 3.90 |
| | 7j | 6.31 |
| | 28j | 7.47 |

2.2.6.3 Composition chimique

L'analyse chimique d'un clinker de ciment Portland révèle les teneurs massiques moyennes des oxydes données dans le tableau 2.5.

Tableau 2.5 : Composition chimique du ciment.

| Désignation | Résultats en % |
|------------------------------------|-----------------------|
| CaO | 62.28 |
| Al₂O₃ | 4.40 |
| Fe₂O₃ | 3.44 |
| SiO₂ | 20.54 |
| MgO | 3.22 |
| Na₂O | 0.26 |
| K₂O | 0.54 |
| Cl⁻ | 0.034 |

2.2.6.4 Composition minéralogique

Le procédé et les matières premières utilisées pour la fabrication du clinker conditionnent sa composition minéralogique.

Tableau 2.6 : Composition minéralogique du ciment.

| Désignation | Résultats en % |
|-------------------|----------------|
| SO ₃ | 2.14 |
| PAF | 4.50 |
| MS | -- |
| MAF | -- |
| C ₃ S | 56.79 |
| C ₂ S | 11.47 |
| C ₃ A | 5.85 |
| C ₄ AF | 10.46 |

2.3 Les argiles

2.3.1 Définition

Le terme argile trouve son origine dans le mot grec argilos dérivé d'argos qui signifie blanc, puis sa traduction en latin : argilla. Cette nomination par les anciens est semble-t-il due à la couleur du matériau utilisé en céramique.

L'argile résulte de l'érosion des roches sous l'effet des différents éléments de la nature, en particulier les altérations physiques dues aux variations des températures et les altérations chimiques par les eaux. La grande diversité d'argiles existant dans la nature s'explique par l'avancement et les conditions de dégradation subies. L'argile est un matériau naturel utilisé depuis l'antiquité. Elle est composée principalement de minéraux à cristallite très fine avoisinant 2 µm comme :

- Silicates d'alumine plus ou moins hydratés qui représentent 50 %.

Chapitre 2 : Matériaux et Méthodes Expérimentales

- Oxydes et hydroxydes de fer.
- Carbonates.
- Quartz.
- Matière organique sous forme de complexes argilo-humiques.

Les argiles sont utilisées dans différents domaines spécifiques en fonction de leur structure, feuilletée (phyllosilicates) ou fibreuse (sépiolite et palygorskite) ainsi que leurs propriétés physico-chimiques, comme la grande surface spécifique, la plasticité, la capacité d'adsorption d'eau et de gonflement et la faible perméabilité. Les différentes argiles sont utilisées dans plusieurs domaines comme l'industrie du bâtiment et l'industrie cosmétique. Elles sont aussi utilisées dans les technologies de dépollution des eaux, le stockage des déchets y compris les déchets nucléaires [Bentahar 2016].

2.3.2 Argile utilisée

L'argile naturelle utilisée pour la fabrication des éprouvettes est issue de la briqueterie de Treat (Région de Annaba, Algérie).

2.3.3 Structure des minéraux argileux

L'appellation phyllosilicates des minéraux argileux, vient du fait que leur structure est caractérisée par une structure en feuillets. Deux types de couches constituent ces feuillets, octaédrique et tétraédrique, dont les sommets sont occupés par les ions O^{2-} et OH^- . Ces ions chargés négativement se repoussent de manière à former une charpente. La stabilité électrostatique de l'ensemble de la structure est assurée par la présence des cations. La structure des minéraux argileux est représentée comme une association entre un feuillet et un espace interfoliaire. Deux types de couches forment le feuillet [Bentahar 2016] :

- La couche tétraédrique formée par un atome central A, en principe le silicium, entouré de quatre atomes d'oxygène (figure 2.20). Chaque tétraèdre est lié aux autres tétraèdres voisins en partageant trois angles. L'association de six tétraèdres forme une cavité hexagonale. L'épaisseur de la couche tétraédrique est de 4,6 Å.
- La couche octaédrique est formée par un atome central A, souvent l'aluminium, entouré par des atomes d'oxygène et des groupements hydroxyles (figure 2.20). Chaque octaédrique est connecté aux autres octaèdres voisins en partageant uniquement les arrêts entre eux. L'épaisseur de cette couche octaédrique est de 5,05 Å.

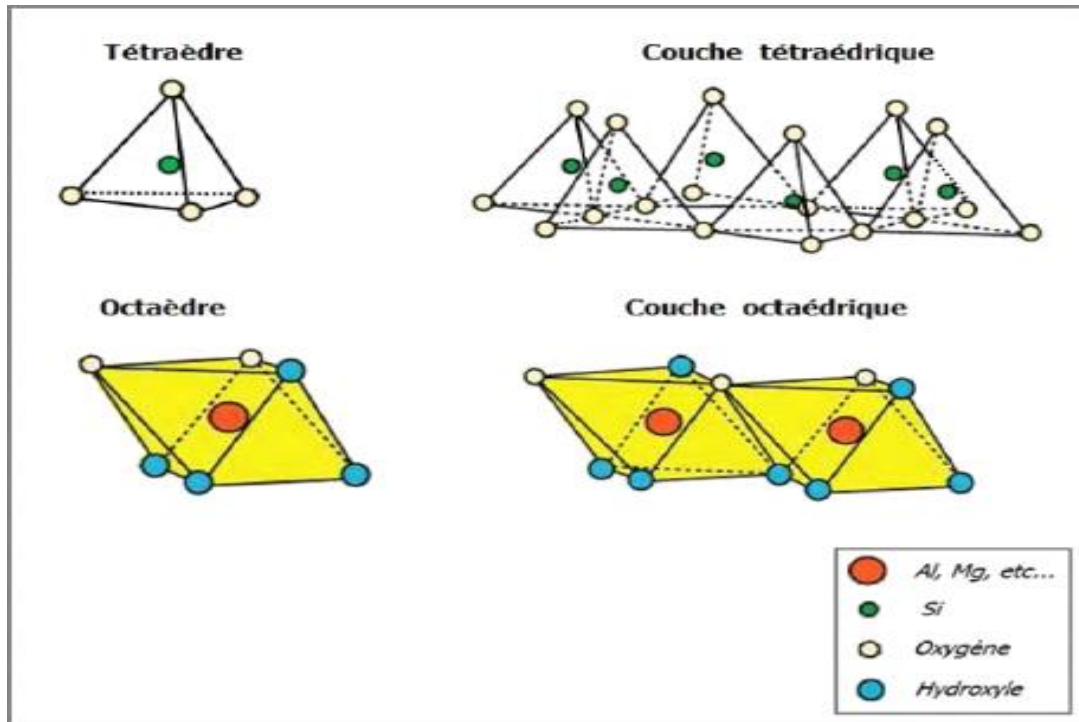


Figure 2.20 : Représentation des couches tétraédrique et octaédrique [Bentahar 2016].

2.3.4 Les différentes catégories d'argiles

Il existe quatre groupes d'argiles classées en fonction de l'épaisseur et de la structure du feuillet [Abakar 2018] :

- Minéraux à 7 Å d'épaisseur : Le feuillet identifié par T : O ou 1 : 1, est composé d'une couche octaédrique et d'une couche tétraédrique ;
- Minéraux à 10 Å d'épaisseur : Le feuillet identifié par T : O : T ou 2 : 1 est composé d'une couche octaédrique et de deux couches tétraédriques ;
- Minéraux à 14 Å d'épaisseur : Le feuillet identifié par T : O : T est composé de couches octaédriques interfoliaires par alternance;
- Un mélange régulier des différents groupes présentés dans le tableau 2.7 donne des minéraux argileux interstratifiés formant des feuillets d'épaisseurs variables. La classification des phyllosilicates est réalisée grâce à la valeur de la charge permanente du feuillet.

Tableau 2.7 : Classification des phyllosilicates [Abakar 2018].

| Nature du feuillet | Nature des cations interfoliaires | Groupe | Nature de la couche octaédrique | Exemples |
|--------------------|-------------------------------------|---------------------------|---------------------------------|---|
| 1 : 1 | Pas de cation ou seulement de l'eau | Kaolinite | Diocatédrigue | Kaolinite, halloysite, nacrite, dickite |
| 2 : 1 | Pas de cation | Pyrophyllites | Diocatédrigue | Talc |
| | Cations hydratés et échangeables | Smectites | Diocatédrigue | Montmorillonite, nontronite, beidellite, saponite |
| | | Vermiculites | Diocatédrigue | Vermiculite dioctatédrigue à trioctatédrigue |
| | Cations monovalents non hydratés | Micas | Diocatédrigue | Muscovite, Illite, Paragonite, biotite |
| | Cations divalents non-hydratés | Micas durs | Diocatédrigue | Margarite, clintonite |
| | Hydroxyles | Chlorites | Diocatédrigue | Donbassite, sudoite, Clinochore |
| 2 : 1 fibré | / | Palygorskites, Sépiolites | Diocatédrigue | Sépiolite, Palygorskite |

2.3.5 Les différents types d'argiles

Le tableau 2.7 donne un aperçu des différentes variétés de familles d'argiles qui composent des dizaines d'espèces. Les trois grandes familles qui les représentent sont la Kaolinite, l'Illite et la montmorillonite qui existent un peu partout dans le monde en différentes proportions.

2.3.5.1 La kaolinite

Les kaolinites sont représentées par les minéraux argileux (1 : 1 ou T-O) de 7,2 Å d'épaisseur (figure 2.21 et 2.22). Pour deux feuillets superposés, une liaison hydrogène (O-H) forte est créée entre les H⁺ de la surface inférieure et les O⁻ de la surface supérieure. Les minéraux argileux kaolinites sont stables et leurs structures élémentaires sont protégées vis-à-vis de l'eau. En effet, la liaison hydrogène et la liaison de Van der Waals assure une grande stabilité de sorte à faire face à l'action de l'eau.

La forte liaison hydrogène entre les feuillets de la kaolinite s'explique par la faible valeur de la surface spécifique avoisinant $45\text{m}^2.\text{g}^{-1}$ et le nombre élevé de feuillets par particule [Abakar 2018].

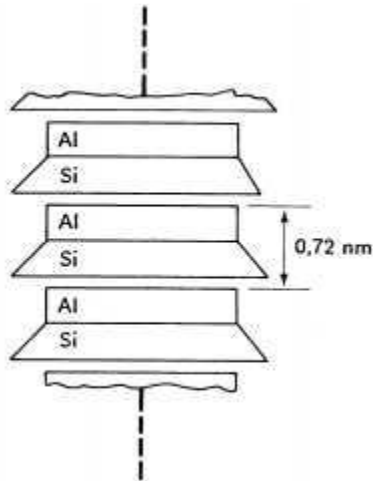


Figure 2.21 : Structure schématique de la kaolinite [Lambe 1953].

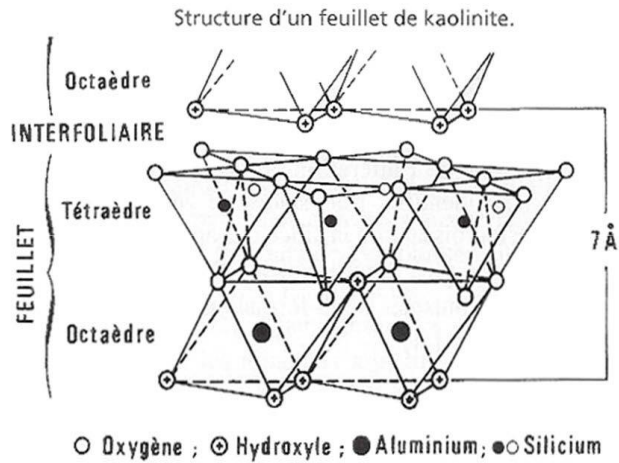


Figure 2.22 : Vue isométrique de la structure atomique de la kaolinite [Grim 1959].

2.3.5.2 La montmorillonite

La montmorillonite est constituée des feuillets élémentaires de type 2 pour 1 ou T : O : T. Elle est caractérisée par deux couches tétraédriques de silice entourée d'une couche octaédrique d'alumine. L'empilement des feuillets n'est pas ordonné (chaque feuillet est tourné dans son plan par rapport au précédent et a une extension latérale extrêmement importante par rapport à son épaisseur qui est estimé à $9,6 \text{ \AA}$) (figure 2.23 et figure 2.24).

En plus, la montmorillonite gonfle considérablement en présence d'eau. En effet, les molécules d'eau s'infiltrent entre ses feuillets. L'épaisseur des feuillets augmente en fonction de la nature des cations compensateurs et la présence d'humidité. Ces épaisseurs varient de $9,6 \text{ \AA}$ à 15 \AA [Abakar 2018].



Figure 2.23 : Schéma de la structure de la montmorillonite [Lambe 1953].

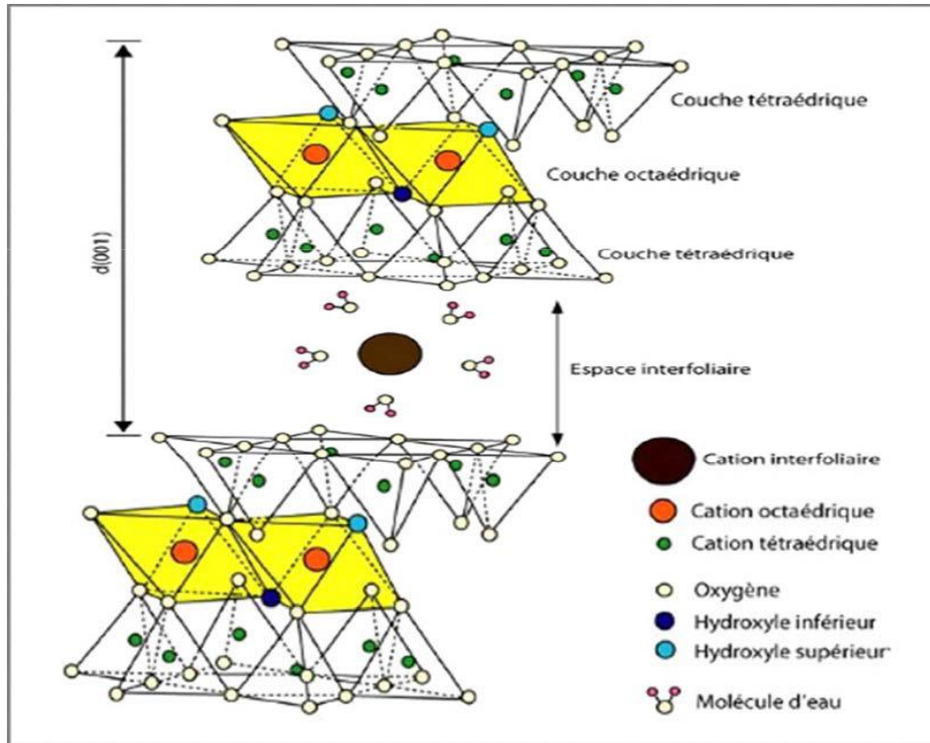


Figure 2.24 : Structure de la montmorillonite [Reinholdt 2001].

2.3.5.3 L'illite

L'illite a une structure de type 2 pour 1, se différencie par rapport à la montmorillonite du fait que cette dernière présente un déficit de charge qui s'explique par le remplacement des ions par des cations de potassium K^+ (figure 2.25). Les cations potassium K^+ remplissent la cavité dans laquelle ils sont logés. Les ions potassium anhydre quant à eux, leur rôle est d'assurer une liaison forte entre les feuillets empêchant la pénétration des molécules d'eau entre ces feuillets tout en maintenant l'espace interfoliaire fixe à 9,6 Å. Par conséquent, la stabilité de l'illite en présence d'eau est plus importante que celle de la montmorillonite [Abakar 2018].

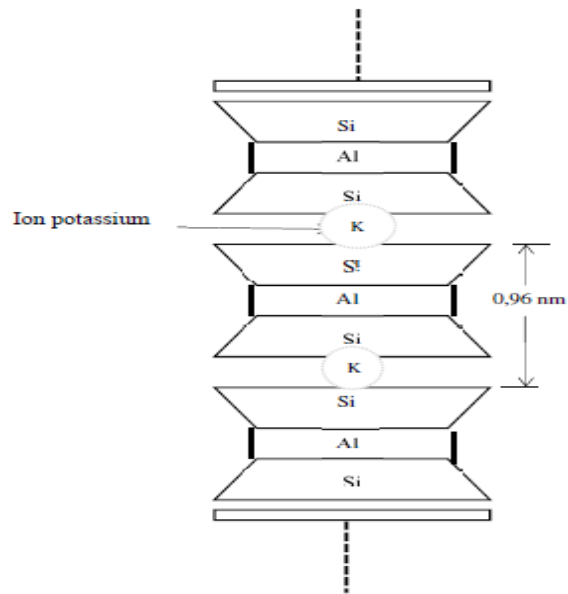


Figure 2.25 : Schéma de la structure de l'illite [Abakar 201].

2.3.6 Propriétés et rôle des minéraux argileux

La structure en feuillets, la charge négative et la petite taille des particules, déterminent les propriétés particulières des minéraux argileux. Des solutions colloïdales sont formées avec l'eau, qui flocculent lorsque les charges de surfaces des particules sont neutralisées par des ions. En fixant l'eau à leur surface par adsorption, les argiles augmentent de volume par gonflement. L'argile sèche développe une tension de succion importante pour l'eau. En présence d'eau, la tension de succion diminue, l'ensemble eau-argile passe par trois principaux états : état plastique, état visqueux, solution colloïdale par dispersion des particules d'argiles dans l'eau. En se desséchant, l'argile se rétracte et se casse par des fentes de retrait. Les minéraux argileux sont donc susceptibles de capter d'importantes quantités de cations présents dans une phase aqueuse mise en leur contact. Ce phénomène de rétention est appelé phénomène d'échange cationique [Choufa 2013].

2.3.7 Caractéristiques des argiles de couleur marron de la région de Treat (Annaba)

Les caractéristiques physiques et mécaniques de l'argile de la briqueterie de Treat sont reportées sur le tableau 2.8 :

Tableau 2.8 : Caractéristiques de façonnage de l'argile marron.

| | |
|---|-------|
| Eau de façonnage (en % de la masse sèche) | 23.8 |
| Evaluation de la plasticité | Bonne |
| Densité en humide (g/cm ³) | 2.1 |
| Densité en cru (g/cm ³) | 2.0 |
| Résistance à la traction par flexion trois points sur éprouvette en cru sec (MPa) | 7.4 |
| Valeur de la dureté mesurée au pénétromètre (Kg/cm ²) | 2.1 |
| Défauts de séchage apparents | Aucun |

L'argile marron avec de telles caractéristiques demande une quantité d'eau de façonnage un peu plus élevée.

Tableau 2.9 : Caractéristiques de la courbe de Bigot.

| | |
|--|------|
| Eau de façonnage (en % de la masse sèche) | 23.9 |
| Eau colloïdale (en % de la masse sèche) | 12.9 |
| Eau d'interposition (en % de la masse sèche) | 11.0 |
| Retrait de séchage (en % de la longueur sèche) | 6 |
| Retrait en fin de séchage (en % de la masse sèche) | 6.8 |
| Pente de la partie linéaire | 2.2 |

L'allure de la courbe de Bigot laisse présager un séchage sans difficultés.

La fin de séchage risque d'être énergétiquement coûteuse dans le cadre d'un séchage rapide

Tableau 2.10 : Analyse granulométrique (teneurs massiques).

| Référence échantillon | % de grains < 2.5 µm | % de grains > 40 µm | % de grains > 500 µm | Diamètre de grains maximal | Présence de grains effervescents > 200 µm |
|-----------------------|----------------------|---------------------|----------------------|----------------------------|---|
| 00773-2 | 64.2 | 17.6 | 2.3 | 4 mm | Quelques grains |

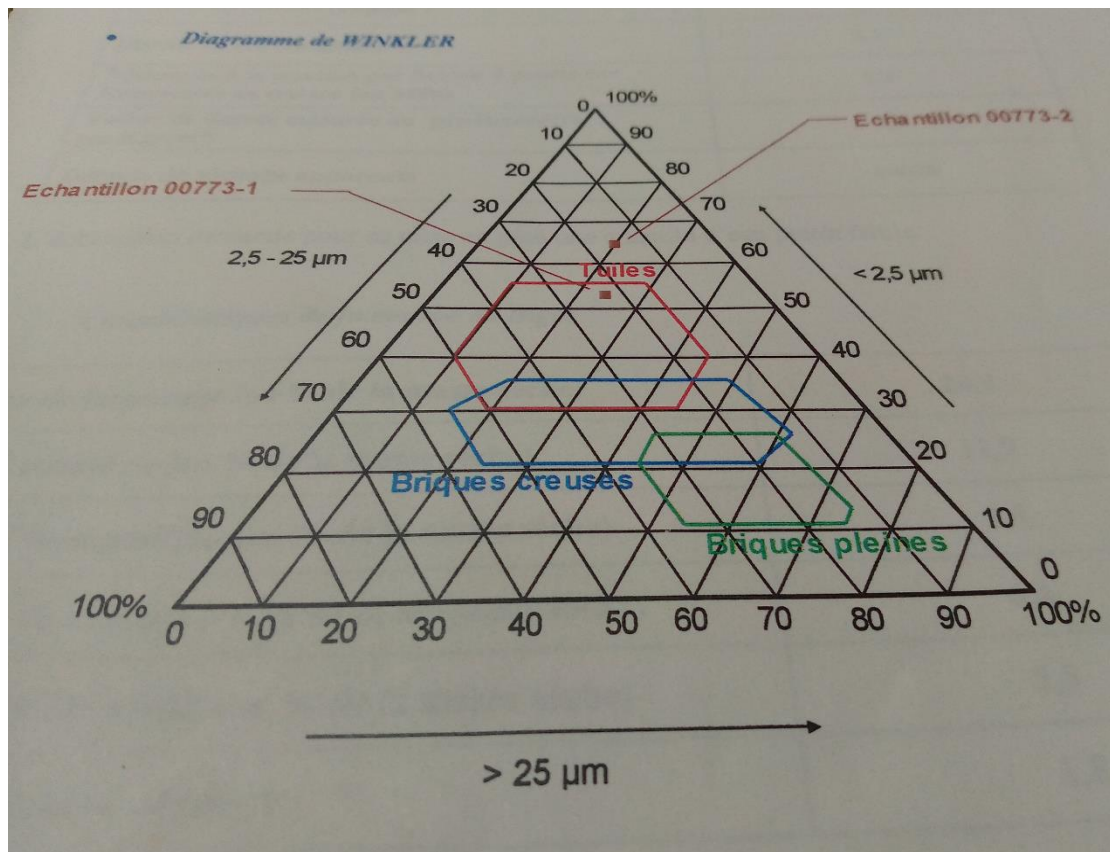


Figure 2.26 : Diagramme de Winkler des différentes argiles de la région de Treat (Annaba).

2.3.8 Préparation de l'argile pour les gâchées

L'argile extraite du gisement de la région de Treat (W. Annaba) a été initialement passé au broyeur de l'usine, voir figure 2.27.



Figure 2.27 : Broyage de l'argile en usine.

Une fois l'argile extraite, on l'a traitée avec un broyeur à boulets du laboratoire de génie civil de l'Université Badji Mokhtar de Annaba, de façon à avoir des fines dont le diamètre inférieur à 0.08 mm comme on le voit sur la figure 2.28 et 2.29.



Figure 2.28 : Broyage à boulets.



Figure 2.29 : Argile utilisée.

2.4 Eau de gâchage

L'eau utilisée pour le gâchage des composites est de l'eau de robinet du «Laboratoire de Génie Civil, Université Badji Mokhtar, Annaba ».

Les résultats de l'analyse chimique de l'eau sont représentés dans le tableau 2.11 selon la norme NF P18-303 relative à la concentration en matières en suspension et sel dissout.

Tableau 2.11 : Résultats des analyses de l'eau du réseau (station de Chaiba-Wilaya d'Annaba).

| Turbidite (NTU) | Conductivité (µs/cm) | T (°C) | PH | Demande en Chlore (mg/l Chlore) | | Degré Chlorométrique (° chl) | |
|--------------------|-------------------------|--------|------|---------------------------------------|-----|---------------------------------|-------|
| | | | | min | max | min | max |
| moyenne | | | | | | | |
| 5 | 550.5 | 12.55 | 7.28 | 1.75 | 2 | 37.31 | 44.16 |

2.5 Influence des substances hydrosolubles contenues dans les fibres végétales sur la prise du ciment

Le but de cet essai est de démontrer l'influence des constituants hydrosolubles des fibres végétales sur le retard de prise du ciment. Un appareil d'essai Vicat est utilisé pour ces essais. Dans le premier mélange eau/ciment, nous avons utilisé l'eau de robinet, concernant les autres échantillons, nous avons utilisé l'eau d'ébullition d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier séparément. Le rapport massique Eau/Ciment utilisé pour tous les échantillons est de 0.25.

Tableau 2.12 : Essais de prise.

| Mélange | Eau de robinet/Ciment | Eau d'ébullition d'Alfa/Ciment | Eau d'ébullition du Diss/Ciment | Eau d'ébullition de Palmier Dattier/Ciment |
|----------------|-----------------------|--------------------------------|---------------------------------|--|
| Temps de prise | | | | |
| Début | 4H00 | 6H30 | 7H20 | 8H00 |
| Fin | 6H00 | 14H00 | 15H30 | 16H30 |

Dans le tableau ci-dessus, nous remarquons un retard de début et de fin de prise du mélange eau d'ébullition des fibres/ciment par rapport au mélange eau de robinet/ciment. Ces résultats

sont dus essentiellement à la présence de l'hémicellulose et des sucres contenus dans les fibres d'Alfa, de Diss, et de Palmier Dattier.

2.6 Méthode d'élaboration et de caractérisation des composites étudiés

2.6.1 Formulation et élaboration des composites étudiés

La formulation utilisée pour élaborer des composites à matrices cimentaires à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier est 4 : 1 : 0.7, ça correspondait à la formulation optimale trouvée par Sellami (2015).

La formulation utilisée pour élaborer des composites à matrices argileuses à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier est 4 : 1 : 0.5. Le rapport E/A a été pris égal à 0.5 à la suite des essais préliminaires, où on a fait varier ce rapport de 0.4 à 0.6.

Les formulations adoptées pour tous les composites sont comme suit :

- 4 volumes de fibres;
- 1 volume de ciment ou d'argile;
- Un rapport E/C égal à 0.7;
- Un rapport E/A égal à 0.5.

Ce rapport E/C comprend l'eau absorbée par les fibres vu leur fort taux d'absorption et le reste sert à l'hydratation du ciment pendant le malaxage et la cure des éprouvettes.

Des mélanges témoins effectués (pâte de ciment pure et pâte d'argile pure) pour faire la comparaison avec les différents composites élaborés.

À partir de la formulation optimale utilisée, on a élaboré des composites avec des fibres bouillies séchées et des fibres bouillies prémouillées. Cette opération de prémouillage permet aux fibres d'absorber l'eau nécessaire pour leur saturation, et en utiliser le reste pour la réaction d'hydratation avec la pâte de ciment.

2.6.2 Confection des éprouvettes et conservation

Pour l'élaboration des composites à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier nous avons utilisé deux méthodes de mise en œuvre à savoir, l'utilisation d'une table à chocs pour les premiers essais et la méthode de pré compression pour les seconds.

Tableau 2.13 : Etapes de préparation et de suivi.

| | |
|---|--|
| <p>Préparation des matériaux (fibres, ciment et eau), (fibres, argile et eau).</p> |  <p>The image shows three metal sieves filled with fibrous material, likely straw or hemp, arranged on a wooden surface. Below them are two buckets: one containing a grey powder (cement) and the other containing a reddish-brown powder (clay).</p> |
| <p>Découpe des fibres à 2 cm, 4 cm, 6 cm et 8 cm.</p> |  <p>The image shows a pile of cut green fibers, likely hemp or flax, on a white surface.</p> |
| <p>Broyage des fibres dans un broyeur à couteaux à découpe parallèle, avec une maille de 10 mm.</p> |  <p>The image shows a mechanical grinder with a hopper for fibers and a collection bag for the ground material. The grinder is white and has a circular opening for the fibers.</p> |

Traitement thermique des fibres :
Ebullition pendant 4 heures. Cette
opération a pour but d'extraire les
constituants hydrosolubles.



Séchage des fibres traitées en
utilisant une étuve à 70°C jusqu'à
masse constante.



Utilisation des fibres traitées
séchées pour le premier groupe
d'échantillons.



Utilisation des fibres traitées
prémouillées pour le second
groupe d'échantillons.





Malaxage des éléments entrant
dans la composition des
composites à matrices cimentaires
d'une part et argileuses d'autre
part et préparation des moules.



Confection des composites dans
des moules de dimensions 40 x 40
x 160 mm, en utilisant une table à
chocs pour les premiers essais et
la technique de précompression
pour les seconds.



| | |
|--|--|
| <p>Les échantillons à matrice cimentaire issus de la table à choc et ceux confectionnés par précompression sont démoulés et conservés par lot de trois éprouvettes dans une salle de conservation dont la température est réglée à $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ et l'hygrométrie à $\text{HR}=90\%$ pour une période de 28 jours. Avant les essais, les éprouvettes sont séchées dans une étuve ventilée à 70°C jusqu'à masse constante.</p> |  |
| <p>Les échantillons à matrice argileuse sont placés à l'air libre.</p> |  |

2.7 Description de l'équipement utilisé pour les essais mécaniques

La machine d'essais universelle hydraulique manuelle de table **Zwick /Roell** de capacité **20 KN** permettant d'effectuer des essais sur des éprouvettes. La machine permet selon les accessoires optionnels d'effectuer des tests de traction, compression, flexion. L'acquisition des courbes force-déplacement ou contrainte-déformation sont obtenues à l'aide d'un extensomètre et d'une

interface d'acquisition de données avec logiciel. Il est impératif de bien introduire les paramètres de calcul.



Figure 2.30 : Machine de traction Zwick/Roell 20 KN.

2.8 Essais mécaniques

2.8.1 Essai de traction

Les essais de traction directe des fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier Dattier ont été réalisés à l'aide de la machine **Zwick/Roell 20KN**, Le banc d'essai est équipé de mors auto serrant et d'une cellule de force ayant une capacité de 20 kN. Son pilotage se fait par le logiciel Test Expert qui permet à la fois de consigner les paramètres d'essais, d'acquérir et de traiter les données automatiquement.

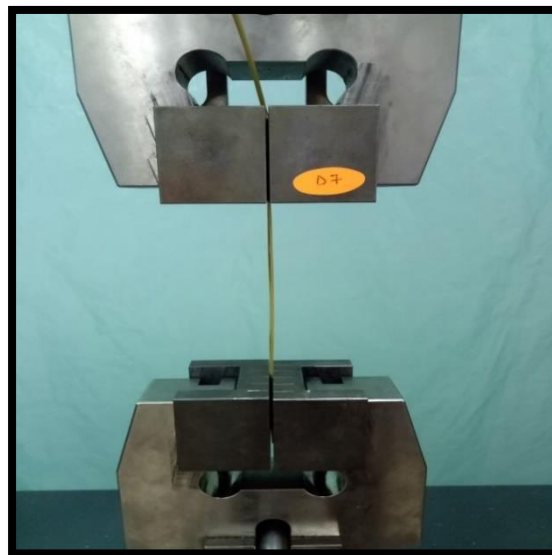


Figure 2.31 : Essai de traction des fibres végétales.

2.8.2 Essai de traction par flexion

L'essai de traction par flexion trois points a été réalisé sur des éprouvettes 40 x 40 x 160 mm, aussi bien pour les matrices cimentaires et argileuses. Ils ont été réalisés conformément à la norme EN 196-1, à l'aide d'une machine de type **Zwick/Roell 20 KN** équipée d'un système d'acquisition de données automatique (figure 2.30).

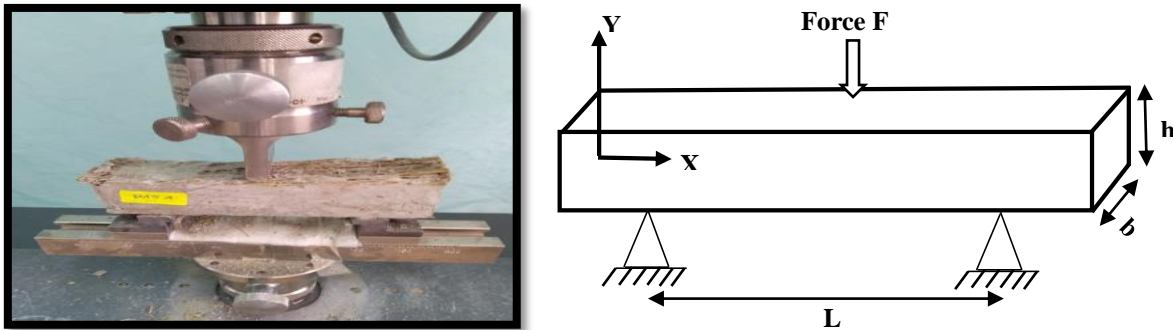


Figure 2.32 : (a) Montage de flexion 3 points (b) Schéma de l'éprouvette de flexion.

La contrainte de flexion est donnée par la formule suivante :

$$\sigma_{xx} = \frac{3 F L}{2 b h^2} \quad 2.5$$

F : est la force appliquée;

L : est la distance entre les appuis;

h et b sont respectivement la hauteur et la largeur de l'éprouvette.

2.8.3 Essai de compression

Les essais de compression sont réalisés sur la moitié des éprouvettes testées en flexion (figure 2.31). Les essais de compression sont réalisés conformément à la norme EN 196-1, à l'aide du même appareil de type **Zwick/Roell 20 KN**, équipé d'un système d'acquisition. La charge est appliquée perpendiculairement au sens du coulage.



Figure 2.33 : Essai de compression.

L'expression de la contrainte de compression est :

$$\sigma_c = \frac{F_c}{A} \quad 2.6$$

Où

F_c : charge de compression

A : surface de contact.

Conclusion

Les études réalisées sur les composites à base de fibres naturelles traitées (Alfa, Diss et Palmier) ont été élaborés suivant des protocoles habituellement utilisées dans la bibliographie pour manque de normes spécifiques aux composites à fibres végétales ou autres. On a généralement adopté les normes françaises ou européennes applicables aux mortiers pour certains essais, tel que la flexion ou la compression.

Nous avons pu de déterminer les caractéristiques physiques des différents composants rentrant dans la préparation des composites, et leurs modes de préparation.

Nous avons également présenté les différents processus de fabrication et de mise en œuvre des composites à travers les différentes étapes de préparation des fibres jusqu'à l'obtention des composites, prêt pour les essais mécaniques, essais de capillarité.

**Chapitre 3 :
Morphologie des fibres**

3.1 Introduction

La microscopie électronique à balayage combinée à la microanalyse de l'énergie dispersive des rayonnements (MEB-EDX) permet d'effectuer des enquêtes de routine et plus puissantes. Il présente l'avantage de pouvoir réaliser une analyse quantitative aussi bien sur un échantillon de plusieurs centimètres carrés que sur des particules de quelques microns seulement. Cette méthode est destinée aux matériaux inorganiques. L'utilisation d'un canon à effet de champ permet d'obtenir des images en très haute résolution grâce au grossissement jusqu'à x 1 000 000.

En couplant la spectrométrie à dispersion d'énergie au MEB, il est possible de déterminer la composition chimique de l'élément analysé. Il suffit d'observer les rayons X générés par l'échantillon, ces derniers sont transcrits sous la forme d'un spectre où apparaissent des pics d'intensité variable, caractérisant les éléments métalliques ou minéraux présents.

Les résultats obtenus par MEB-EDX peuvent être utilisés pour déterminer la nature de charges minérales ou métalliques ou pour étudier les surfaces des éléments, texture, vides, épines, stries, etc...

3.2 Analyses par microscopie électronique

La microstructure de la fibre a été étudiée à l'aide d'un MEB FEI Quanta 250 (figures 3.1 et 3.2). Les fibres sont placées dans l'échantillonneur (figure 3.4), qui peut supporter huit échantillons et adapté à l'analyse au MEB. Il fonctionne avec une tension d'accélération de 30 kV et 30 mm de distance de travail. Les tiges ou fibres ont été placées horizontalement pour les analyser suivant leur partie fibreuse. Une ligne de contour est choisie de manière interactive dessinée pour délimiter la section à étudier de la fibre, qui sera traitée chimiquement à l'EDX (Energy Dispersive X-ray analysis).



Figure 3.1 : Microscope Electronique à balayage type Quanta 250.



Figure 3.2: Ecrans associés pour visionnage des images au MEB et analyse chimique.

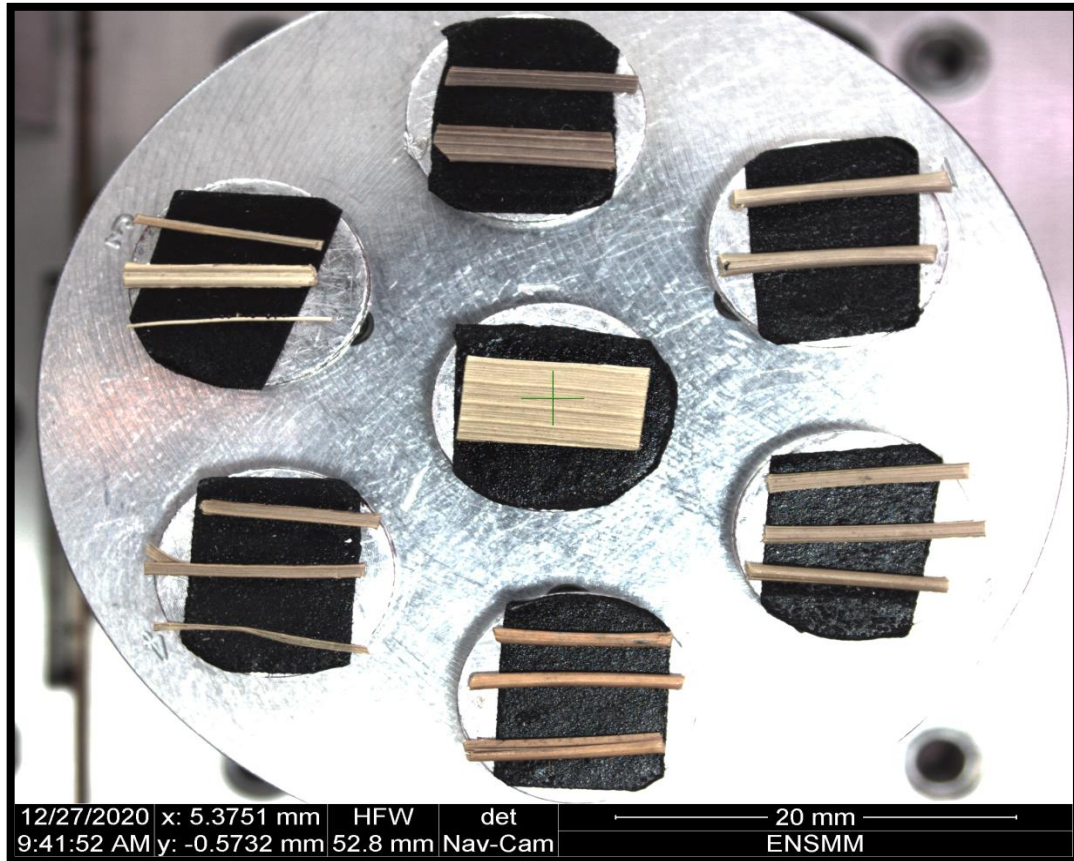


Figure 3.3 : Image de l'échantillonneur.

3.3 Analyse des échantillons au MEB et à l'EDX

Pour mieux comprendre la morphologie des fibres utilisées dans notre thèse, nous avons utilisé les tiges de plantes choisies au préalable, et également les fibres très fines, qui sont le résultat du broyage des tiges. Nous avons pour chacune de ces catégories de tiges et de fibres, analysé les échantillons à l'état naturel et d'autres traitées thermiquement. Ceci nous permettra de comprendre ce qu'offre le traitement comme changement à l'eau bouillie à ces échantillons.

Pour chaque prise de vue, nous avons utilisé plusieurs agrandissements jusqu'à atteindre l'agrandissement maximal, qui permet de visionner le plus de détails, qui sont utiles pour notre recherche.

L'analyse des fibres utilisées avec l'EDX (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), nous a permis de déterminer les composants chimiques contenus dans les différents échantillons.

Etant donné, que les tiges ou fibres présentent différentes phases sur une surface choisie, les analyses chimiques ont été prises dans les différentes phases observées, pour cibler les composants chimiques qu'elles renferment. Nous avons également à chaque tige ou fibre pris également une vision globale de la section choisie.

3.3.1 Images au MEB et constituants chimiques des tiges d'Alfa naturel

3.3.1.1 Images au MEB

Les images de faces extérieures des tiges d'Alfa naturel ont été visionnées avec une magnitude de 200 à 6000, nous avons représenté celles prises de 800 à 6000, qui sont représentées sur la figure 3.4.

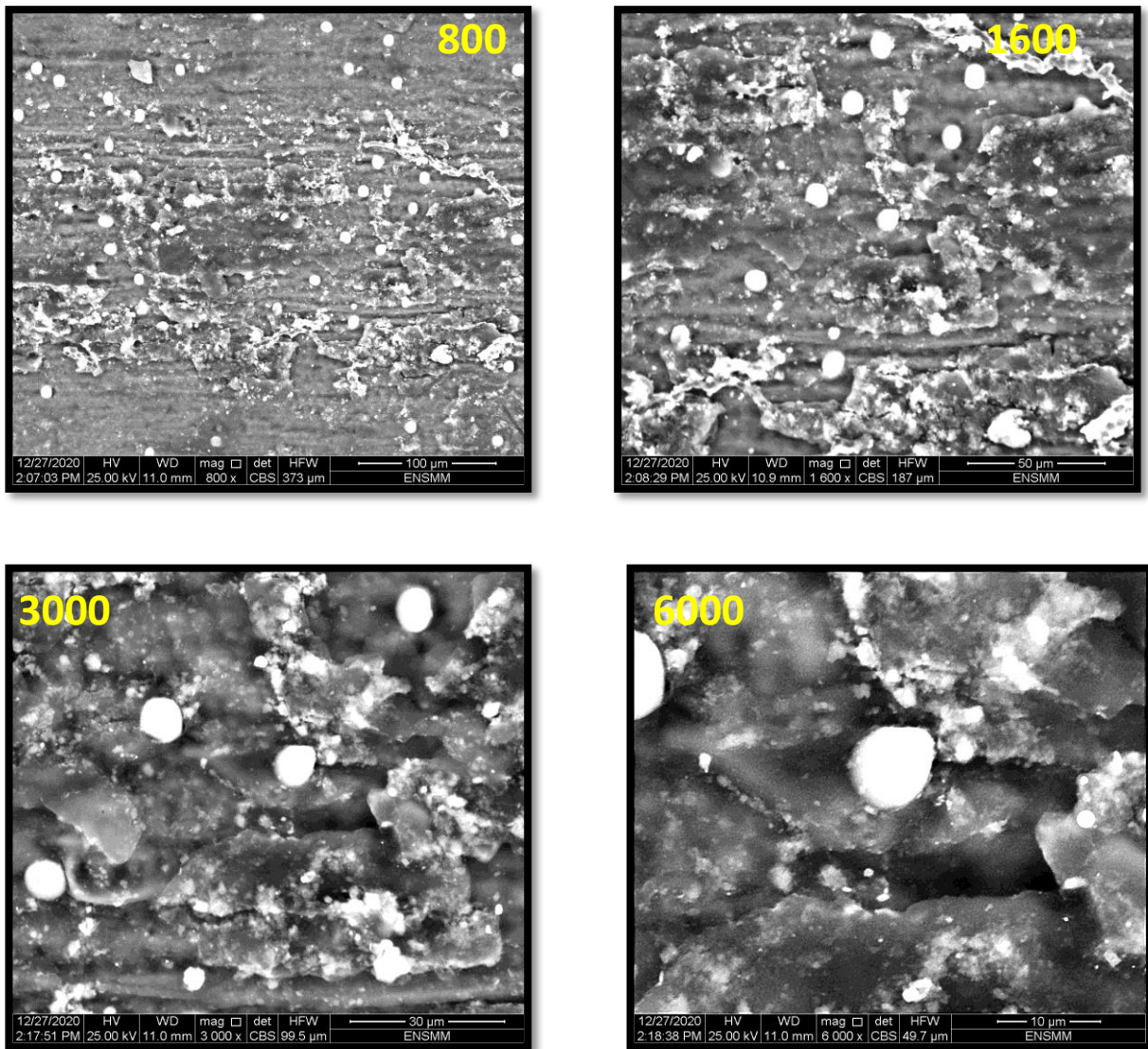


Figure 3.4 : Image MEB des tiges d'Alfa naturel, Mag 800, 1600, 3000 et 6000.

3.3.1.2 Analyse chimique

Les surfaces des tiges non bouillies d'Alfa présentent des surfaces en majorité sombres, et des zones blanches, pour cela nous avons analysé ces différentes phases de la surface des tiges d'Alfa naturel.

L'analyse chimique de la tige d'Alfa naturel est représentée sur la figure 3.5, et les résultats des principaux constituants chimiques des différentes zones sont représentés sur le tableau 3.1.

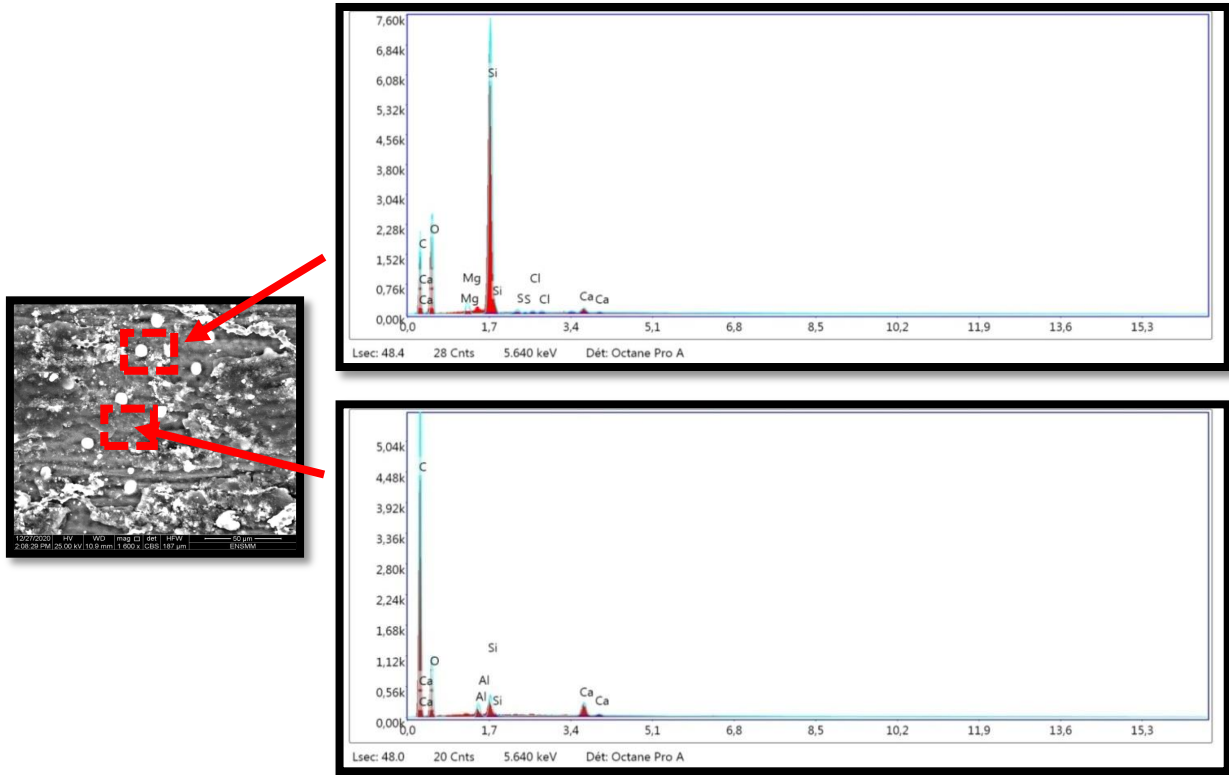


Figure 3.5 : Analyse à l'EDX de la tige d'Alfa naturel.

Tableau 3.1 : Constituants chimiques de la tige d'Alfa naturel.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 54.98 | 8.83 | 78.27 | 4.72 | 69.88 | 8.83 |
| O K | 36.97 | 10.06 | 20.98 | 11.51 | 27.89 | 10.90 |
| SiK | 7.27 | 6.55 | 0.32 | 7.94 | 0.83 | 7.93 |

3.3.2 Images au MEB et constituants chimiques des tiges d'Alfa bouilli

3.3.2.1 Images au MEB

Les images de faces extérieures des tiges d'Alfa bouilli ont été visionnées avec une magnitude de 100 à 3000, nous avons représenté celles présentant un agrandissement de 400 à 3000, qui sont représentées sur la figure 3.6.

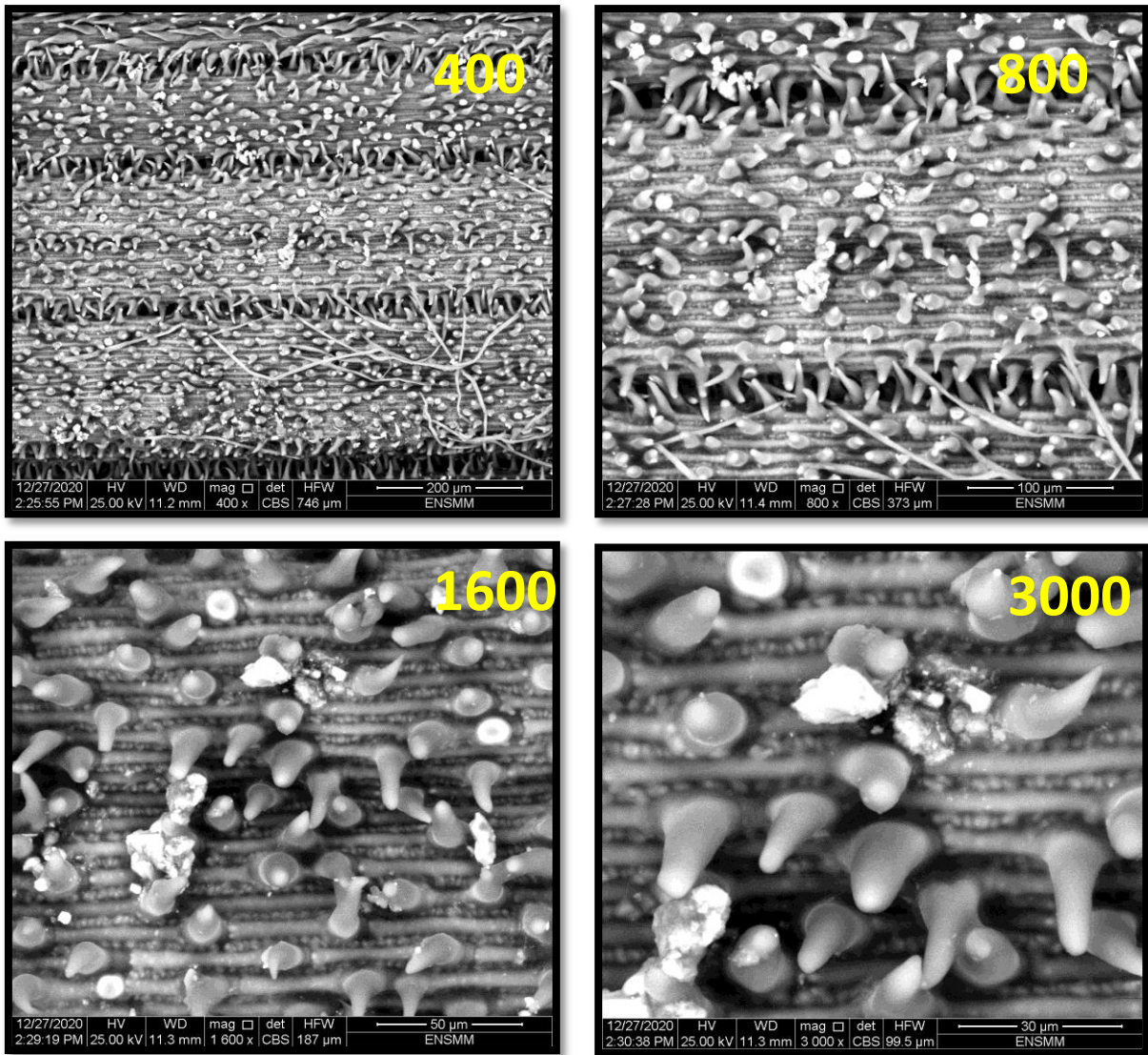


Figure 3.6 : Image MEB des tiges d'Alfa bouilli, Mag 400, 800, 1600, 3000.

3.3.2.2 Analyse chimique

Les surfaces des tiges d’Alfa bouilli, présentent des surfaces en majorité sombres, et des zones blanches, pour cela nous avons analysé ces différentes phases de la surface des tiges d’Alfa bouilli.

L’analyse chimique de la tige d’Alfa bouilli est représentée sur la figure 3.7, et les résultats des principaux constituants chimiques des différentes zones sont représentés sur le tableau 3.2.

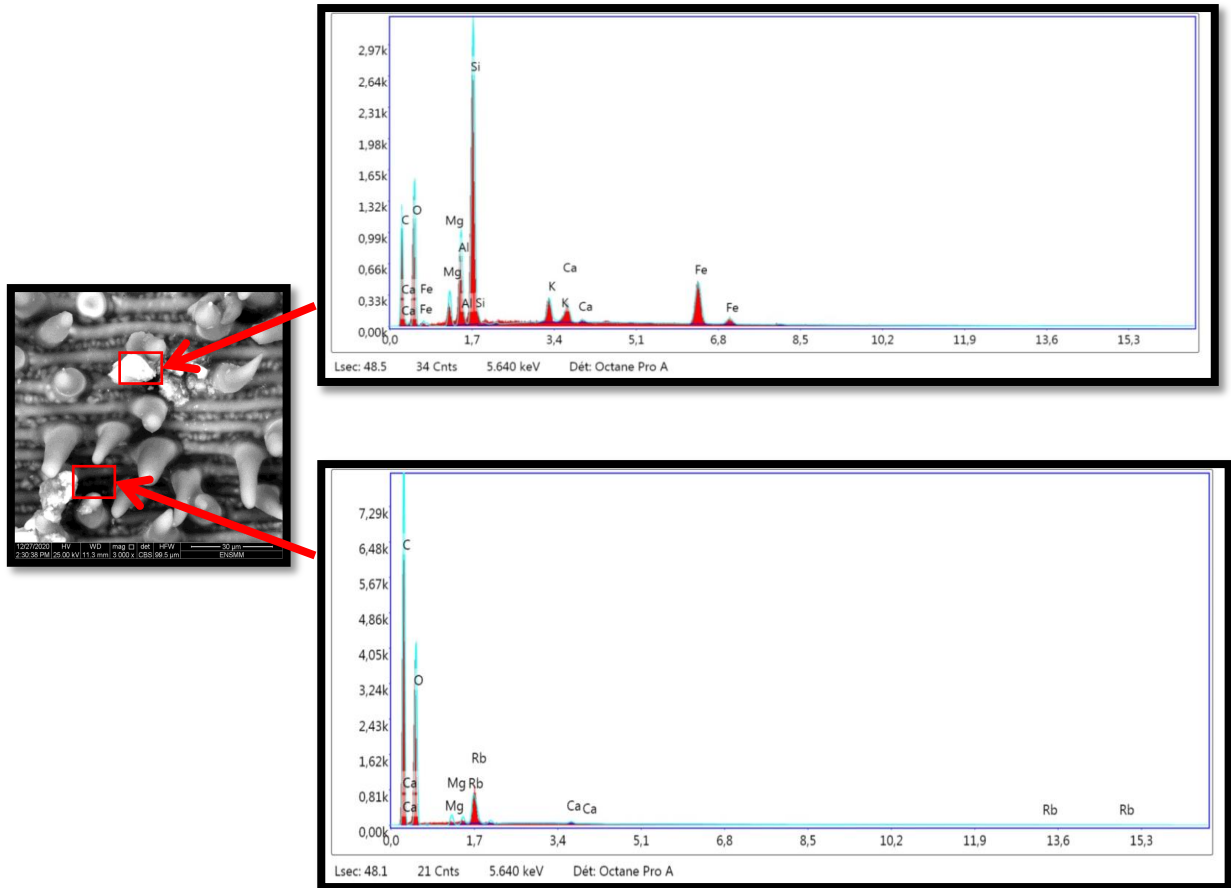


Figure 3.7 : Analyse à l’EDX de la tige d’Alfa bouilli.

Tableau 3.2 : Constituants chimiques de la tige d’Alfa bouilli.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 49.44 | 18.42 | 65.54 | 5.61 | 63.12 | 9.77 |
| O K | 37.83 | 10.33 | 33.89 | 10.13 | 35.01 | 10.53 |
| AlK | 2.92 | 9.00 | / | / | 0.35 | 10.86 |
| SiK | 7.20 | 7.77 | / | / | 1.46 | 7.30 |

3.3.2.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des tiges d'Alfa

A partir des images au MEB et des constituants chimiques des tiges d'Alfa naturel et bouilli, nous constatons que l'ébullition des tiges améliore bien leur morphologie, où on constate des épines qui apparaissent après l'ébullition des tiges, alors elles sont inexistantes dans les tiges naturelles, elles sont certainement recouvertes par la cire et les composés hydrosolubles [Dallel 2012].

On constate que les parties blanchâtres des tiges contiennent les mêmes éléments chimiques essentiels, qui sont le Carbone C, l'Oxygène O et le Silicium Si.

La partie sombre de la tige d'Alfa naturel et bouilli ne renferme pas de Silicium, mais renferme beaucoup plus de Carbone pour les deux états. On constate également une perte de cet élément après ébullition. On remarque aussi une augmentation du pourcentage d'Oxygène après ébullition des tiges dans toutes les zones.

A partir des tableaux des constituants chimiques pris sur la surface générale des tiges d'Alfa, on constate l'existence d'un faible taux de Silicium, qui est de l'ordre de 1%, ce qui explique la grande étendue de la partie sombre par rapport à la partie blanchâtre forte en Silicium.

En plus de cela, les tiges d'Alfa ont des fibres qui sont dures, longues et très résistantes. L'analyse au microscope électronique à balayage (MEB) des tiges naturelles (figures 3.4 et 3.6) montre que la surface de la tige est rugueuse et comporte des épines arrondies.

3.3.3 Images au MEB et constituants chimiques des fibres d'Alfa naturel

3.3.3.1 Images au MEB

Les fibres d'Alfa naturel sont obtenues après broyage de leurs tiges dans un broyeur à couteaux. Les images de faces extérieures des fibres d'Alfa naturel ont été visionnées avec une magnitude de 200 à 1600, qui sont représentées sur la figure 3.8.

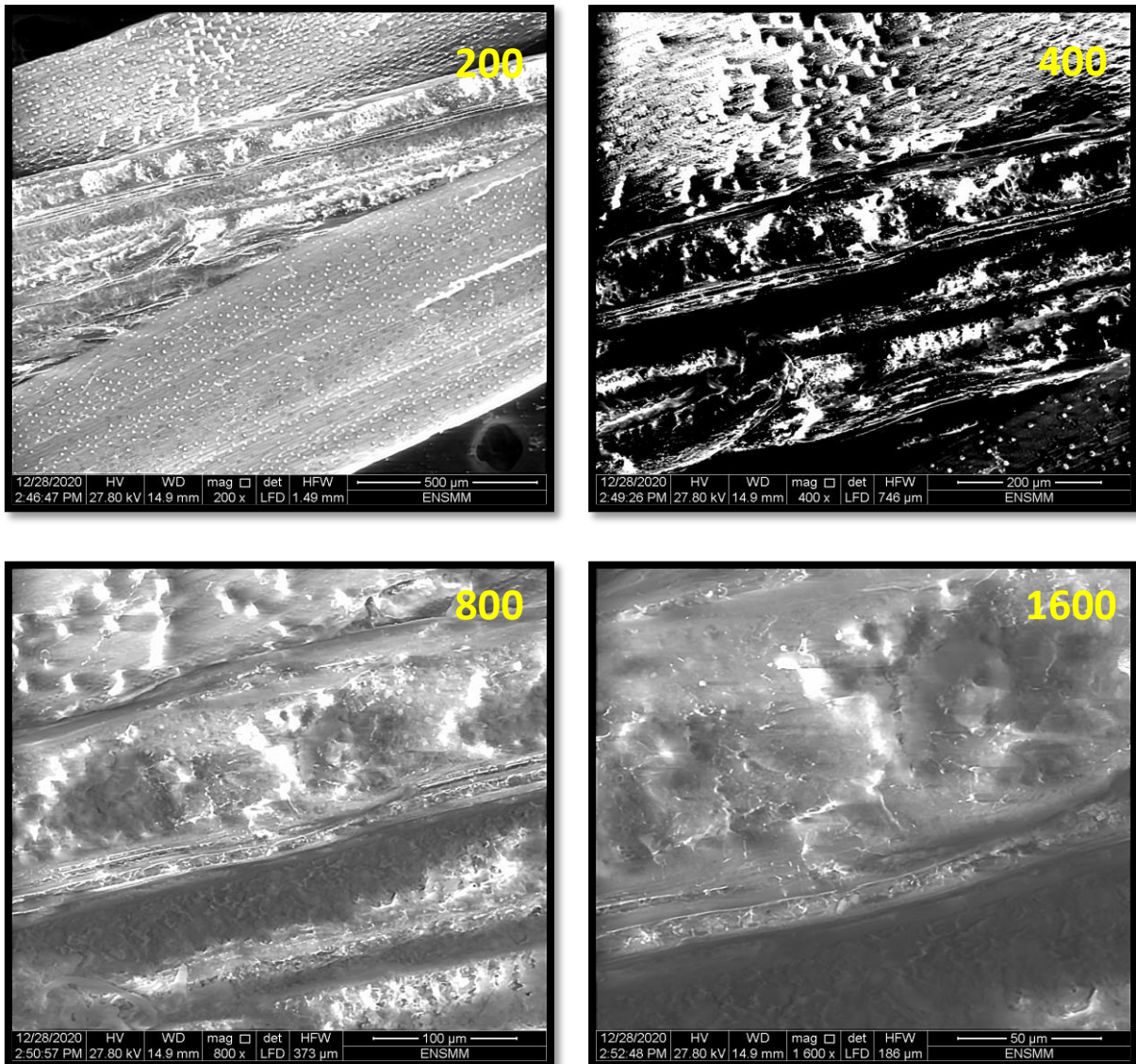


Figure 3.8 : Image MEB des fibres d'Alfa naturel, Mag200, 400, 800 et 1600.

3.3.3.2 Analyse chimique

Les surfaces des fibres naturelles, présentent des surfaces en majorité sombres, et des zones blanches, pour cela nous avons analysé ces différentes phases de la surface des fibres d’Alfa naturel.

L’analyse chimique de la fibre d’Alfa naturel est représentée sur la figure 3.9, et les résultats des principaux constituants chimiques de cette zone sont représentés sur le tableau 3.3.

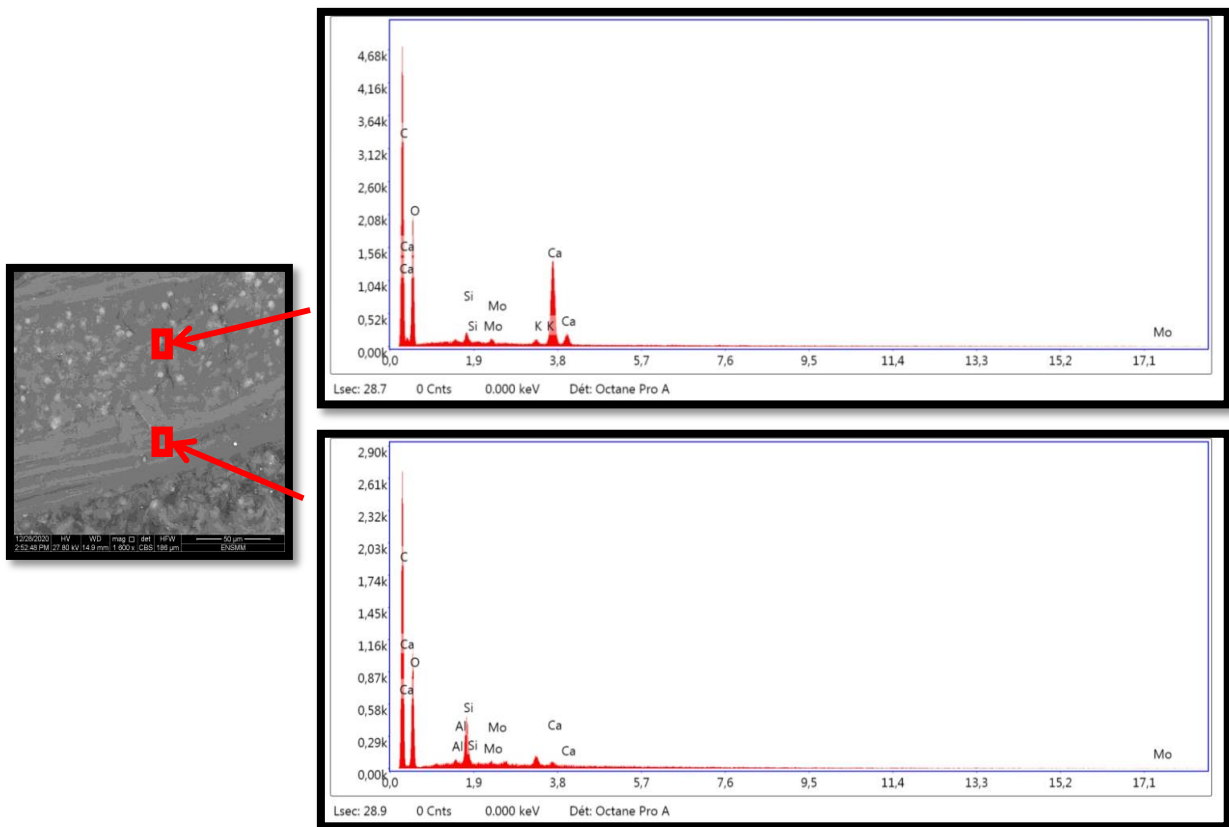


Figure 3.9 : Analyse à l’EDX de la fibre d’Alfa naturel.

Tableau 3.3 : Constituants chimiques de la fibre d’Alfa naturel.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 54.97 | 7.76 | 69.15 | 8.17 | 63.34 | 8.53 |
| O K | 42.72 | 10.57 | 29.80 | 11.65 | 35.55 | 10.91 |
| AlK | / | / | 0.15 | 17.57 | 0.16 | 17.83 |
| SiK | 0.34 | 8.73 | 0.82 | 6.48 | 0.45 | 8.89 |

3.3.4 Images au MEB et constituants chimiques des fibres d'Alfa bouilli

3.3.4.1 Images au MEB

Les images de faces extérieures des fibres d'Alfa bouilli ont été visionnées avec une magnitude de 100 à 3000, nous avons représenté celles prises de 400 à 3000, qui donnent plus d'informations sur la texture externe de la fibre, et qui sont représentées sur la figure 3.10.

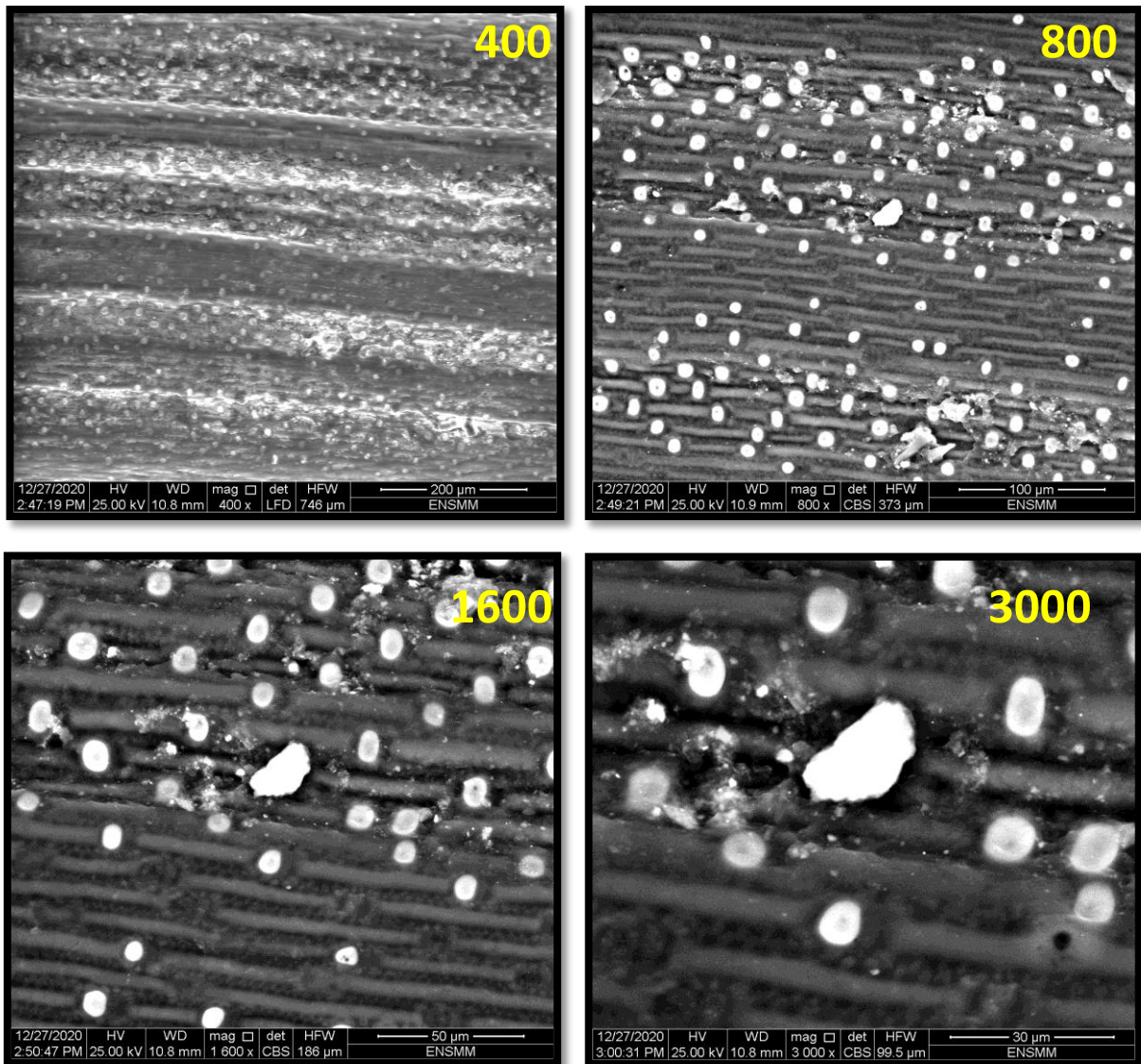


Figure 3.10 : Image MEB des fibres d'Alfa bouilli, Mag 400, 800, 1600 et 3000.

3.3.4.2 Analyse chimique

Les surfaces des fibres d'Alfa bouilli, présentent des surfaces en majorité sombres, et des zones blanches, pour cela nous avons analysé ces différentes phases de la surface de ces fibres.

L'analyse chimique de la fibre d'Alfa bouilli est représentée sur la figure 3.11, et les résultats des principaux constituants chimiques de cette zone sont représentés sur le tableau 3.4.

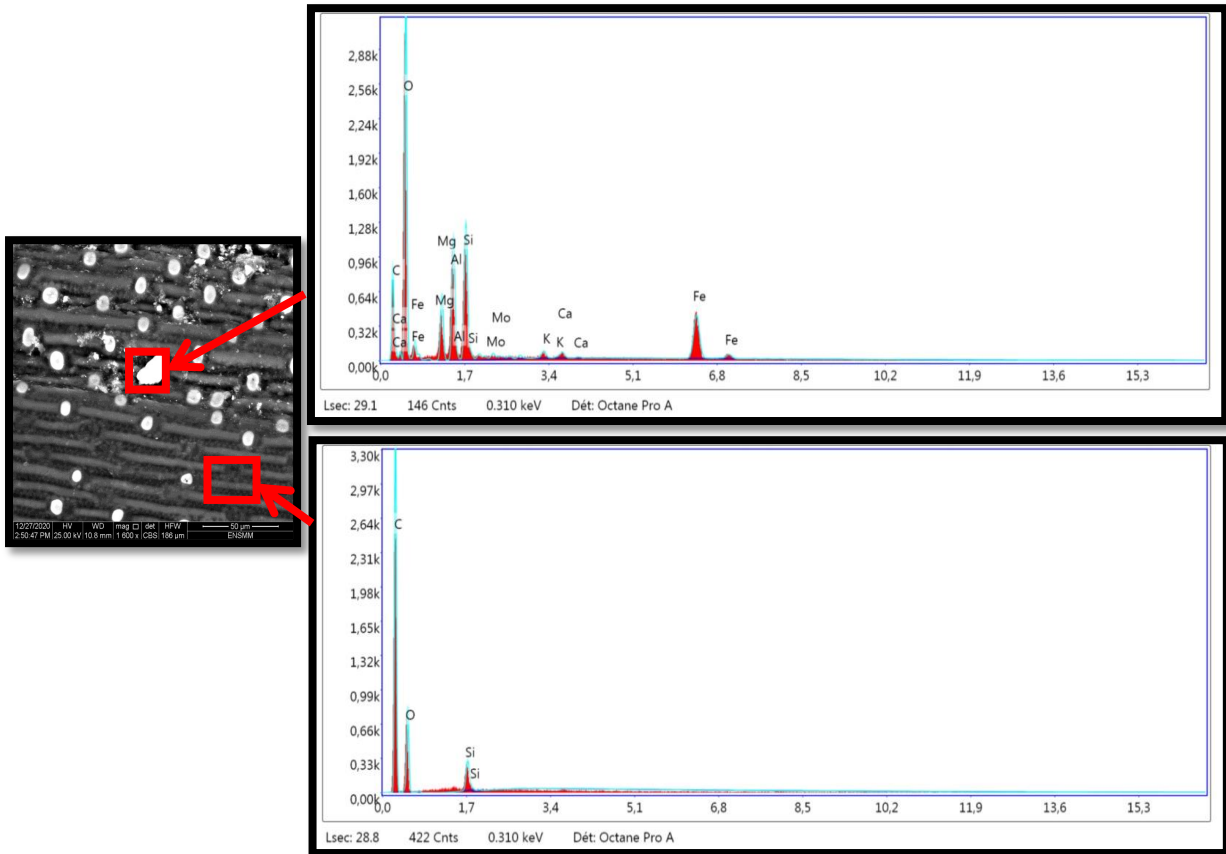


Figure 3.11 : Analyse à l'EDX de la fibre d'Alfa bouilli.

Tableau 3.4 : Constituants chimiques de la fibre d'Alfa bouilli.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 27.37 | 9.99 | 75.82 | 4.93 | 73.71 | 5.54 |
| O K | 59.63 | 8.97 | 23.74 | 11.86 | 24.91 | 11.07 |
| MgK | 3.73 | 10.29 | / | / | 0.43 | 11.87 |
| AlK | 4.74 | 9.60 | / | / | 0.26 | 11.50 |
| SiK | 4.04 | 9.39 | 0.45 | 8.59 | 0.69 | 7.98 |

3.3.4.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des fibres d'Alfa

Les fibres d'Alfa sont choisies pour des raisons de disponibilité et d'économie. Elles sont dans la plupart des cas composées de 45% de cellulose, 24% d'hémicellulose, 24% de lignine, 2% de cendres et 5% de cire. Les faisceaux de fibres d'Alfa sont caractérisés par un diamètre moyen de 113 μm et une densité de $0,89 \text{ g.cm}^{-3}$ [Bessadok 2007]. L'analyse au microscope électronique à balayage (figures 3.8 et 3.10) montre que la surface de la fibre est rugueuse, ce qui permet de créer une très bonne liaison entre les fibres et le liant.

Le broyage des fibres affecte le taux de Silicium contenue dans les tiges aux autres composés. On constate la perte des épines contenues dans les tiges après broyages, qui sont remplacées par des tâches blanchâtres.

L'ébullition des fibres affecte légèrement la composition chimique et morphologique des fibres. Les fibres d'Alfa contiennent une importante proportion de Carbone, qui confère à la fibre une bonne résistance à la traction.

3.3.5 Images au MEB et constituants chimiques des tiges de Diss naturel

3.3.5.1 Images au MEB

Les images de faces extérieures tiges de Diss naturel ont été visionnées avec une magnitude de 100 à 3000, nous avons représenté celles prises de 200 à 3000, qui sont représentées sur la figure 3.12.

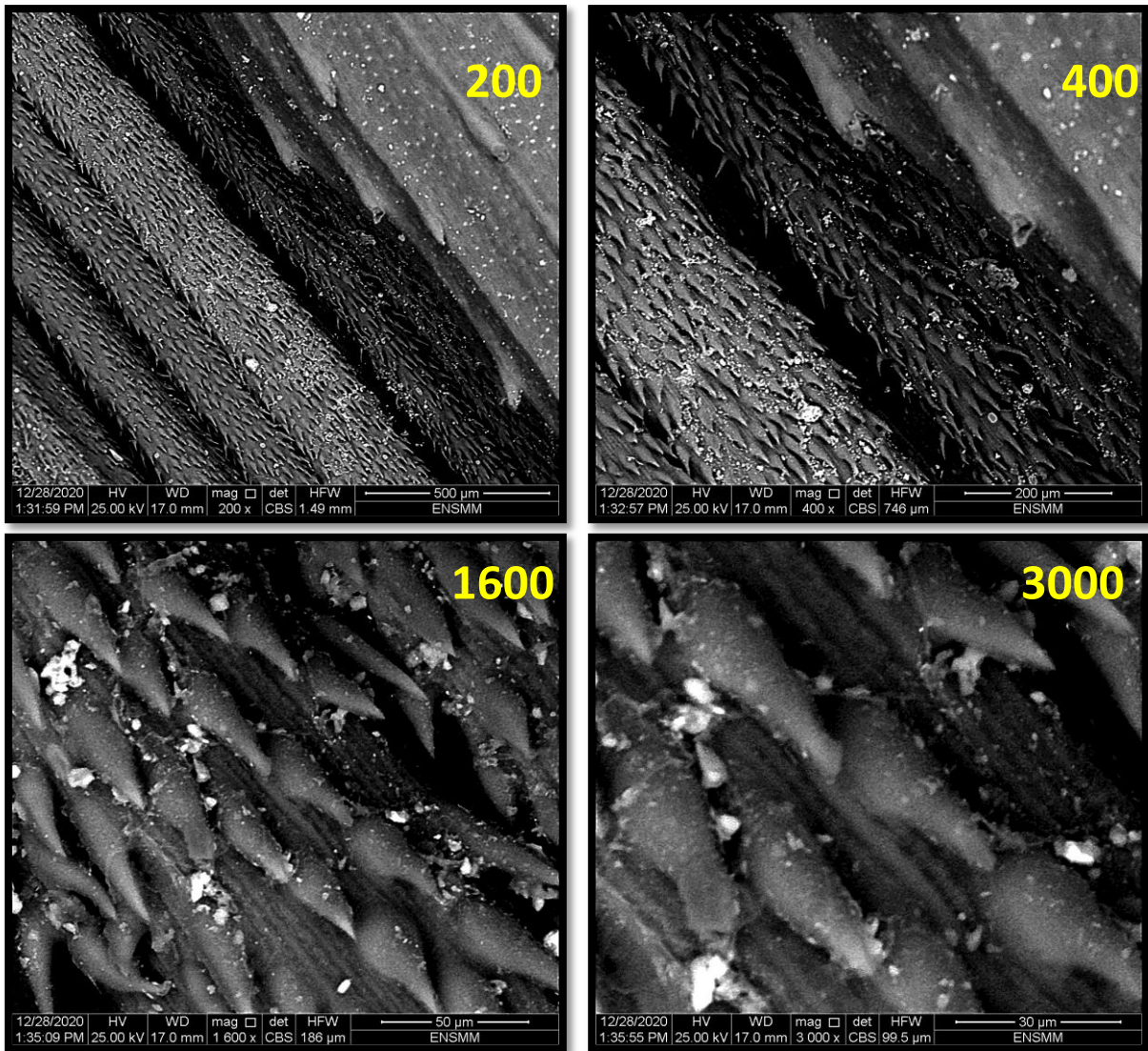


Figure 3.12 : Image MEB des tiges de Diss naturel, Mag 200, 400, 1600 et 3000.

3.3.5.2 Analyse chimique

Les surfaces des tiges non bouillies de Diss présentent des surfaces en majorité sombres, et des zones blanches, pour cela nous avons analysé ces différentes phases de la surface des tiges de Diss naturel.

L'analyse chimique de la partie blanchâtre de la tige de Diss naturel est représentée sur la figure 3.13, et les résultats des principaux constituants chimiques de cette zone sont représentés sur le tableau 3.5.

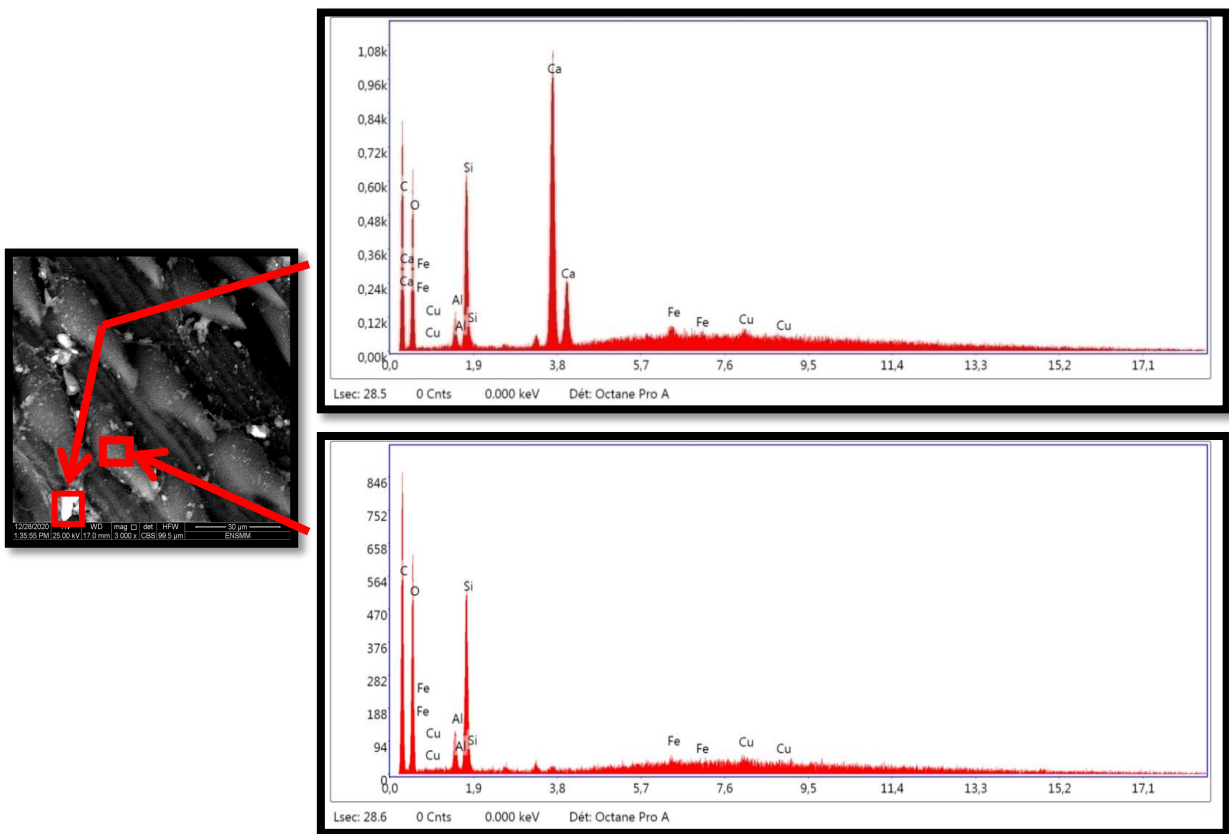


Figure 3.13 : Analyse à l'EDX de la tige de Diss naturel.

Tableau 3.5 : Constituants chimiques de la tige de Diss naturel.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 35.89 | 14.32 | 61.66 | 7.98 | 60.80 | 8.18 |
| O K | 53.30 | 11.31 | 35.36 | 11.22 | 36.12 | 11.22 |
| AlK | 0.46 | 26.04 | 0.58 | 12.03 | 0.66 | 10.83 |
| SiK | 3.85 | 8.38 | 2.01 | 6.62 | 2.42 | 6.13 |

3.3.6 Images au MEB et constituants chimiques des tiges de Diss bouilli

3.3.6.1 Images au MEB

Les images de faces extérieures tiges de Diss bouilli ont été visionnées avec une magnitude de 100 à 3000, nous avons représenté celles prises de 200 à 3000, qui sont représentées sur la figure 3.14.

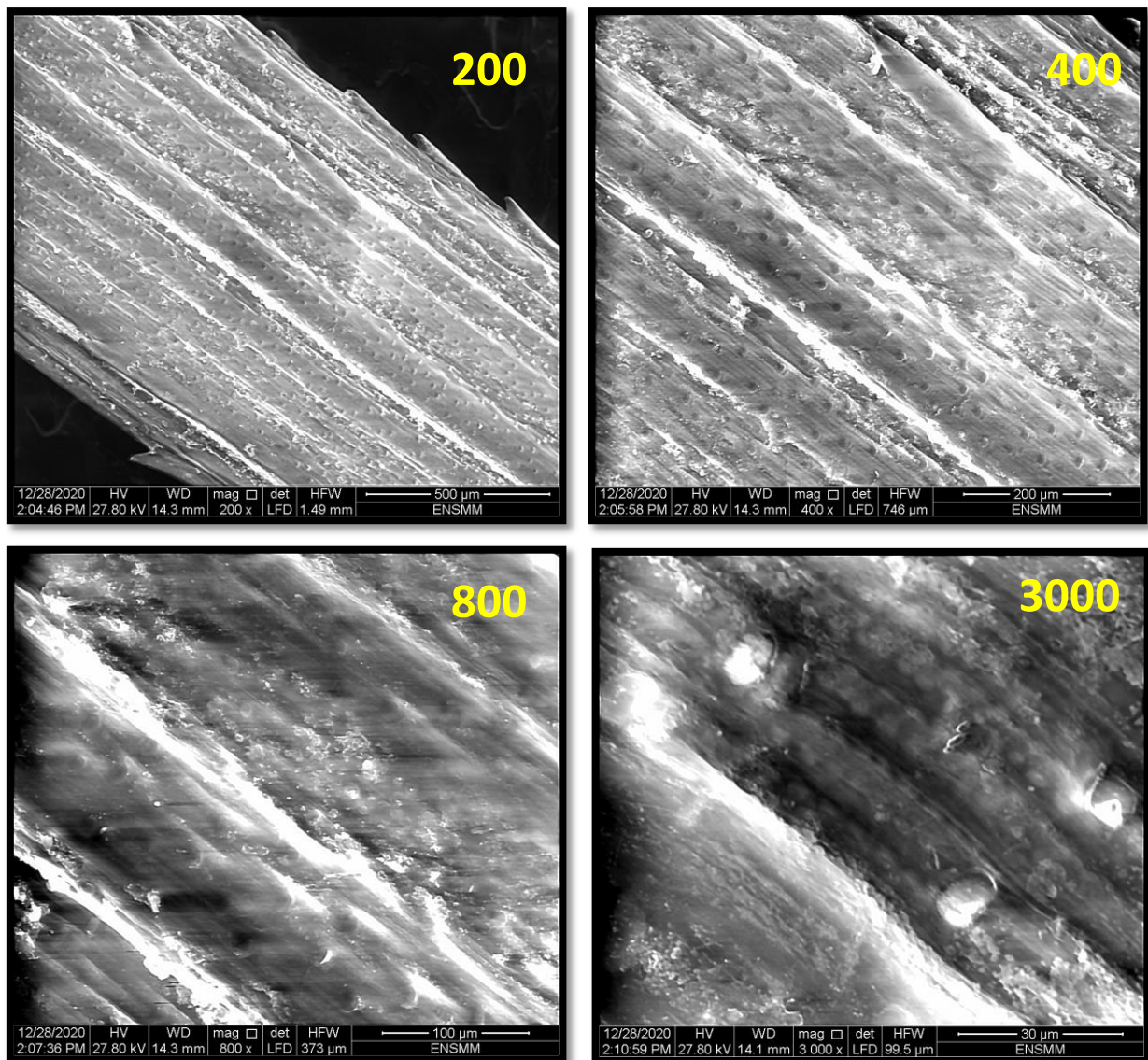


Figure 3.14 : Image MEB des tiges de Diss bouilli, Mag 200, 400, 800, 3000.

3.3.6.2 Analyse chimique

Les surfaces des tiges de Diss bouilli, présentent des surfaces en majorité sombres, et des zones blanches, pour cela nous avons analysé ces différentes phases de la surface des tiges de Diss bouilli.

L'analyse chimique de la partie blanchâtre et sombre de la tige de Diss bouilli est représentée sur la figure 3.15, et les résultats des principaux constituants chimiques de cette zone sont représentés sur le tableau 3.6.

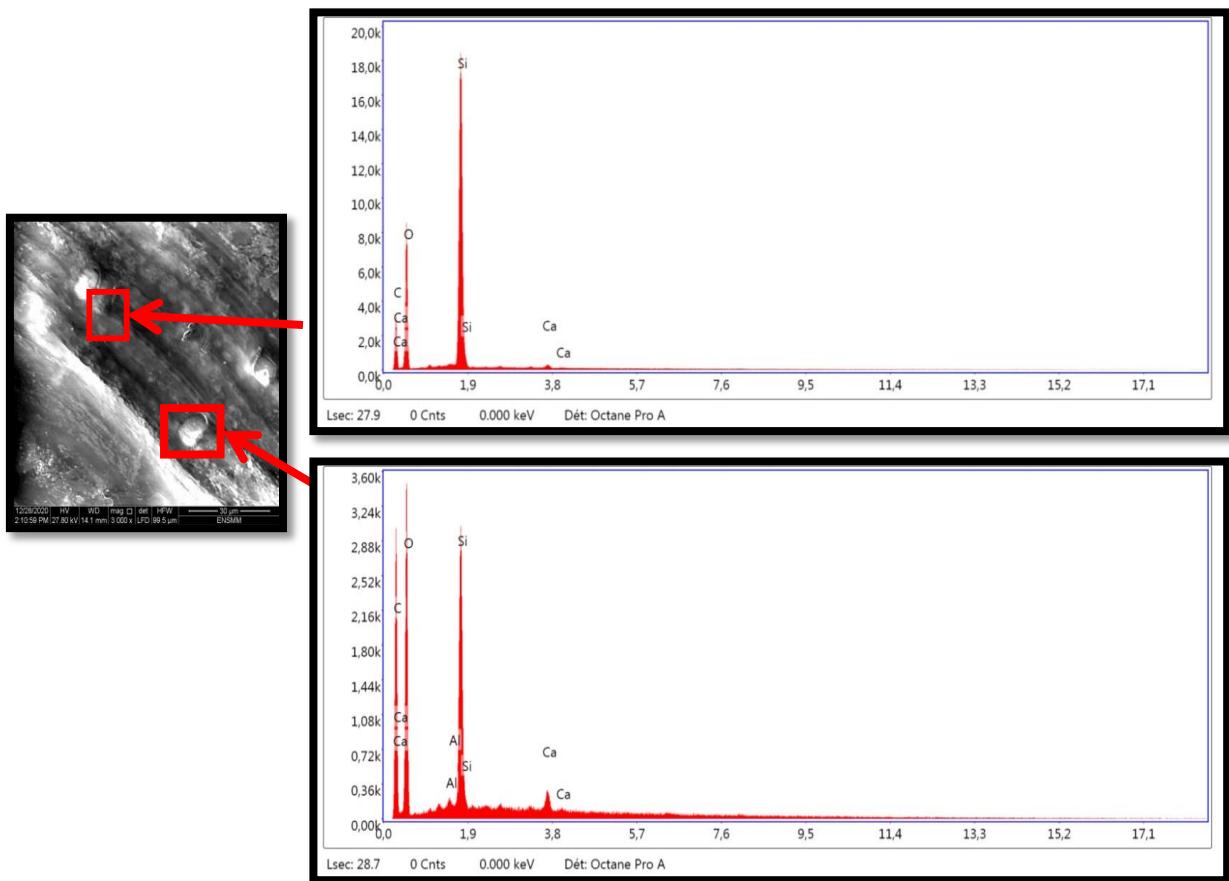


Figure 3.15 : Analyse à l'EDX de la tige de Diss bouilli.

Tableau 3.6 : Constituants chimiques de la tige de Diss bouilli.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 43.00 | 11.39 | 52.93 | 10.02 | 54.99 | 8.76 |
| O K | 48.27 | 9.39 | 43.83 | 9.97 | 42.13 | 9.80 |
| Si K | 2.86 | 4.87 | 2.01 | 5.58 | 2.55 | 5.30 |

3.3.6.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des tiges de Diss

A partir des images au MEB et des constituants chimiques des tiges de Diss naturel et bouilli, nous constatons que l'ébullition des tiges améliore bien leur morphologie. Les épines observées au niveau des tiges naturelles sont toujours existantes, mais elles ont été débarrassées de certaines impuretés, qui sont la cire, et les composés hydrosolubles contenues dans les fibres naturelles.

Les tiges de Diss naturel et bouilli contiennent les éléments essentiels contenues dans la majorité des fibres végétales, qui sont le Carbone C, l'Oxygène O et la Silicium Si. Ces éléments chimiques confèrent aux tiges une grande résistance à la traction.

3.3.7 Images au MEB et constituants chimiques des fibres de Diss naturel

3.3.7.1 Images au MEB

Les fibres de Diss naturel sont obtenues après broyage de leurs tiges dans un broyeur à couteaux. Les images de faces extérieures fibres de Diss naturel ont été visionnées avec une magnitude de 200 à 3000, nous avons représenté celles prises de 400 à 3000, qui sont représentées sur la figure 3.16.

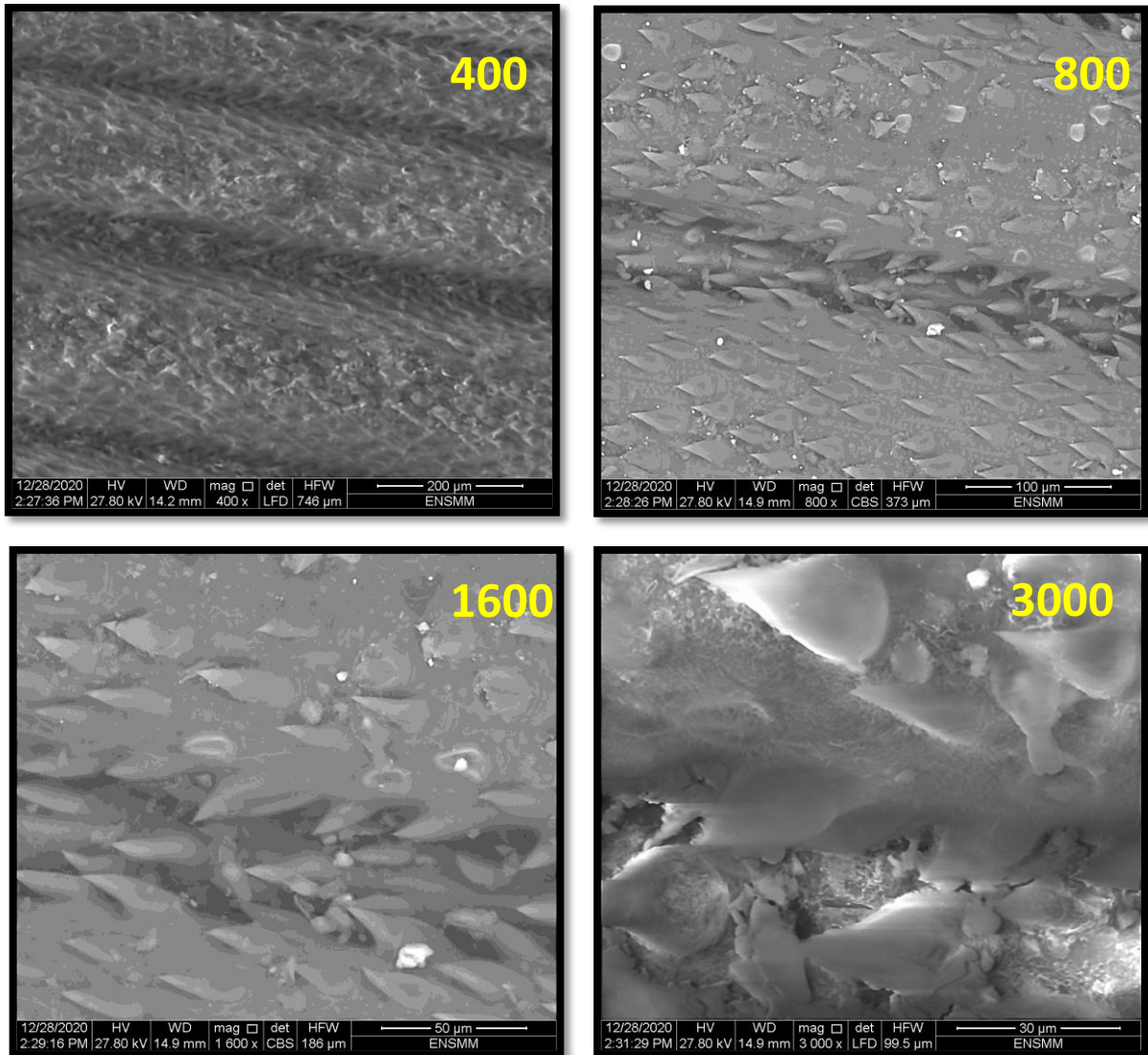


Figure 3.16 : Image MEB des fibres de Diss naturel, Mag 400, 800, 1600 et 3000.

3.3.7.2 Analyse chimique

Les surfaces des fibres naturelles, présentent des surfaces en totalité sombres. Pour cela nous avons fait une analyse globale des fibres de Diss naturel.

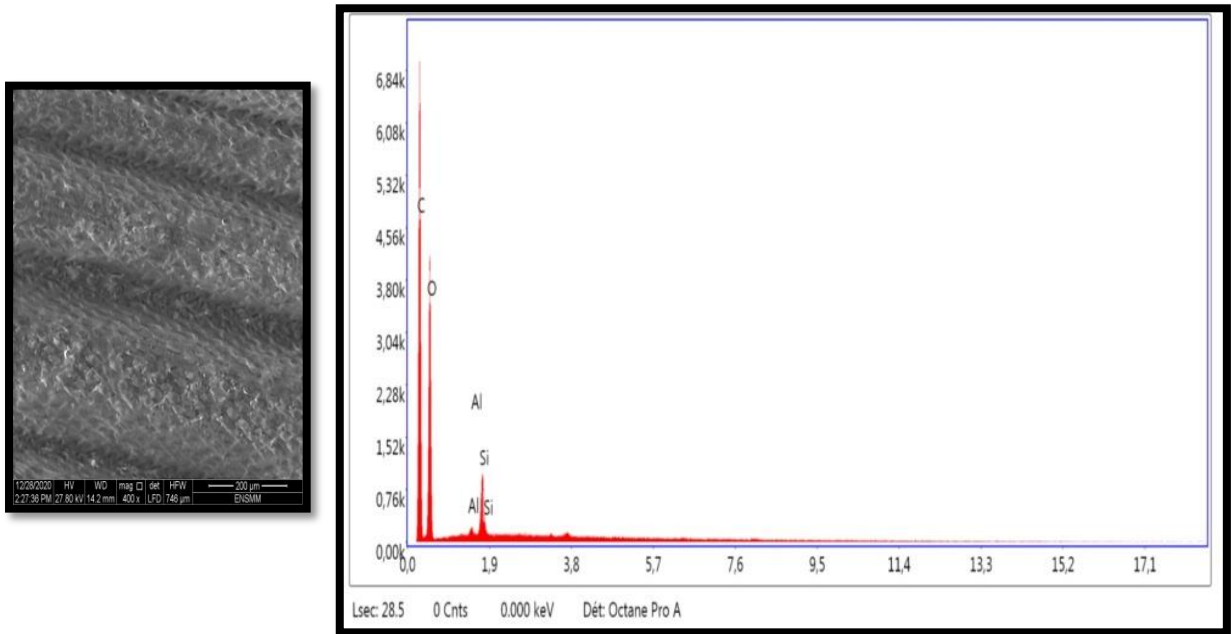


Figure 3.17 : Analyse générale à l'EDX de la fibre de Diss naturel.

Tableau 3.7 : Constituants chimiques général de la fibre de Diss naturel.

| Elément | % atomique | Erreur % |
|---------|------------|----------|
| C K | 59.68 | 7.99 |
| O K | 38.55 | 10.14 |
| Al K | 0.18 | 11.74 |
| Si K | 1.33 | 5.43 |

3.3.8 Images au MEB et constituants chimiques des fibres de Diss bouilli

3.3.8.1 Images au MEB

Les images de faces extérieures fibres de Diss bouilli ont été visionnées avec une magnitude de 200 à 3000, nous avons représenté celles prises de 400 à 3000, qui sont représentées sur la figure 3.18.

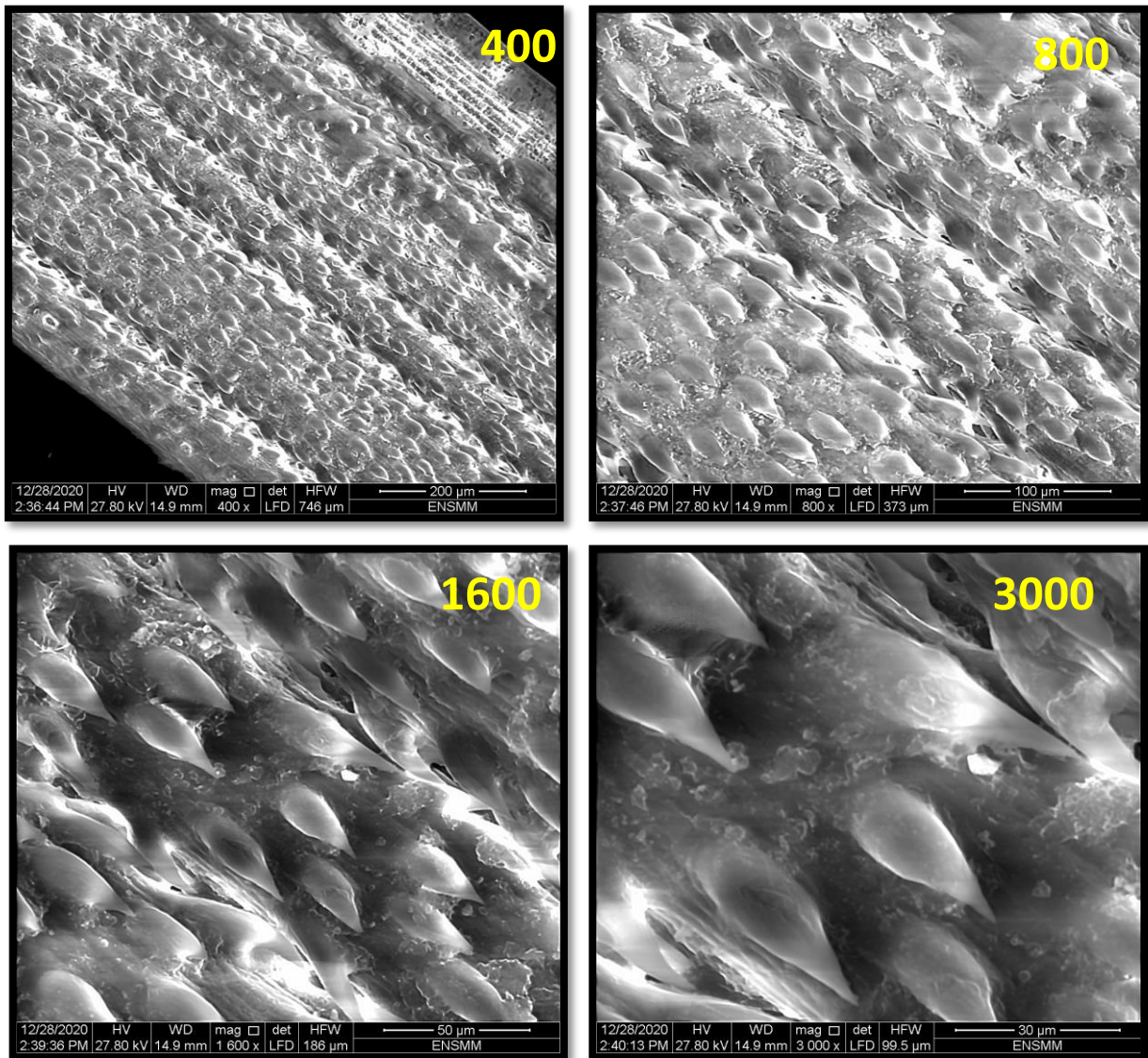


Figure 3.18 : Image MEB des fibres de Diss bouilli, Mag 400, 800, 1600 et 3000.

3.3.8.2 Analyse chimique

Les surfaces des fibres de Diss bouilli, présentent des surfaces en majorité sombres. Pour cela nous avons fait une analyse globale de ces fibres. Les constituants chimiques sont représentés sur la figure 3.19 et sur le tableau 3.8.

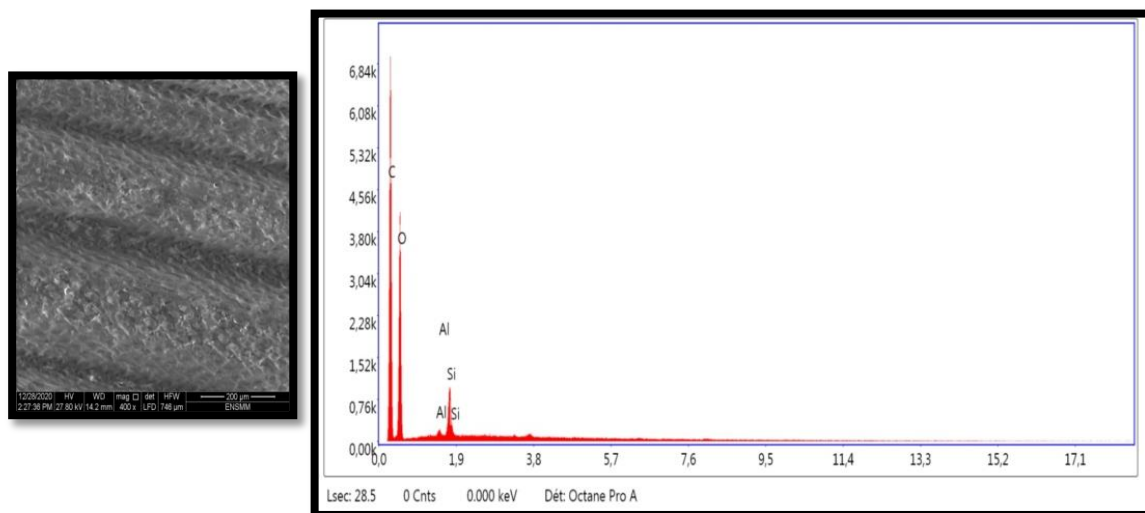


Figure 3.19 : Analyse générale à l'EDX de la fibre de Diss bouilli.

Tableau 3.8 : Constituants chimiques de la fibre de Diss bouilli.

| Elément | % atomique | Erreur % |
|---------|---------------|----------|
| C K | 62.95 | 5.70 |
| O K | 36.43 | 10.35 |
| Si K | 0.53 | 6.34 |

3.3.8.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des fibres de Diss

Le broyage des tiges de Diss améliore leurs caractéristiques morphologiques. On constate une diminution du taux de Silicium Si par rapport aux autres composés contenus dans les tiges.

Les images au MEB montrent que les fibres de Diss sont bien homogènes. Elles sont constituées sur toute leur surface des mêmes éléments chimiques.

Les observations au MEB de la figure 3.16 montrent que la fibre naturelle est recouverte sur sa surface interne d'épines d'environ 20 μm de long et 10 μm de diamètre à la base. Ces épines sont espacées d'environ 10 μm et réparties de manière relativement uniforme sur la surface. La

surface des épines n'est pas homogène et semble recouverte d'un composé dont la texture évoque une cire naturelle [Sellami 2013]. Les zones entre les épines sont disposées en stries plus ou moins visibles, qui sont recouvertes de fines aiguilles enchevêtrées réparties uniformément.

L'observation des fibres bouillies de Diss de l'intérieur au MEB de la figure 3.18 permet de voir que les épines n'ont pas disparues suite au traitement. En revanche, il est très visible que la surface des épines est nettoyée d'un certain nombre d'impuretés. Il en est de même pour la surface entre les épines sur laquelle on ne peut plus distinguer les chaînes observées sur la fibre brute.

3.3.9 Images au MEB et constituants chimiques des tiges de Palmier naturel

3.3.9.1 Images au MEB

Les images de faces extérieures des tiges de Palmier naturel ont été visionnées avec une magnitude de 100 à 6000, nous avons représenté les images avec un agrandissement de 400 à 6000, qui sont représentées sur la figure 3.20.

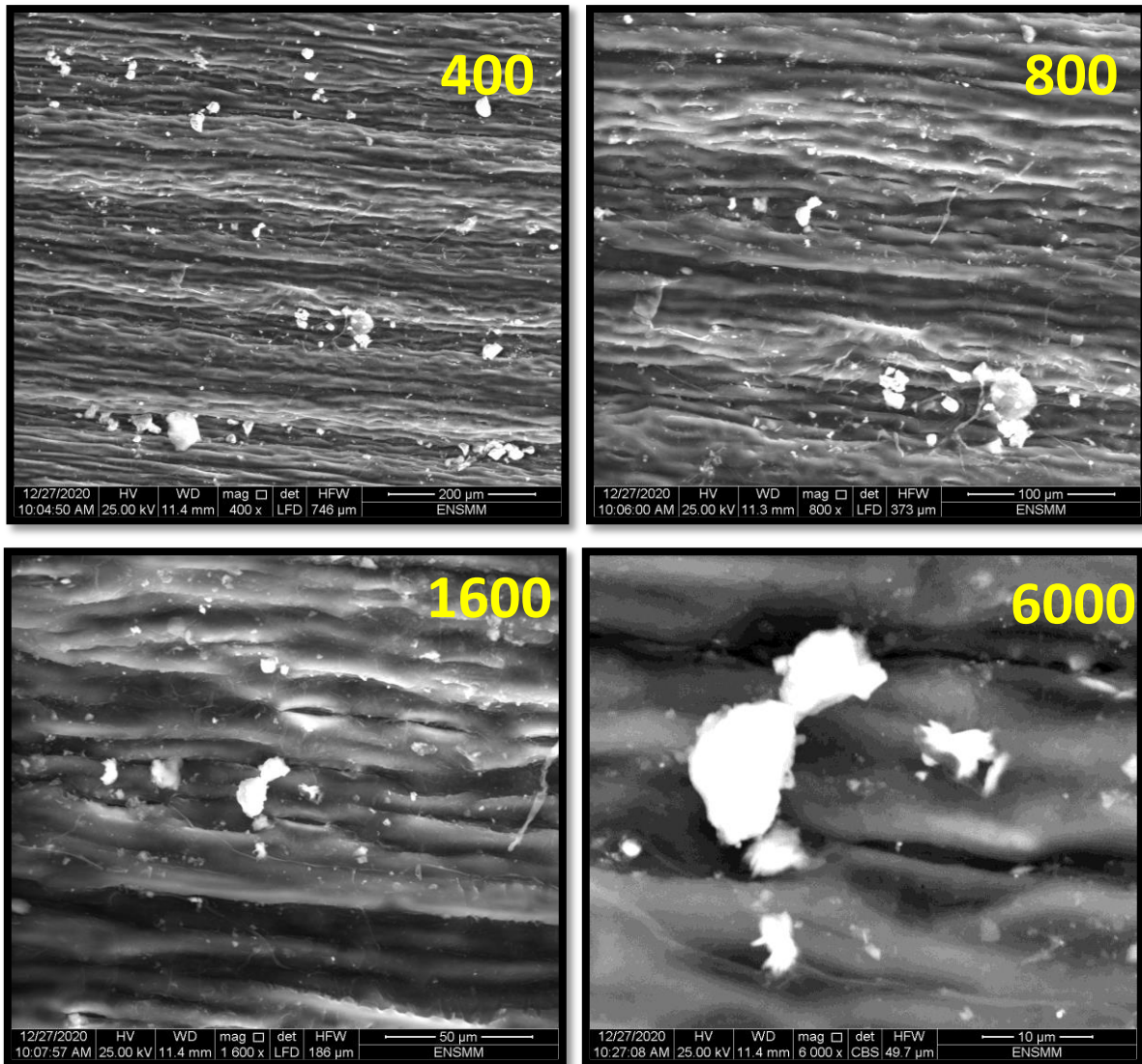


Figure 3.20 : Image MEB des tiges de Palmier naturel, Mag 400, 800, 1600 et 6000.

3.3.9.2 Analyse chimique

Les surfaces des tiges non bouillies de Palmier présentent des surfaces en majorité sombres, et des zones blanches, pour cela nous avons analysé ces différentes phases de la surface des tiges de Palmier naturel.

L'analyse chimique de la tige de Palmier naturel est représentée sur la figure 3.21, et les résultats des principaux constituants chimiques des zones choisies sont représentés sur le tableau 3.9.

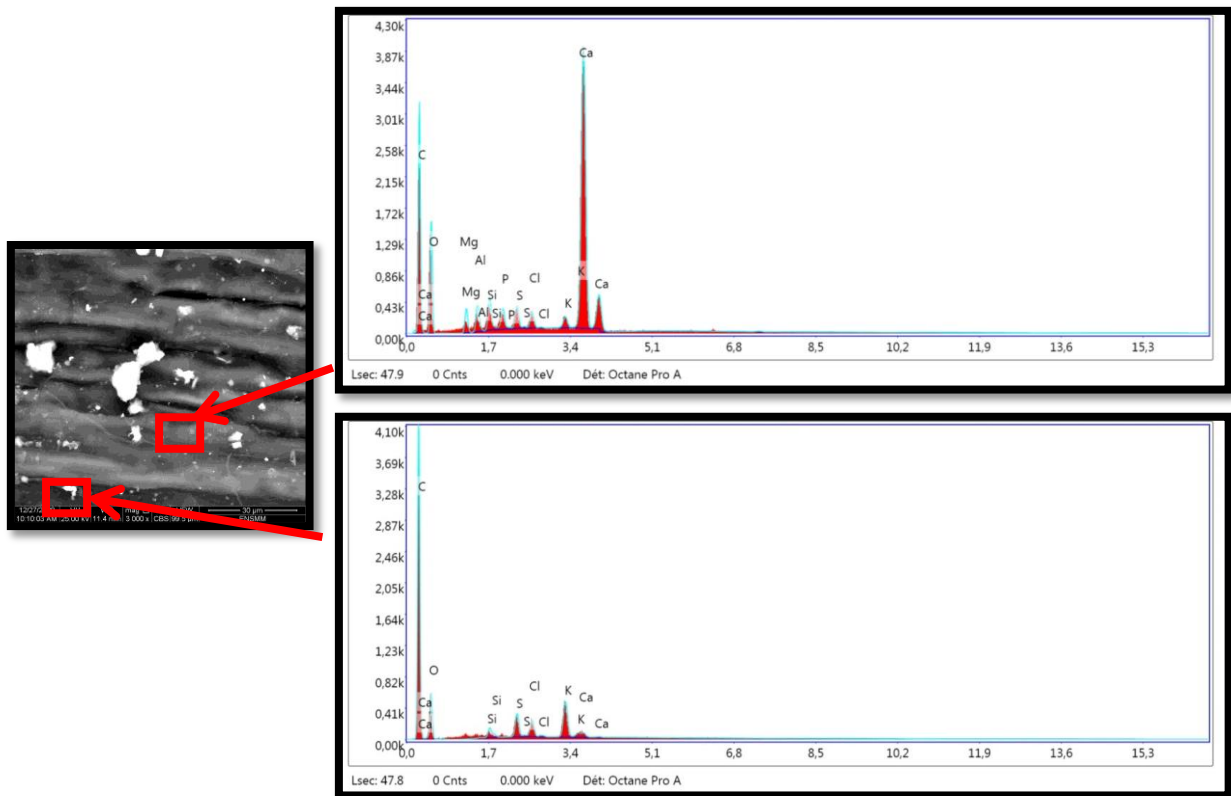


Figure 3.21 : Analyse à l'EDX de la tige de Palmier naturel.

Tableau 3.9 : Constituants chimiques de la tige de Palmier naturel.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 62.94 | 12.35 | 82.52 | 6.62 | 79.17 | 7.11 |
| O K | 31.49 | 10.76 | 16.64 | 13.32 | 19.14 | 12.07 |
| Mg K | 1.06 | 10.89 | / | / | / | / |
| Al K | 0.72 | 9.94 | / | / | 0.24 | 11.17 |
| Si K | 0.59 | 8.70 | 0.14 | 10.37 | 0.15 | 9.32 |

3.3.10 Images au MEB et constituants chimiques des tiges de Palmier bouilli

3.3.10.1 Images au MEB

Les images de faces extérieures tiges de Palmier bouilli ont été visionnées avec une magnitude de 100 à 6000, nous avons représenté les images avec un agrandissement de 800 à 6000, qui sont représentées sur la figure 3.22.

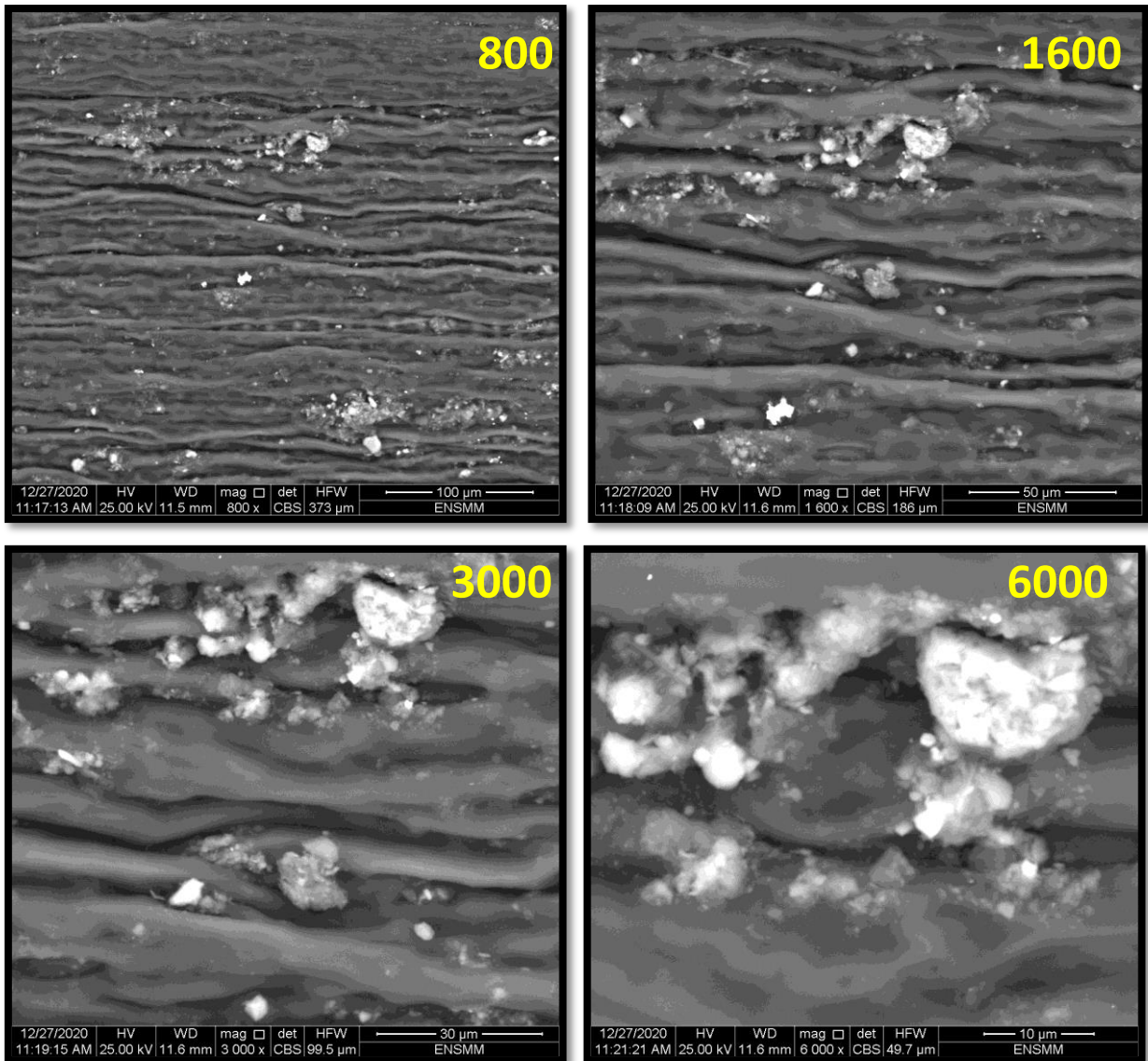


Figure 3.22 : Image MEB des tiges de Palmier bouilli, Mag 800, 1600, 3000 et 6000.

3.3.10.2 Analyse chimique

Les surfaces des tiges de Palmier bouilli, présentent des surfaces en majorité sombres, et des zones blanches, pour cela nous avons analysé ces différentes phases de la surface des tiges de Palmier bouilli.

L'analyse chimique de la tige de Palmier naturel est représentée sur la figure 3.23, et les résultats des principaux constituants chimiques de ces zones sont représentés sur le tableau 3.10.

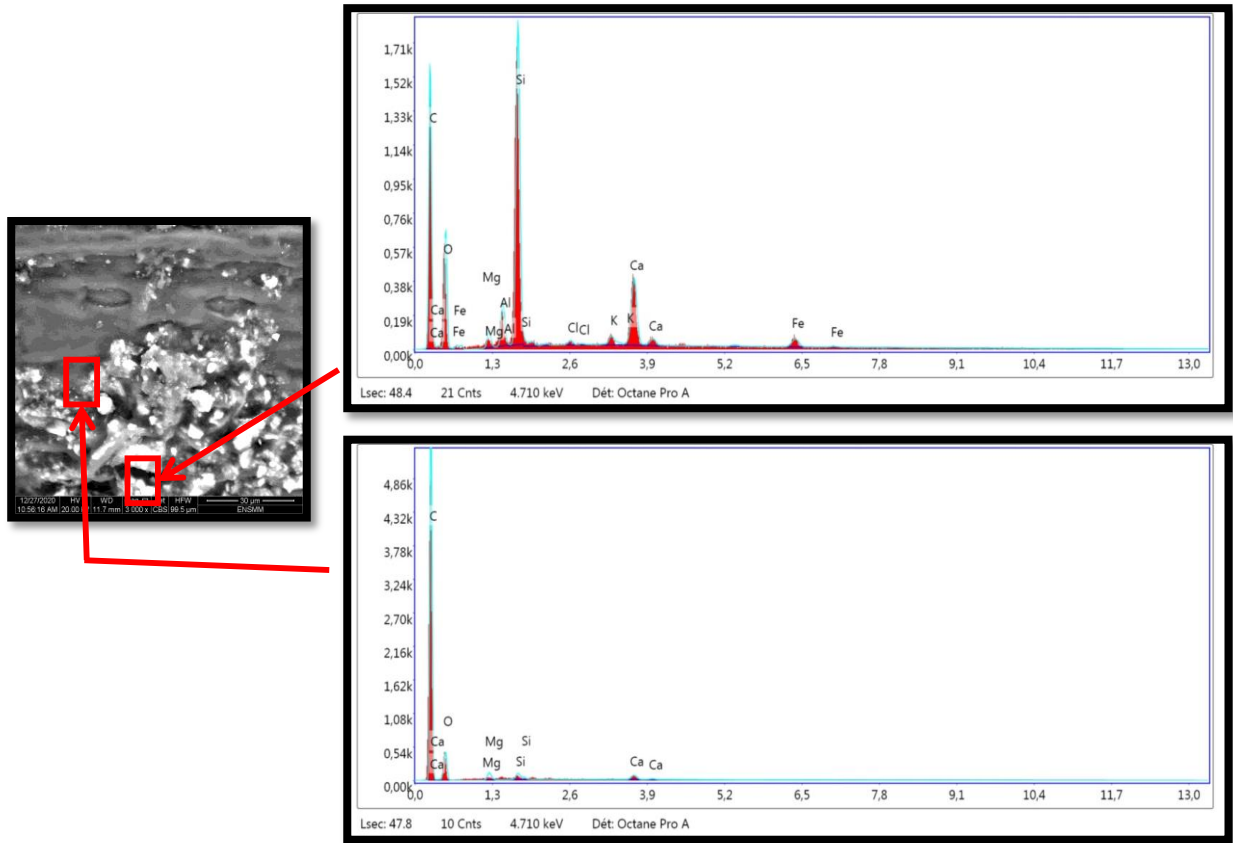


Figure 3.23 : Analyse à l'EDX de la tige de Palmier bouilli.

Tableau 3.10 : Constituants chimiques de la tige de Palmier bouilli.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 69.97 | 12.00 | 88.73 | 3.78 | 78.56 | 8.01 |
| O K | 24.26 | 11.90 | 10.75 | 17.25 | 19.68 | 12.84 |
| Mg K | 0.43 | 13.91 | 0.31 | 12.03 | 0.51 | 12.16 |
| Al K | 0.68 | 9.93 | / | / | 0.40 | 10.96 |
| Si K | 3.73 | 6.05 | 0.12 | 9.40 | 0.47 | 8.08 |

3.3.10.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des tiges de Palmier

Les observations au MEB des tiges naturelles ou bouillies du Palmier sont constituées de surface plus ou moins lisses, et sont formées de séries de fibres longitudinales.

L'analyse à l'EDX des constituants chimiques des tiges de Palmier naturel et bouilli, montre que l'ébullition des tiges améliore bien leur composition chimique, où on constate une augmentation du taux de Silicium après ébullition des tiges.

La partie sombre des tiges de Palmier naturel et bouilli est dominante.

Les constituants chimiques essentiels renfermés dans les tiges de Palmier leur confèrent une importante résistance à la traction.

3.3.11 Images au MEB et constituants chimiques des fibres de Palmier naturel

3.3.11.1 Images au MEB

Les fibres de Palmier naturel sont obtenues après broyage de leurs tiges dans un broyeur à couteaux.

Les images de faces extérieures fibres de Palmier naturel ont été visionnées avec une magnitude de 100 à 3000, nous avons représenté les images avec un agrandissement de 400 à 3000, qui sont représentées sur la figure 3.24.

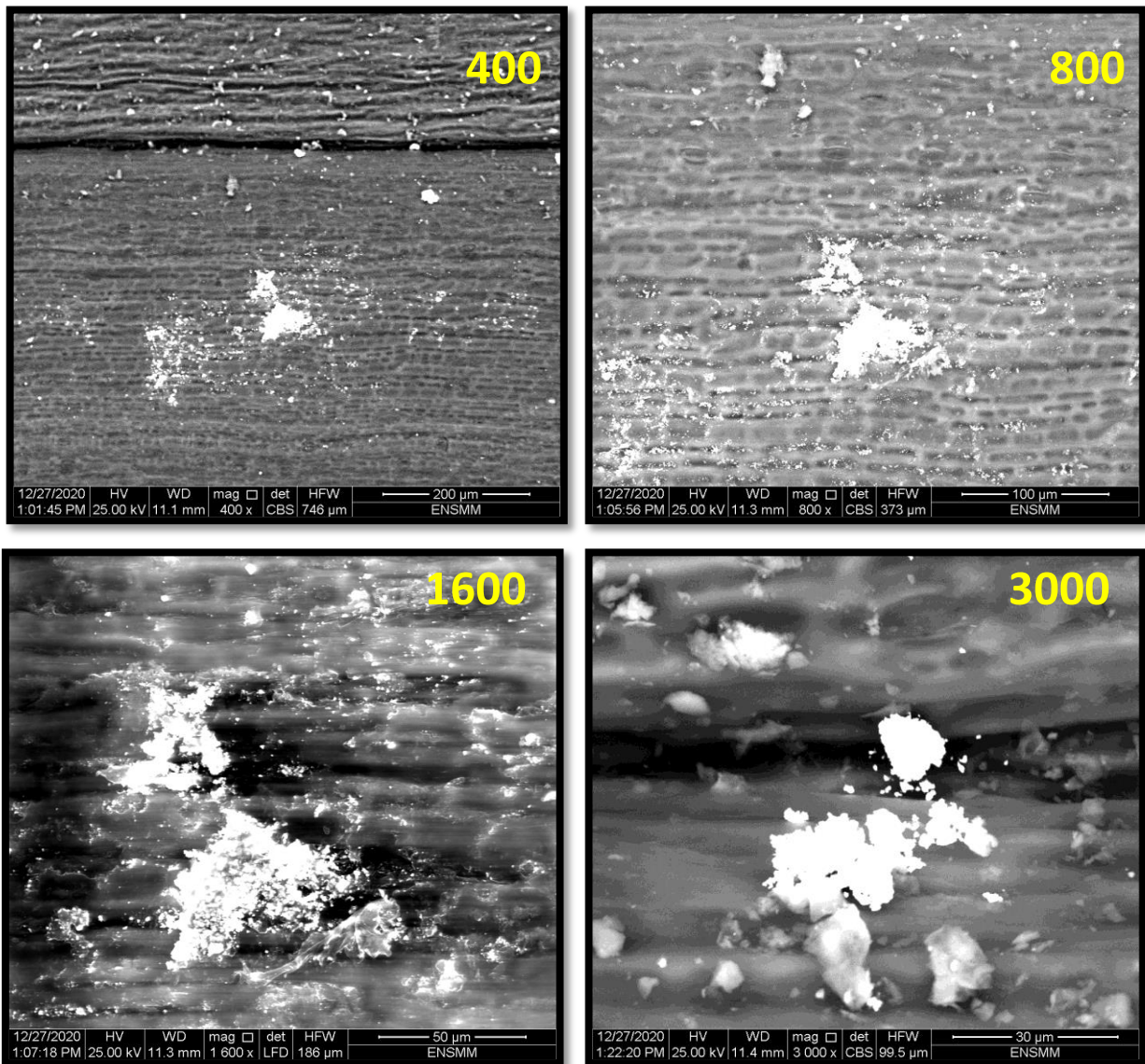


Figure 3.24 : Image MEB des fibres de Palmier naturel, Mag 400, 800,1600 et 3000.

3.3.11.2 Analyse chimique

Les surfaces des fibres naturelles, présentent des surfaces en totalité sombres. Pour cela nous avons fait une analyse globale des fibres de Palmier naturel, dont les résultats sont représentés sur la figure 3.25 et sur le tableau 3.11.

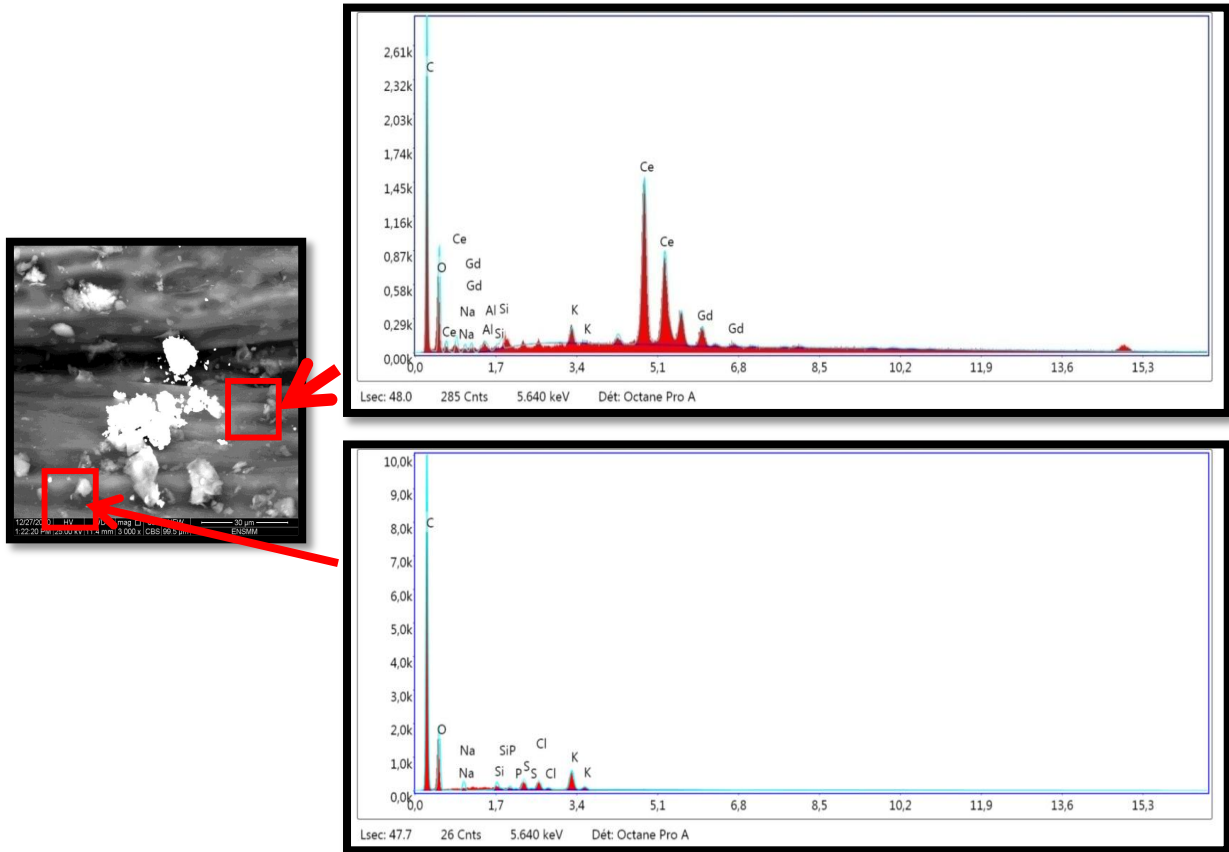


Figure 3.25 : Analyse à l'EDX de la fibre de Palmier naturel.

Tableau 3.11 : Analyse à l'EDX de la fibre de Palmier naturel.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 72.87 | 7.11 | 76.43 | 5.82 | 76.11 | 6.18 |
| O K | 24.69 | 11.31 | 22.14 | 11.25 | 22.74 | 11.49 |
| Na K | 0.86 | 27.32 | 0.90 | 11.62 | / | / |
| Al K | 0.26 | 15.70 | / | / | 0.20 | 11.68 |
| Si K | 0.07 | 14.73 | 0.12 | 9.26 | 0.11 | 9.55 |

3.3.12 Images au MEB et constituants chimiques des fibres de Palmier bouilli

3.3.12.1 Images au MEB

Les images de faces extérieures fibres de Palmier bouilli ont été visionnées avec une magnitude de 100 à 6000, nous avons représenté les images avec un agrandissement de 800 à 6000, qui sont représentées sur la figure 3.26.

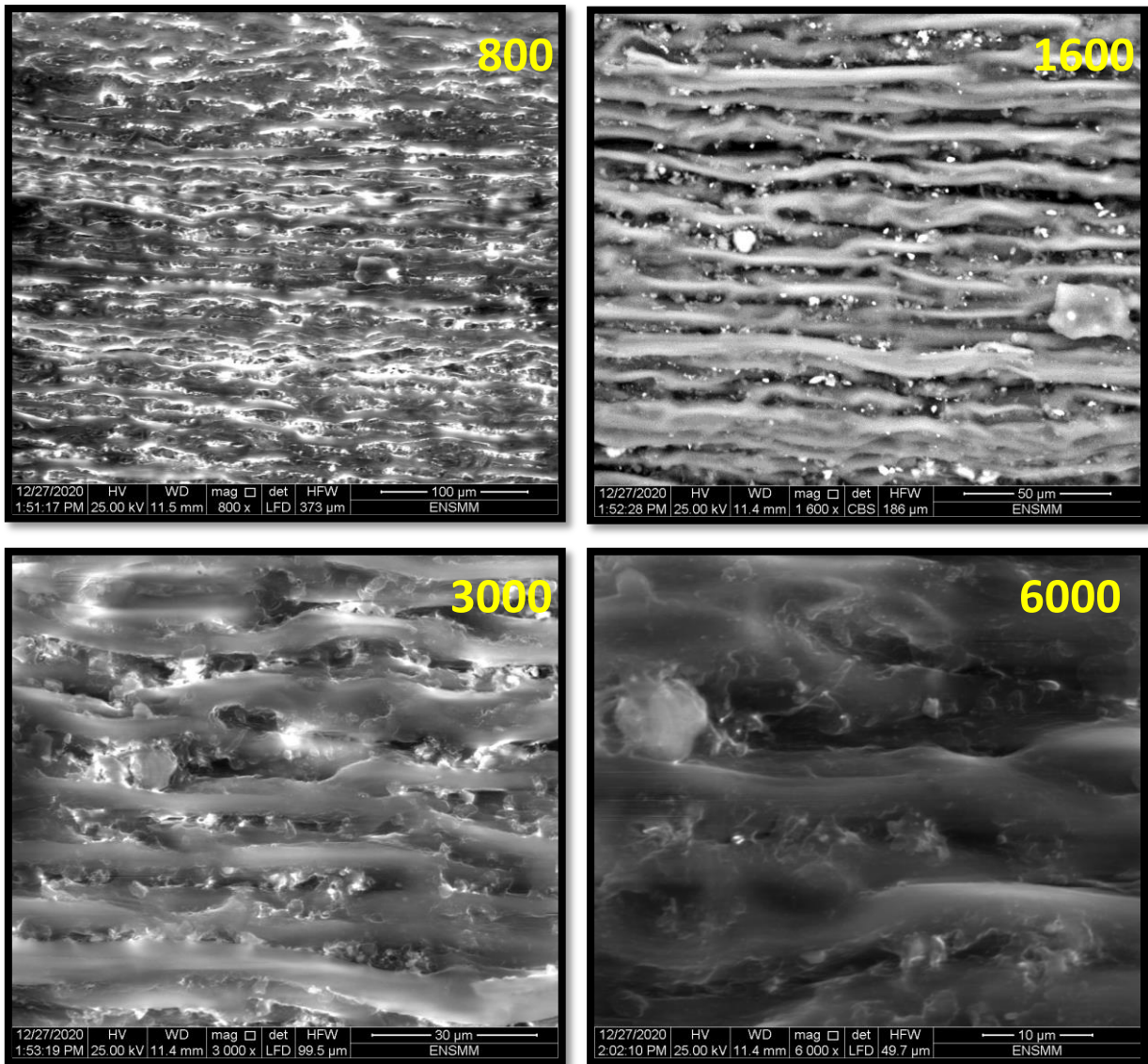


Figure 3.26 : Image MEB des fibres de Palmier bouilli, Mag 800, 1600, 3000 et 6000.

3.3.12.2 Analyse chimique

Les surfaces des fibres de Palmier bouilli, présentent des surfaces en majorité sombres. Pour cela nous avons fait une analyse globale de ces fibres. Les constituants chimiques sont représentés sur la figure 3.27 et sur le tableau 3.12.

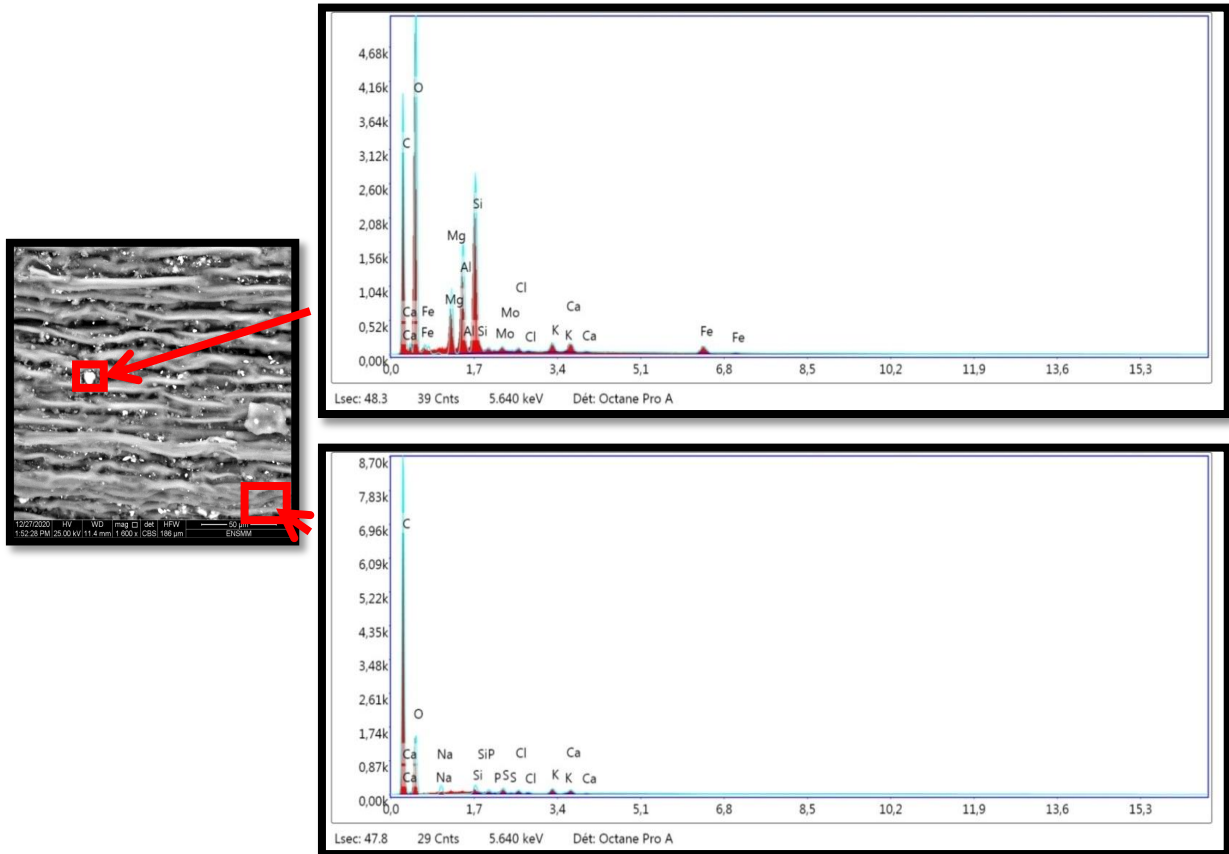


Figure 3.27 : Analyse à l'EDX de la fibre de Palmier bouilli.

Tableau 3.12 : Analyse à l'EDX de la fibre de Palmier bouilli.

| Section | Partie blanchâtre | | Partie sombre | | Global | |
|---------|-------------------|----------|---------------|----------|------------|----------|
| | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % | % atomique | Erreur % |
| C K | 51.33 | 20.58 | 78.90 | 6.09 | 74.56 | 7.04 |
| O K | 42.99 | 9.71 | 19.95 | 11.56 | 24.06 | 11.24 |
| Na K | / | / | 0.84 | 11.70 | 0.82 | 12.47 |
| Al K | 1.80 | 8.83 | 0.13 | 8.71 | 0.26 | 10.96 |
| Si K | 2.01 | 7.80 | 0.04 | 11.27 | 0.14 | 10.81 |

3.3.12.3 Discussion des observations et des constituants chimiques des fibres de Palmier

Le broyage des fibres améliore leurs caractéristiques morphologiques. En effet on constate que les fibres sont formées de multitudes des microfibrilles, qui leur offrent une bonne résistance à la traction. Les surfaces des fibres paraissent rugueuses et homogènes.

Le broyage diminue bien le pourcentage de Silicium Si.

L'ébullition des tiges et des fibres augmente le pourcentage du Silicium Si par rapport aux autres composés chimiques essentiels qui sont le Carbone C et l'Oxygène O.

On constate que les tiges et les fibres de Palmier renferment un important pourcentage de Carbone.

3.4 Comparaisons de la structure externe et des composés chimiques des fibres bouillies

Comme nous avons utilisé des fibres bouillies pour l'élaboration des différents composites, nous nous sommes intéressées à leur comparaison du point de vue morphologique et chimique.

Les fibres végétales sont des expansions cellulaires assimilables à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine. L'ensemble est couvert en général de cires et d'impuretés. Les fibrilles celluloses sont disposées tout au long de la longueur des fibres, et présentent une structure multicouche complexe, avec une paroi primaire très mince, qui entoure une couche secondaire plus épaisse. Cette structure est similaire à celle de fibres de bois [Dallel 2012].

On a constaté que dans tous les cas l'ébullition améliore bien la morphologie des tiges et des fibres, en éliminant les impuretés, et tous les éléments hydrosolubles, ce qui permet d'améliorer le comportement de leurs composites.

En comparant les trois types bouillis, on constate que les fibres de Diss ont une structure complètement épineuse, qui permet d'assurer une bonne liaison avec leurs matrices. Les fibres d'Alfa et de Palmier ont aussi une structure rugueuse en forme de sillons, qui assurent aussi une bonne adhésion aux matrices qui les enveloppent, mais moindre que celles des fibres de Diss.

Les composés chimiques renfermés dans les trois types de fibres sont presque les mêmes, où on observe dans tous les cas la présence de Carbone et d'Oxygène en grande proportion, et on trouve également du Silicium, mais en faible pourcentage.

Ces composés chimiques sont responsables de la bonne résistance des fibres utilisées en traction.

**Chapitre 4 :
Résultats Expérimentaux et Discussions**

Introduction

Dans ce chapitre et à l'issu des essais préliminaires sur les composites à base de fibres végétales préalablement choisies (Alfa, Diss et Palmier), incorporées dans deux matrices différentes (Ciment et Argile), nous avons fait varier les dimensions des fibres de 4, 6 et 8 cm. A la suite des premiers résultats sur les composites à matrice cimentaire en particulier, nous avons rajouté les fibres de 2 cm.

Comme l'objectif de notre thèse est l'amélioration des caractéristiques mécaniques des composites à base de fibres naturelles, nous avons alors utilisé deux modes de préparation des composites, soit par vibration à la table à choc ou par précompression.

Comme nous sommes en présence de produits très absorbants, nous avons également utilisé des fibres bouillies séchées incorporées dans les différentes matrices d'une part, et des fibres bouillies prémouillées d'autre part.

Etant donné que des recherches antérieures ([Merzoud 2007, 2008], [Sellami 2013]) ont montré qu'il y a incompatibilité entre les fibres naturelles et le ciment, nous avons alors effectué un traitement hydrothermique aux fibres pour éliminer les substances hydrosolubles cause du retard de prise et de perte de résistance. Ce traitement n'étant pas nécessaire pour la matrice argileuse, mais pour pouvoir comparer amplement le comportement mécanique des composites de ces fibres dans les différentes matrices, nous avons utilisé des fibres traitées pour les deux cas.

4.1 Essais sur fibres

4.1.1 Essais de traction sur fibres

Les essais de traction directe sur les différentes fibres bouillies ont été effectués à l'aide de la machine de traction de type Zwick Roell spécialement conçu pour ce type de matériaux. Nous avons effectué pour chaque cas 5 essais, et leurs moyennes sont représentées sur la figure 4.1.

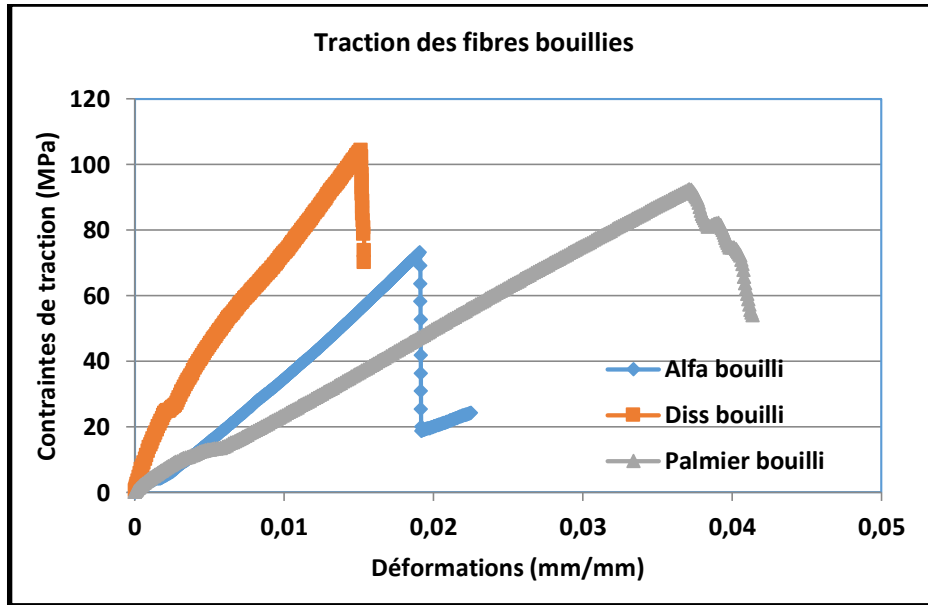


Figure 4.1 Traction des différentes fibres.

Tableau 4.1 : Caractéristiques mécaniques des différentes fibres végétales en traction directe

| Echantillon | Résistance à la Traction (MPa) | Déformation maximale (%) | Module d'élasticité (MPa) |
|-----------------|--------------------------------|--------------------------|---------------------------|
| Alfa bouilli | 73 | 1.9 | 3880 |
| Diss bouilli | 104 | 1.5 | 6450 |
| Palmier bouilli | 92 | 4.1 | 2480 |

A partir des résultats expérimentaux montrés sur la figure 4.1 et le tableau 4.1, on constate que les meilleures résistances à la traction des fibres sont trouvées pour les fibres de Diss, ensuite le Palmier puis l'Alfa. Pour les modules d'élasticité la plus grande valeur est obtenue pour les fibres de Diss ensuite celles d'Alfa et enfin celles du Palmier vu ses grandes déformations qui sont de l'ordre de 4.1 %.

4.1.2 Essais d'absorption des fibres

Les résultats des essais d'absorption des différentes fibres sont représentés sur la figure 4.2.

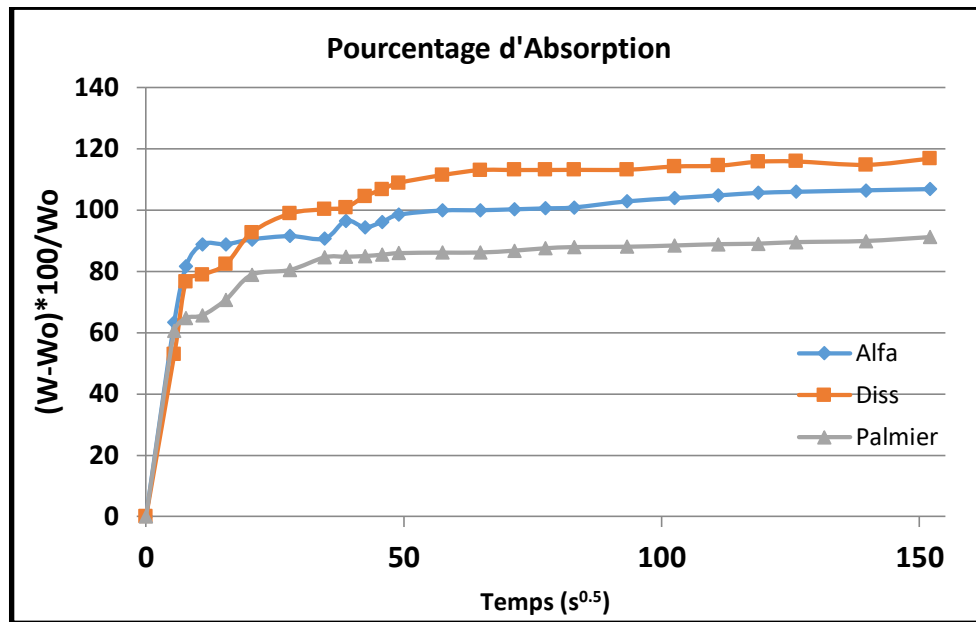


Figure 4.2 Essais d'absorption des différentes fibres.

La figure 4.2 donnant les pourcentages relatifs des absorptions par immersion des fibres dans l'eau en fonction du temps ($\sqrt{\text{seconde}}$) montre que les valeurs maximales sont trouvées pour les fibres de Diss qui avoisinent 120 %, ensuite celles d'Alfa de l'ordre de 105 % et enfin celles du Palmier de l'ordre de 90%. Ces valeurs sont conditionnées par la texture interne des fibres.

On constate que la cinétique d'absorption par immersion est la même pour tous les types des fibres utilisées.

4.1.3 Essais de séchage des fibres

Les résultats des essais de séchage des différentes fibres sont représentés sur la figure 4.3.

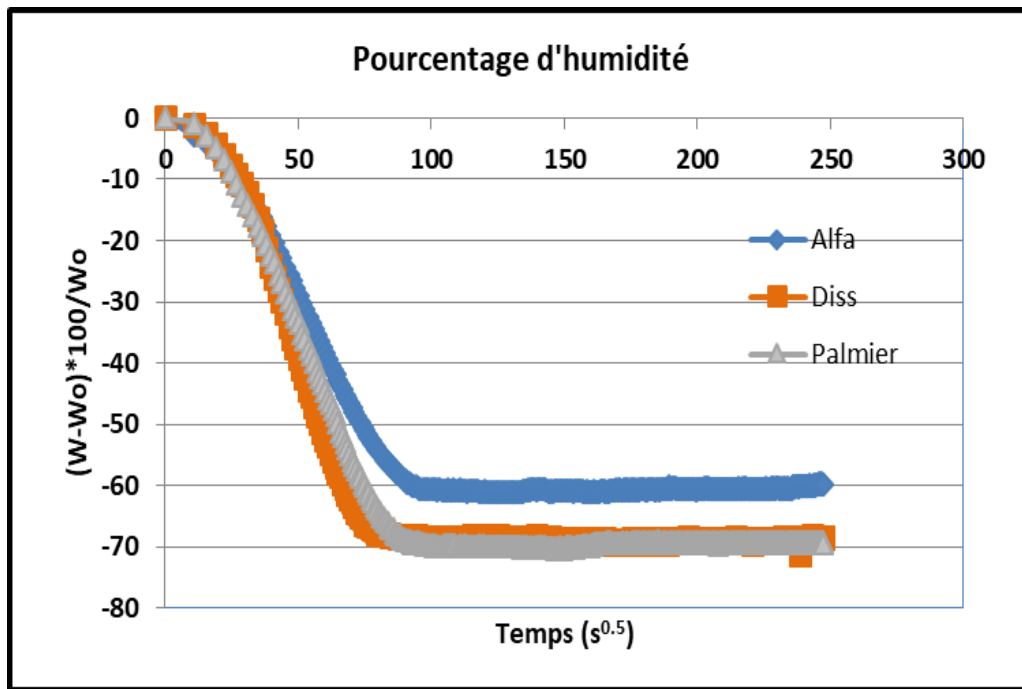


Figure 4.3 Essais d'humidité des différentes fibres.

A partir de la figure 4.3, qui représente les pourcentages relatifs d'humidité renfermés dans les fibres végétales bouillies en fonction du temps ($\sqrt{\text{seconde}}$), les fibres de Diss et de Palmier dégagent plus vite la quantité d'eau évaporée, qui est estimée à 70 % et celles d'Alfa à 60 %.

4.1.4 Essais de capillarité des composites

Les essais d'imbibition capillaire ont été réalisés, à température ambiante, sur des éprouvettes de dimensions 40 x 40 x 160 mm. Afin d'assurer un écoulement unidirectionnel, les faces latérales ont été imperméabilisées à l'aide d'un film plastique thermo-rétractable. L'alimentation en eau est assurée en mettant l'une des sections transversales en contact avec l'eau contenue dans un bac. Les résultats des absorptions capillaires sont représentés sur la figure 4.4 pour les composites cimentaires de fibres d'Alfa (A), par la figure 4.5 pour les composites cimentaires de fibres de Diss (D), et par la figure 4.6 pour les composites cimentaires de fibres de Palmier (P). On a utilisé les éprouvettes de différentes dimensions de 4 à 8 cm à matrice cimentaire précomprimées représenter par (P) et à la table à choc représenter par (T).

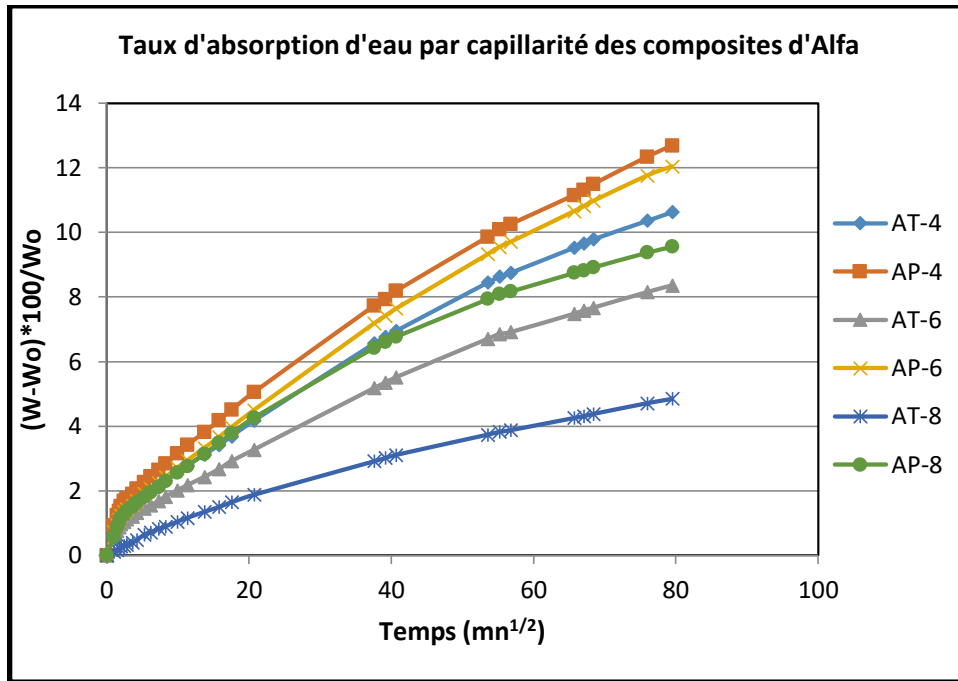


Figure 4.4 Absorption relative par capillarité des composites cimentaires des fibres d'Alfa.

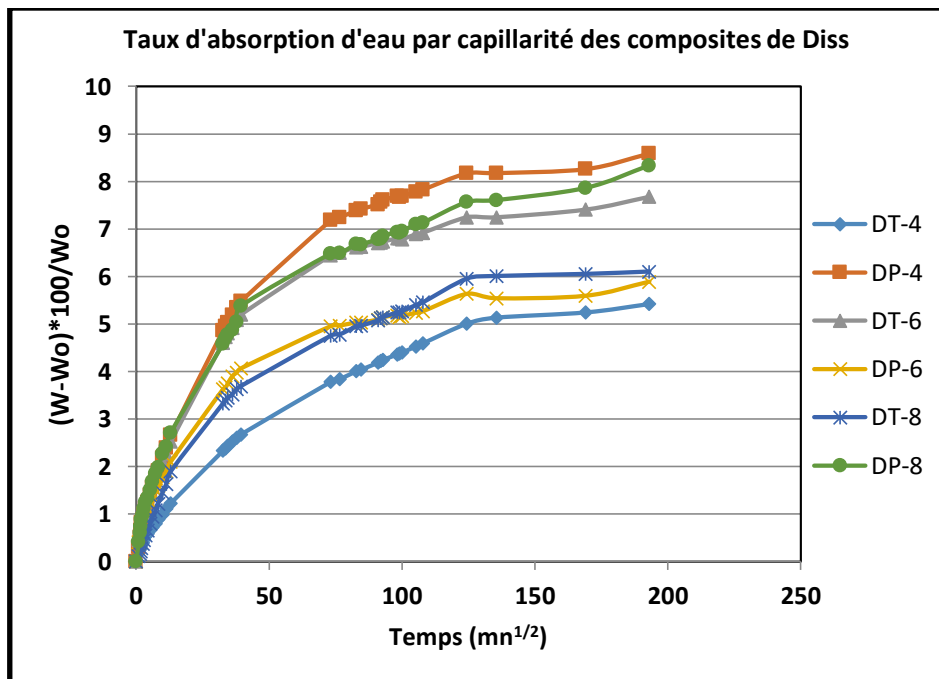


Figure 4.5 Absorption relative par capillarité des composites cimentaires des fibres de Diss.

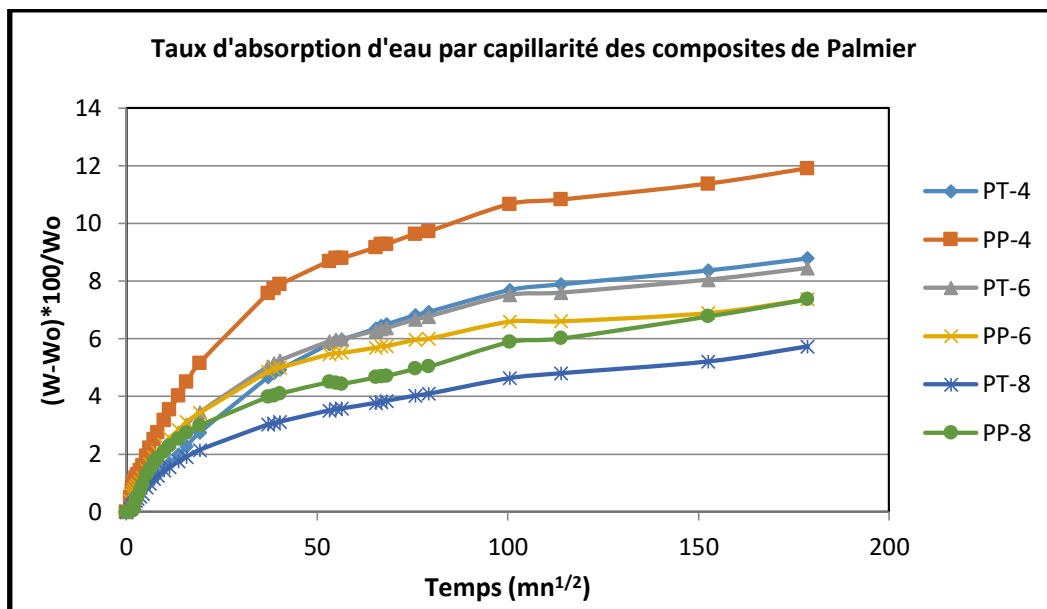


Figure 4.6 Absorption relative par capillarité des composites cimentaires des fibres de Palmier.

Les courbes 4.4 à 4.6 donnent les pourcentages relatifs d'absorption d'eau par capillarité en fonction du temps, représenté par ($\sqrt{\text{minutes}}$). On constate que les taux d'absorption par capillarité sont plus importants pour les composites précomprimés, ceci est dû au rapprochement des fibres lors du compactage et la réduction des pores qui retardent l'absorption par capillarité.

On constate également que plus les fibres sont absorbantes moins la remontée capillaire dans leurs composites est réduite, ceci s'explique par le fait que les fines de ciment colmatent les pores des fibres.

4.2 Essais mécaniques sur les composites à matrice cimentaire élaborés à la table à choc

Lors de la fabrication des composites, une pâte de ciment a été initialement préparée à laquelle, les différentes fibres de différentes dimensions ont été ajoutées. Après le malaxage et l'homogénéisation du matériau frais, celui-ci a été mis en place sur la table à choc dans des moules de types prismatiques (40 x 40 x 160 mm). La vibration se fait par deux couches de vingt coups chacune. Ce type de vibration s'applique bien aux composites à fibres végétales, elle permet aux fibres de se placer horizontalement dans les moules. Ensuite les composites obtenus ont été conservés à température et hygrométrie contrôlées (20±2°C, HR=90%).

Les résistances à la flexion des composites à matrices cimentaires élaborés à la table à choc sont représentés sur la figure 4.7.

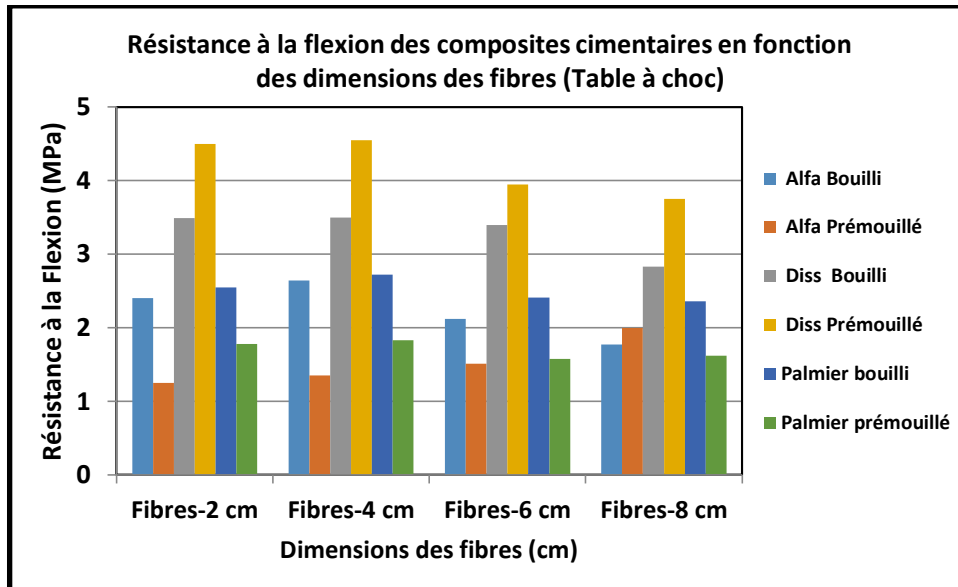


Figure 4.7 Résistances à la flexion des composites cimentaires élaborés à la table à choc.

Les éprouvettes testées en flexion et en compression sont représentées sur les images suivantes de gauche à droite, en commençant par l'Alfa, le Diss et enfin le Palmier.

Les éprouvettes testées en flexion des composites cimentaires et élaborées à la table à choc sont représentées sur les figures 4.8 et 4.9 pour les fibres normales et les fibres prémouillées, respectivement.



Figure 4.8 Essais de flexion des composites cimentaires de fibres normales élaborés à la table à choc.



Figure 4.9 Essais de flexion des composites cimentaires de fibres prémouillées élaborés à la table à choc.

Chapitre 4 : Résultats Expérimentaux et Discussions

Les résultats présentés sur la figure 4.7 montrent que les meilleures résistances à la flexion des matériaux composites cimentaires à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier sont obtenues pour les fibres de longueur variant de 2 à 4 cm. Cela est dû au fait que les fibres adhèrent bien à la matrice de ciment.

Il est à noter que l'essai de la résistance à la traction par flexion des matériaux composites de Diss donne une résistance supérieure à celle d'Alfa et du Palmier, du fait que les fibres de Diss contiennent des épines qui offrent une bonne adhérence entre les fibres et la matrice et une résistance à la traction élevée.

Le prémouillage n'apporte aucune amélioration aux matériaux composites à base de fibres d'Alfa et de Palmier, en revanche il améliore les résistances mécaniques des matériaux composites à base de fibres de Diss, ceci est dû au taux d'absorption d'eau élevé de ces fibres par rapport à celles d'Alfa et du Palmier.

Les résistances à la compression des composites à matrices cimentaires élaborés à la table à choc sont représentés sur la figure 4.10.

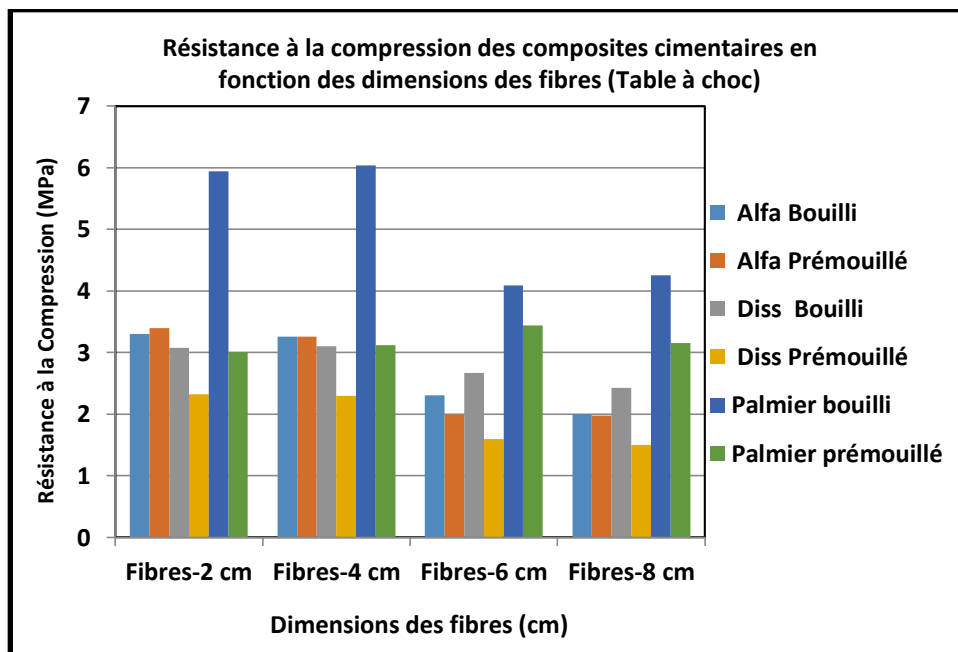


Figure 4.10 Résistances à la Compression des composites cimentaire élaborés à la table à choc.

On peut constater sur la figure 4.10 que les meilleures résistances à la compression des matériaux composites à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier soumis à la table à choc sont obtenues pour des fibres entre 2 et 4 cm. Ceci s'explique par le fait que pour un même rapport des fibres que nous avons utilisées par rapport au liant, les fibres de 2 cm sont plus

nombreuses, ce qui génère des résistances latérales à la traction élevées, qui vont retarder la rupture de leurs composites, et donc augmenter la résistance à la compression.

Les éprouvettes après les essais de compression des composites cimentaires et élaborées à la table à choc sont représentées sur les figures 4.11 et 4.12 pour les fibres normales et les fibres prémouillées, respectivement.



Figure 4.11 Essais de compression des composites cimentaires de fibres normales élaborés à la table à choc.



Figure 4.12 Essais de compression des composites cimentaires de fibres prémouillées élaborés à la table à choc.

4.3 Essais mécaniques sur les composites à matrice cimentaires élaborés par précompression

Après le malaxage et l'homogénéisation du matériau frais, celui-ci a été mis en place par compactage dans des moules de types prismatiques (40 x 40 x 160 mm). Le compactage du matériau frais a été réalisé à l'aide d'une presse, avec une charge d'environ 1 MPa. Ensuite les composites obtenus ont été conservés à température et hygrométrie contrôlées (20±2°C, HR=90%).

Les résistances à la flexion des composites à matrices cimentaires élaborés par précompression sont représentés sur la figure 4.13.

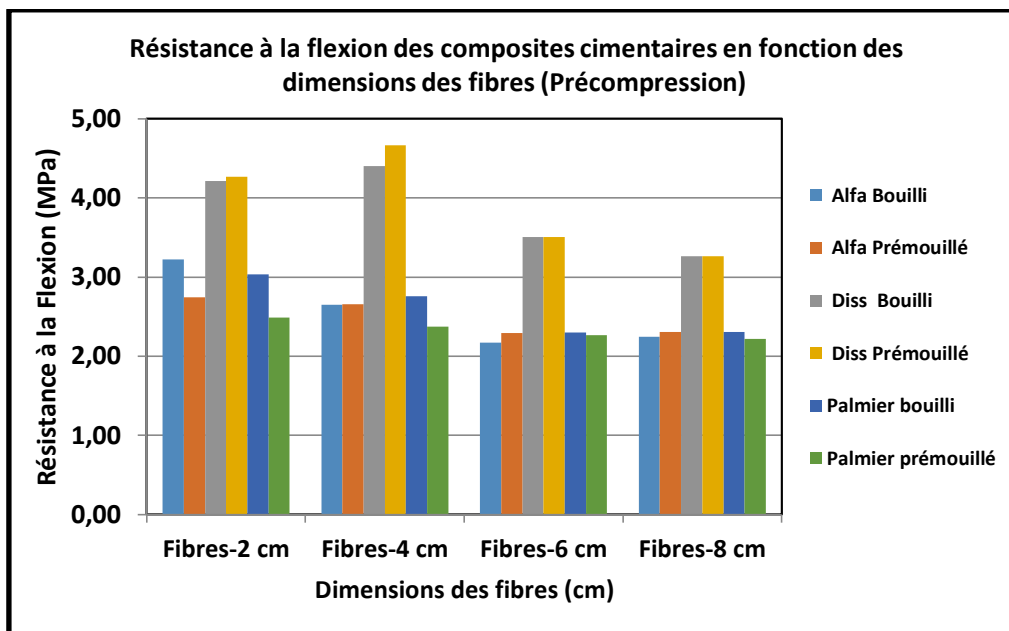


Figure 4.13 Résistances à la flexion des composites cimentaire élaborés par précompression.

Les résultats présentés sur la figure 4.13 résumant les résistances à la flexion des composites cimentaires soumis lors de leur confection à des contraintes de compression de l'ordre de 1 MPa. On en constate que la meilleure résistance à la flexion des matériaux composites cimentaires à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier est obtenue pour les fibres de longueur variant de 2 à 4 cm. Cela est dû au fait que les fibres adhèrent bien à la matrice de ciment. Les valeurs des contraintes de flexion trouvées dans ce cas sont légèrement supérieures à celles élaborées à la table à choc. Ceci confirme que la précompression améliore les caractéristiques mécaniques des composites soumis à la flexion.

Il est à noter que l'essai de la résistance à la traction par flexion des matériaux composites de Diss donne une résistance supérieure à celle d'Alfa et du Palmier, du fait que les fibres de Diss contiennent des épines qui offrent une bonne adhérence entre les fibres et la matrice et une résistance à la traction élevée.

Le prémouillage n'apporte aucune amélioration aux matériaux composites à base de fibres d'Alfa et de Palmier, en revanche il améliore les résistances mécaniques des matériaux composites à base de fibres de Diss, ceci est dû au taux d'absorption d'eau élevé de ces fibres par rapport à celles d'Alfa et du Palmier.

Les éprouvettes après les essais de flexion des composites cimentaires et élaborées par précompression sont représentées sur les figures 4.14 et 4.15 pour les fibres normales et les fibres prémouillées, respectivement.

Chapitre 4 : Résultats Expérimentaux et Discussions



Figure 4.14 Essais de flexion des composites cimentaires de fibres normales élaborés par précompression.



Figure 4.15 Essais de flexion des composites cimentaires de fibres pré mouillées élaborés par précompression.

Les résistances à la compression des composites à matrices cimentaires élaborés par précompression sont représentés sur la figure 4.16.

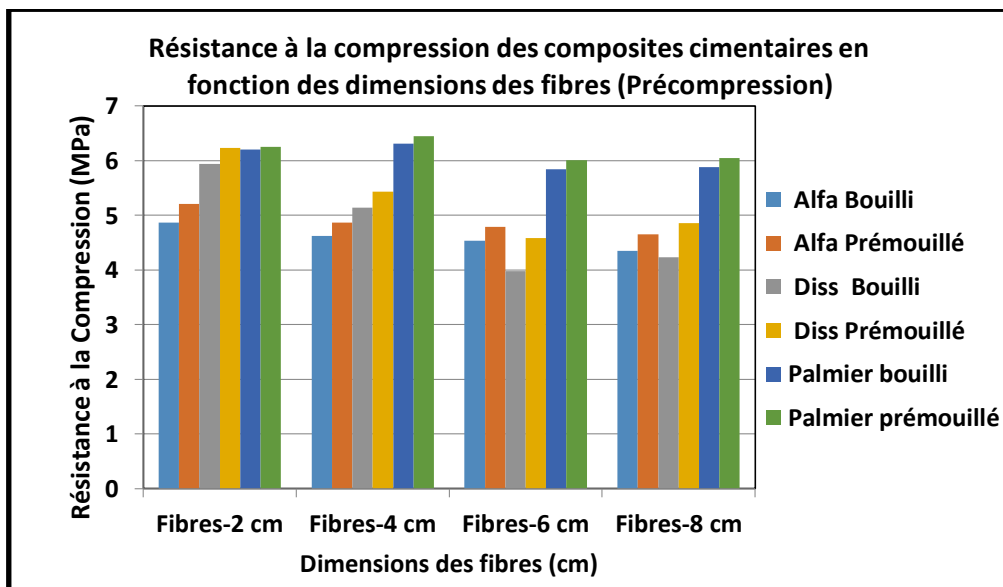


Figure 4.16 Résistances à la compression des composites cimentaires élaborés par précompression.

Chapitre 4 : Résultats Expérimentaux et Discussions

On peut constater sur la figure 4.16 que les meilleures résistances à la compression des matériaux composites à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier soumis à la précompression sont obtenues pour des fibres entre 2 et 4 cm. C'est le même phénomène observé pour les composites identiques soumis à la table à choc.

On constate également que les valeurs des contraintes à la compression des composites élaborés par précompression sont largement supérieures à celles élaborés à la table à choc pour les composites d'Alfa et de Diss et presque identique pour les composites de Palmier Dattier de la figure 4.10.

La précompression améliore bien les résistances à la compression surtout celles contenant des fibres d'Alfa et de Diss, et que le prémouillage améliore légèrement les contraintes de compression.

Les éprouvettes testées en compression des composites cimentaires et élaborées par précompression sont représentées sur les figures 4.17 et 4.18 pour les fibres normales et les fibres prémouillées, respectivement.

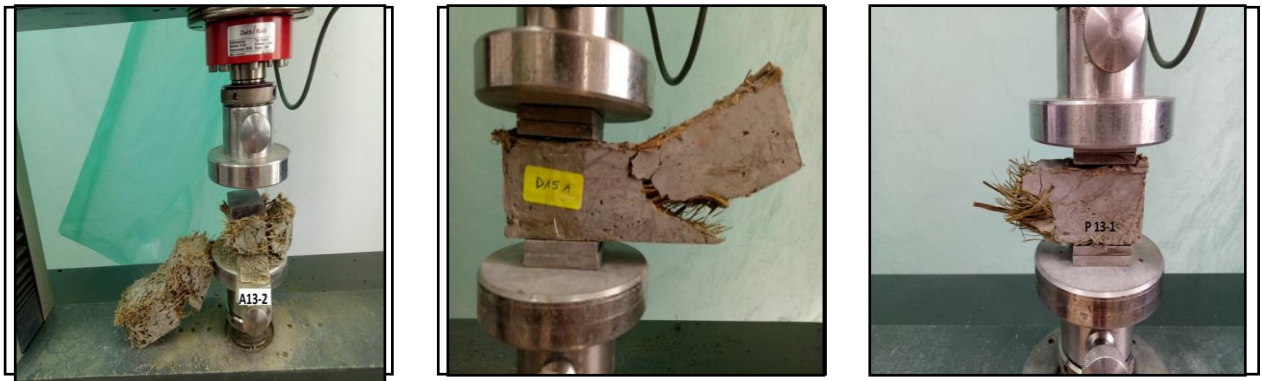


Figure 4.17 Essais de compression des composites cimentaires de fibres normales élaborés par précompression.



Figure 4.18 Essais de compression des composites cimentaires de fibres prémouillées élaborés par précompression.

4.4 Essais mécaniques sur les composites à matrice argileuse élaborés à la table à choc

Lors de la fabrication des composites, une pâte d'argile préparée à laquelle sont ajoutées des différentes fibres de différentes dimensions. Après le malaxage et l'homogénéisation du matériau frais, celui-ci a été mis en place sur la table à choc dans des moules de types prismatiques (40 x 40 x 160 mm). La vibration se fait aussi par deux couches de vingt coups chacune. Ce type de vibration s'applique bien aux composites à fibres végétales, elle permet aux fibres de se placer horizontalement dans les moules. Ensuite les composites obtenu sont été conservés à température et hygrométrie contrôlées (20±2°C, HR=90%). Le rapport Eau/Argile pris en général de l'ordre de 0.5.

Les résistances à la flexion des composites à matrices argileuses élaborés à la table à choc sont représentés sur la figure 4.19.

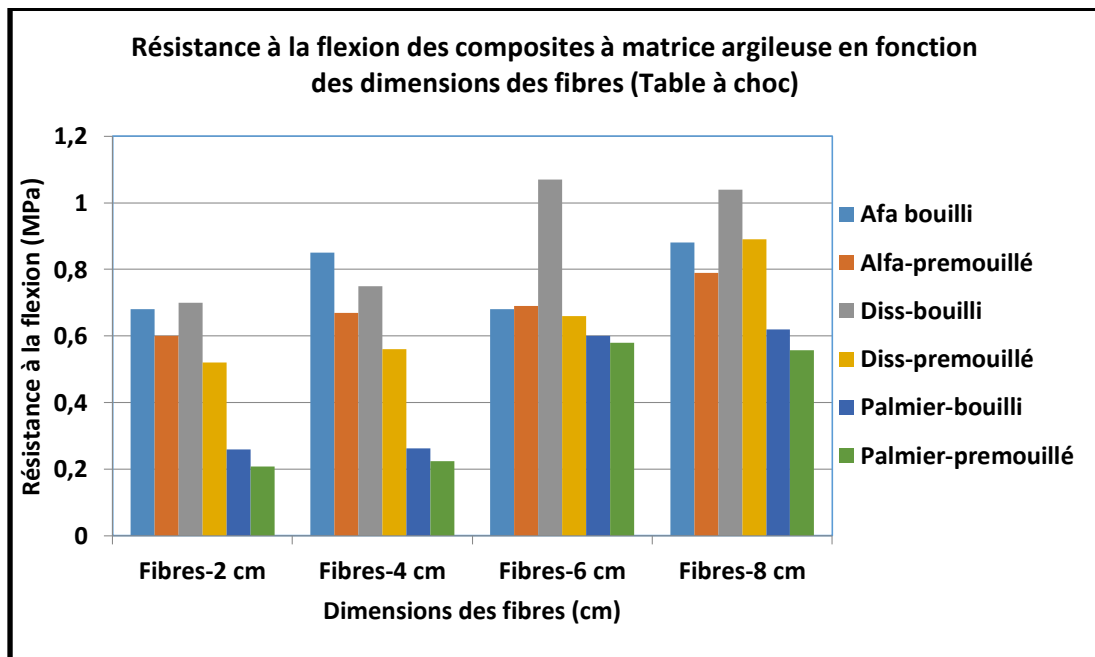


Figure 4.19 Résistances à la flexion des composites à matrice argileuse élaborés à la table à choc.

La figure 4.19 donne les résistances à la flexion des matériaux composites d'Alfa, de Diss et de Palmier avec les différentes formulations, où on peut voir que les meilleures résistances à la flexion sont obtenues pour les fibres de 4 cm pour les fibres d'Alfa et à partir de 6 cm pour les fibres de Diss et de Palmier. Ceci s'explique par le fait que la résistance à la flexion de la pâte d'argile est faible et nécessite donc un ancrage important des fibres dans la matrice. Dans tous les cas, les résistances à la traction par flexion restent faibles, mais présentent un comportement ductile.

Chapitre 4 : Résultats Expérimentaux et Discussions

On constate aussi que les meilleures résistances sont obtenues généralement pour les composites avec des fibres de Diss, ensuite d'Alfa et de Palmier grâce à de leur meilleure résistance à la traction et à leur structure épineuse.

Le prémouillage des fibres n'a aucune influence sur les résistances à la traction par flexion des matériaux composites à matrice d'argile, et ce pour tous les types de fibres, puisque le problème d'hydratation ne se pose pas.

Les éprouvettes après les essais de flexion des composites argileux et élaborées à la table à choc sont représentées sur les figures 4.20 et 4.21 pour les fibres normales et les fibres prémouillées, respectivement.



Figure 4.20 Essais de flexion des composites argileux de fibres normales élaborés à la table à choc.



Figure 4.21 Essais de flexion des composites argileux de fibres prémouillées élaborés à la table à choc.

Les résistances à la compression des composites à matrices cimentaires élaborés à la table à choc sont représentés sur la figure 4.22.

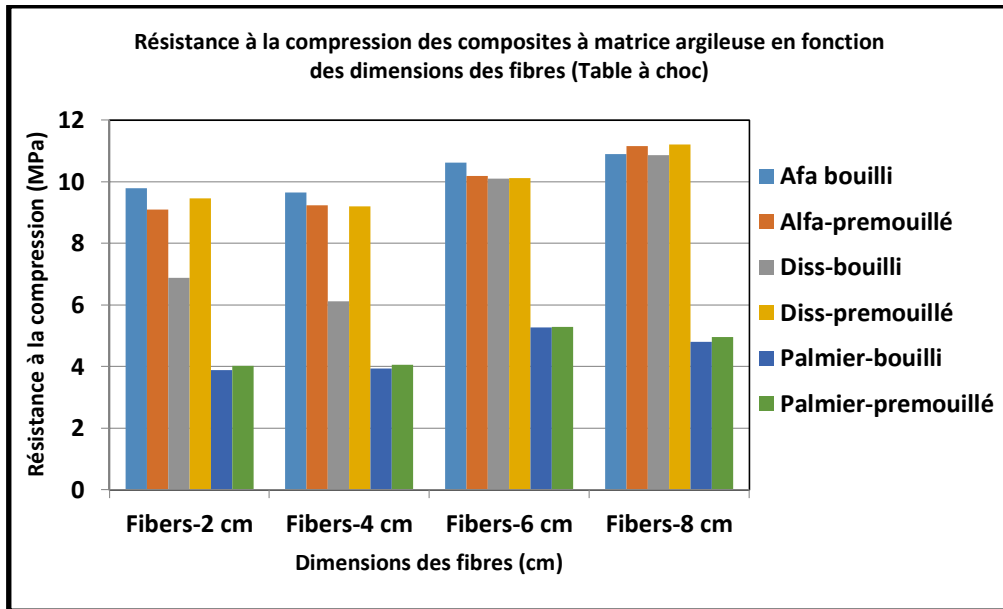


Figure 4.22 Résistances à la Compression des composites à matrice argileuse élaborés à la table à choc.

La figure 4.22 montre que les résistances à la compression sont très importantes dès que les fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier atteignent 6 cm de longueur, et le pré-mouillage n'a pas d'influence sur les résistances à la compression, vu que les fibres et la matrice sont des matériaux absorbants.

Les éprouvettes après les essais de compression des composites argileux et élaborées à la table à choc sont représentées sur les figures 4.23 et 4.24 pour les fibres normales et les fibres pré-mouillées, respectivement.



Figure 4.23 Essais de compression des composites argileux de fibres normales élaborés à la table à choc.

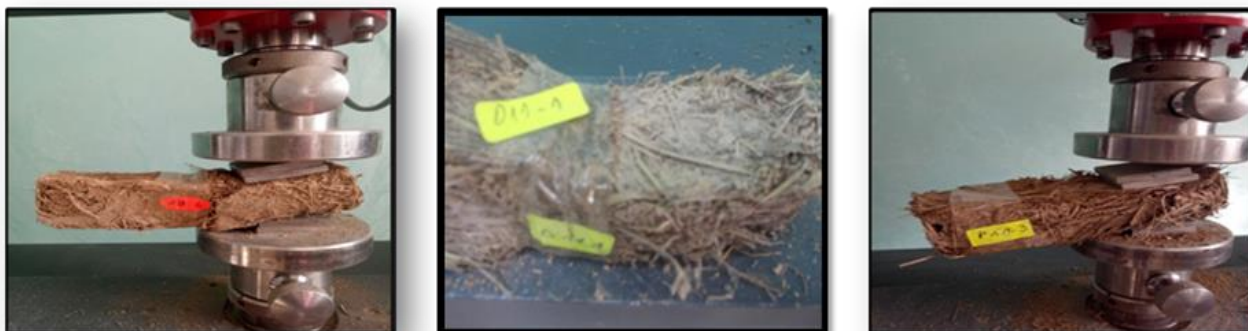


Figure 4.24 Essais de compression des composites argileux de fibres pré mouillées élaborés à la table à choc.

4.5 Essais mécaniques sur les composites à matrice argileuse élaborés par précompression

Les résistances mécaniques des composites à matrices argileuse élaborés par précompression sont représentés sur la figure 4.25 pour la flexion et 4.26 pour la compression.

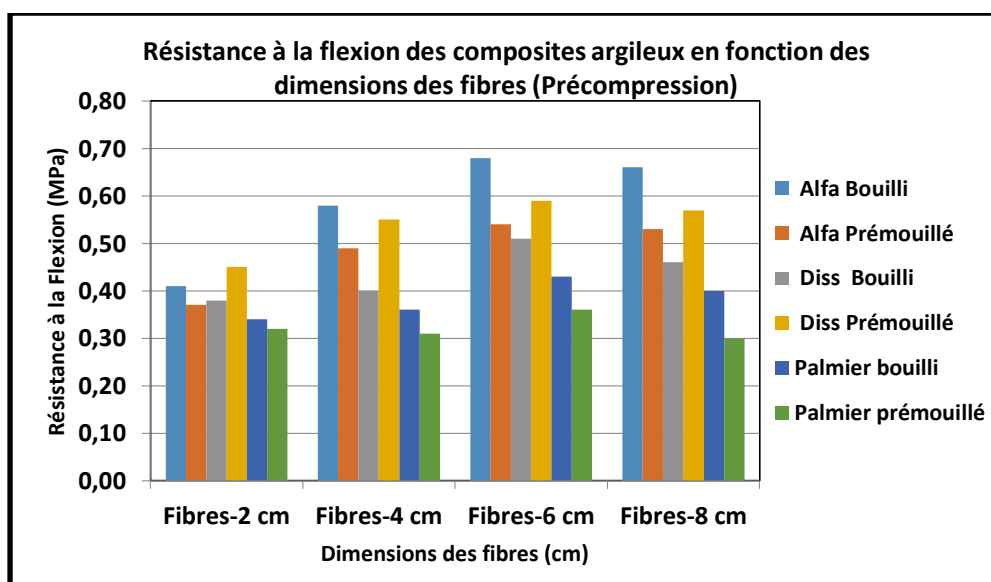


Figure 4.25 Résistances à la flexion des composites à matrice argileuse élaborés par précompression.

D'après les résultats trouvés sur les figures 4.19 et 4.25 relatives aux résistances à la flexion des différents matériaux composites des fibres utilisées et préparées par la table à choc et par précompression, on constate que ce dernier mode de préparation des éprouvettes ne donne pas d'amélioration de la résistance, ceci s'explique par le fait que l'argile est incompressible.

Les meilleures résistances des composites à base d'argile précompressés sont données pour les dimensions des fibres de 6 cm, vu qu'elles ont besoin d'un ancrage important, puisque la résistance à la traction de l'argile est faible.

Chapitre 4 : Résultats Expérimentaux et Discussions

Les éprouvettes après les essais de flexion des composites argileux et élaborées par précompression sont représentées sur les figures 4.26 et 4.27 pour les fibres normales et les fibres prémouillées, respectivement.



Figure 4.26 Essais de flexion des composites argileux de fibres normales élaborés par précompression.



Figure 4.27 Essais de flexion des composites argileux de fibres prémouillées élaborés par précompression.

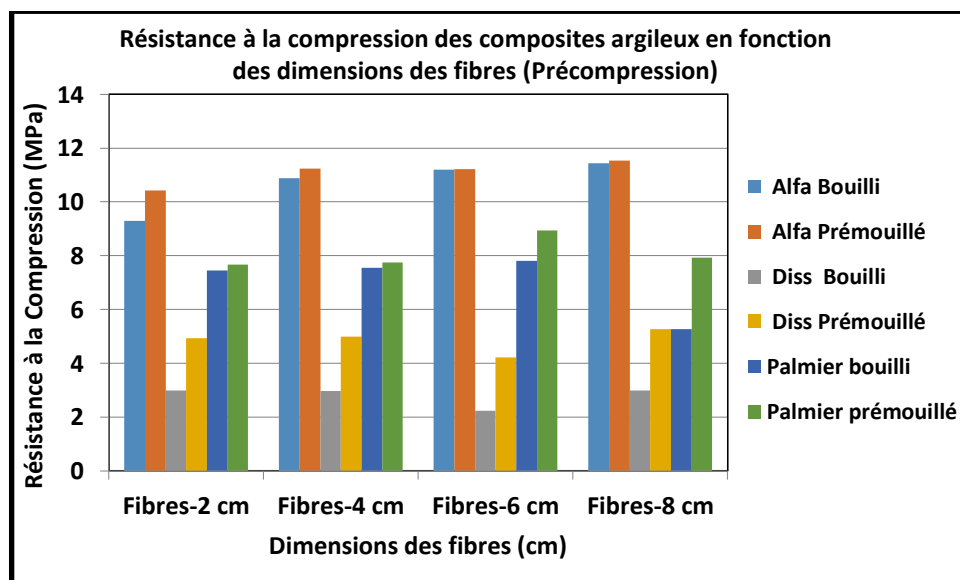


Figure 4.28 Résistances à la compression des composites à matrice argileuse élaborés par précompression.

Chapitre 4 : Résultats Expérimentaux et Discussions

On constate que la précompression des composites affecte d'une façon significative la résistance à la compression des composites à base de fibres de Diss, et on note une importante baisse de la résistance à la compression et pour toutes les dimensions des fibres. La contrainte de compression des composites à base de fibres de Diss préparés à la table à choc passe de la valeur de 10 MPa à 2 MPa pour la précompression. Cette baisse de résistance est due principalement à l'écrasement des épines contenues dans les fibres.

Les fibres d'Alfa résistent mieux que les autres fibres dans les composites précomprimés en compression, vu que leurs fibres sont très fines et homogènes.

Les éprouvettes après les essais de compression des composites argileux et élaborées par précompression sont représentées sur les figures 4.29 et 4.30 pour les fibres normales et les fibres prémouillées, respectivement.



Figure 4.29 Essais de compression des composites argileux de fibres normales élaborés par précompression.



Figure 4.30 Essais de compression des composites argileux de fibres prémouillées élaborés par précompression.

4.6 Analyse des résultats mécaniques des différents composites soumis à la flexion

On constate à partir des résultats des différents composites cimentaires ou argileux renforcés par les différentes fibres végétales et élaborés soit à la table à choc ou par précompression,

soumis à la flexion que leur comportement est ductile, et que les fibres jouent bien leur rôle de renfort, comme on le voit sur les figures 4.8, 4.9, 4.14, 4.15, 4.20, 4.21, 4.26 et 4.27.

Dans tous les cas, on constate que bien la partie inférieure fissurée tendue et la partie supérieure comprimée, où les fibres jouent le rôle de renfort, qui s'opposent à la rupture brutale des composites (figure 4.31).

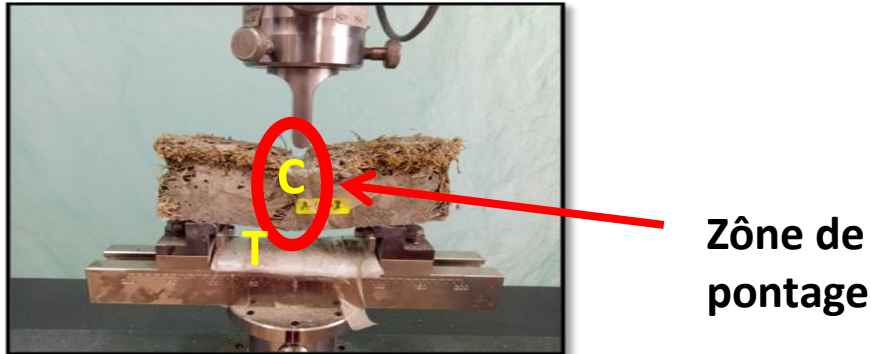


Figure 4.31 Composites en flexion trois points.

4.7 Analyse des résultats mécaniques des différents composites soumis à la compression

On constate à partir des résultats des différents composites cimentaires ou argileux, renforcés par les fibres végétales, et élaborés soit à la table à choc ou par précompression, soumis à la compression que leur comportement est aussi ductile, et que les fibres jouent bien leur rôle de renfort, comme on le voit sur les figures 4.11, 4.12, 4.17, 4.18, 4.23, 4.24, 4.29 et 4.30.

Les composites des différentes fibres utilisées se rompent en compression par tension latérale dans le sens perpendiculaire à la charge appliquée, ce qui permet aux fibres de s'opposer à cette tension par leur résistance à la traction.

Ces fibres retardent bien la rupture, ce qui permet d'avoir un comportement ductile et résistant des composites renforcés par les fibres végétales.

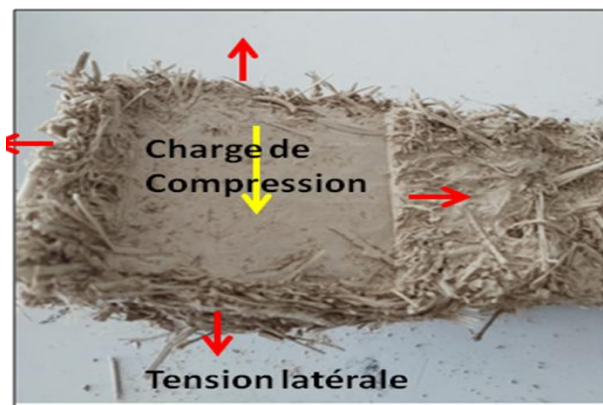


Figure 4.32 Composites en Compression.

Conclusion Générale

L'introduction de fibres naturelles dans différentes matrices améliore le comportement mécanique de leurs composites. Bien qu'en général les résistances obtenues soient faibles par rapport à la pâte pure, qui présente un comportement fragile, néanmoins l'incorporation de fibres dans la matrice garantissent un comportement ductile aussi bien en flexion qu'en compression.

Les fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier utilisées dans la présente thèse ont une résistance à la traction assez importante, elles limitent la progression des fissures et retardent la rupture.

On constate que les taux d'absorption par capillarité sont plus importants pour les composites précomprimés, ceci est dû au rapprochement des fibres lors du compactage et la réduction des pores qui augmentent l'absorption par capillarité.

On constate également que plus les fibres sont absorbantes moins les remontées capillaires dans leurs composites sont réduites, ceci s'explique par le fait que les fines de ciment colmatent les pores des fibres.

Les résultats mécaniques trouvés expérimentalement montrent que la meilleure résistance à la flexion des matériaux composites cimentaires à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier est obtenue pour les fibres de longueur variant de 2 à 4 cm. Cela est dû au fait que les fibres adhèrent bien à la matrice de ciment.

La résistance à la traction par flexion des matériaux composites cimentaires à base de Diss donne une résistance supérieure à celle d'Alfa et du Palmier, du fait que les fibres de Diss contiennent des épines qui offrent une bonne adhérence entre les fibres et la matrice et une résistance à la traction la plus élevée.

Le prémouillage n'apporte aucune amélioration aux matériaux composites cimentaires à base de fibres d'Alfa et de Palmier, en revanche il améliore les résistances mécaniques des matériaux composites à base de fibres de Diss, ceci est dû au taux d'absorption d'eau élevé de ces fibres par rapport à celles d'Alfa et du Palmier.

On peut constater également que les meilleures résistances à la compression des matériaux composites cimentaires à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier soumis à la table à choc sont obtenues pour des fibres entre 2 et 4 cm. Ceci s'explique par le fait que pour un même rapport des fibres de Diss par rapport au liant, les fibres de 2 cm sont plus nombreuses, ce qui génère des résistances latérales à la traction élevées, qui vont retarder la rupture de leurs composites, et donc augmenter la résistance à la compression.

Les résistances à la flexion des composites cimentaires soumis lors de leur confection à des contraintes de précompression de l'ordre de 1 MPa, montre que la meilleure résistance à la flexion des matériaux composites cimentaires à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier est obtenue pour les fibres de longueur variant de 2 à 4 cm. Cela est dû au fait que les fibres adhèrent bien à la matrice de ciment. Les valeurs des contraintes de flexion trouvées dans ce cas sont légèrement supérieures à celles élaborées à la table à choc. Ceci confirme que la précompression améliore les caractéristiques mécaniques des composites cimentaires soumis à la flexion.

Les meilleures résistances à la compression des matériaux composites cimentaires à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier soumis à la précompression sont obtenues pour des fibres entre 2 et 4 cm. C'est le même phénomène observé pour les composites soumis à la table à choc.

On constate également que les valeurs des contraintes de compression des composites cimentaires élaborés par précompression sont largement supérieures à celles élaborés à la table à choc.

La précompression améliore bien les résistances à la compression des composites cimentaires, surtout celles contenant des fibres d'Alfa et de Diss, et que le prémouillage améliore légèrement les contraintes de compression.

Les meilleures résistances à la flexion des composite à matrice argileuse sont obtenues pour les fibres de 4 cm pour l'Alfa et de 6 cm pour celles de Diss et de Palmier. Ceci s'explique par le fait que la résistance à la flexion de la pâte d'argile est faible de l'ordre de 0.81 MPa, et qui nécessite donc un ancrage important des fibres dans la matrice. Dans tous les cas, les résistances à la traction par flexion des composite à matrice argileuse restent faibles, mais présentent un comportement ductile.

On constate aussi que les meilleures résistances à la compression sont obtenues généralement pour les composites à matrices argileuses avec des fibres de Diss, ensuite d'Alfa et de Palmier grâce à leur meilleure résistance à la traction et à leur structure épineuse.

Le prémouillage des fibres n'a aucune influence sur les résistances à la traction par flexion des matériaux composites à matrice d'argile, et ce pour tous les types de fibres, puisque le problème d'hydratation ne se pose pas.

Les résistances à la compression sont très importantes dès que les fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier atteignent 6 cm de longueur, et le prémouillage n'a pas d'influence sur les résistances à

la compression, vu que la pâte d'argile n'est pas absorbante, et l'excès d'eau est évacué à l'extérieur du moule.

Les résultats expérimentaux relatifs aux résistances à la flexion des différents matériaux composites argileux des fibres utilisées et préparées par la table à choc et par précompression, montrent que ce dernier mode de préparation des éprouvettes ne donne pas d'amélioration de la résistance, ceci s'explique par le fait que l'argile est incompressible.

Les meilleures résistances des composites précomprimés à base d'argile sont données pour les dimensions des fibres de 6 cm, vu qu'elles ont besoin d'un ancrage important, étant donné que la résistance à la traction de l'argile est faible.

La précompression des composites argileux affecte d'une façon significative la résistance à la compression des composites à base de fibres de Diss, on note une importante baisse de la résistance à la compression, et ce pour toutes les dimensions des fibres. La contrainte de compression des composites à base de fibres de Diss préparés à la table à choc passe de la valeur de 10 MPa à 2 MPa pour la précompression. Cette baisse de résistance est due principalement à l'écrasement des épines contenues dans les fibres.

Les fibres d'Alfa résistent mieux que les autres fibres dans les composites argileux précomprimés en compression, vu que leurs fibres sont très fines et homogènes.

En revanche, les résistances à la compression des matériaux composites à base d'Alfa et de Diss avec la matrice argileuse atteignent des valeurs élevées qui dépassent 10 MPa, alors que la résistance à la compression de la pâte d'argile pure n'est que de 3,47 MPa. Ceci s'explique par le fait que les fibres reprennent les tensions latérales engendrées par la compression du matériau composite, qui retardent la rupture.

Les matériaux composites cimentaires à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier ont des résistances à la flexion inférieures à celles de la pâte de ciment pure (5,34 MPa), mais acceptables. A noter que les résistances à la flexion des matériaux composites à base de fibres de Diss sont supérieures à celles des fibres d'Alfa et de Palmier. Les meilleures valeurs sont atteintes pour les dimensions des fibres d'Alfa et de Diss entre 2 et 4 cm. Ceci s'explique par le fait que les fibres s'ancrent bien dans la pâte de ciment.

Les résistances à la compression des matériaux composites cimentaires à base de fibres d'Alfa et de Diss sont bien inférieures à celles de la pâte de ciment pure (23.00 MPa). Les meilleures valeurs de ces résistances sont obtenues pour des fibres de dimensions de 2 à 4 cm, du fait leur

grand nombre, qui s'opposent bien aux tensions latérales, et éviteraient ainsi la rupture fragile.

On constate que le prémouillage améliore les résistances à la traction par flexion des matériaux composites cimentaires à base de fibres de Diss élaborés à la table à choc du fait de leur importante cinétique d'absorption.

Les essais réalisés sur des composites à base de fibres d'Alfa, de Diss et de Palmier dans différentes matrices (cimentaire et argileuse) et différentes dimensions pouvant aller de 2 à 8 cm, nous ont permis de constater, que les meilleures résistances en flexion des composites sont généralement atteintes pour les fibres de 2 à 4 cm pour les composites cimentaires et entre 6 à 8 cm pour les composites argileux. On note également que les résistances à la compression des composites argileux renforcés de fibres d'Alfa et de Diss et élaborés à la table à choc donnent des valeurs de compression très élevées, comparées à celles contenant des fibres de Palmier, et dépassent dans tous les cas la résistance à la compression de la pâte d'argile pure.

Pour les composites argileux élaborés par précompression, et contenant des fibres de Diss, montrent une forte diminution de la résistance à la compression, ceci s'explique par le fait que les épines s'écrasent et perdent leur capacité d'adhérence à la pâte d'argile.

Par contre pour les composites argileux renforcées par des fibres d'Alfa et de Palmier, les résistances à la compression de ces composites élaborées à la table à choc ou par précompression sont presque identiques.

Les composites obtenus ont une très faible masse volumique, ce qui permet de classer les composites à base de fibres naturelles comme matériaux légers, avec un comportement très ductile, ce qui permet d'envisager d'utiliser ces matériaux comme remplissage dans les zones sismiques.

L'imagerie au MEB des fibres végétales nous a aidé à connaître la structure extérieure des fibres, qui se trouve en contact direct avec les pâtes d'argile et de ciment qui sont utilisées dans notre thèse. L'analyse chimique des fibres par l'EDX nous a permis de connaître les différents composés chimiques dont sont composées les différentes phases de la même fibre.

Les résistances à la flexion des composites cimentaires à base de fibres de Diss varient de 4.5 à 3.8 MPa en utilisant des fibres de 2 à 8 cm, alors pour des composites de même volume des fibres sans tenir compte de l'effet des dimensions, la résistance à la flexion est de l'ordre de 1.8 MPa, trouvées par Sellami A (2015).

Conclusion Générale

Les résistances à la compression des composites cimentaires à base de fibres de Diss varient de 3.2 à 2.5 MPa en faisant varier les dimensions des fibres de 2 à 8 cm, la résistance à la compression des fibres placées aléatoirement sans tenir compte l'effet des dimensions, où la résistance à la compression a été trouvée par Sellami A (2015) égale à 2.3 MPa.

On en tire de ces résultats que le rapport conventionnel traction-compression des composites cimentaires, qui est de l'ordre de 1/10, n'est plus valable, où on trouve parfois la résistance à la traction dépasse la résistance à la compression. Ces propriétés sont intéressantes pour les matériaux en génie civil, et apportent l'avantage principal apporté par le renfort de fibres, à savoir l'amélioration de la résistance à la traction dans le comportement post-fissuration du composites cimentaires, en général, les fibres structurelles peuvent également être utilisateur de remplacer partiellement l'armature classique.

Bibliographie

A

[Abakar 2018] Abakar, A. ” **Caractéristiques mécaniques et thermiques de l’argile stabilisée par la gomme arabique et renforcée par la paille de riz**”, Thèse de doctorat, Université de Lorraine, 28 juin 2018, pp 183.

[Aboe 2012] Aboe, M. ” **Etude de la variabilité intra-balle des caractéristiques technologiques des fibres de coton produites en Afrique de l’ouest et du centre**”, Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace, Mulhouse, 5 mars 2012, pp 180.

[Aboutair 2019] Aboutair, A. ” **Caractérisation physico-mécanique et microstructurale des bétons fibrés à matrices ultra haute performance**”, Thèse de doctorat, Université de M’hamed Bougara, Boumerdes, 2019, pp 97.

[Achour 2017] Achour, A. ” **Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : valorisation des plantes locales**”, Thèse de doctorat, Université Aboubakr Belkaïd, Tlemcen, 18 / 12 / 2017, pp 101.

[Achoura 2013] Achoura, A. ” **Contribution à la connaissance des effets des paramètres écologiques oasiens sur les fluctuations des effectifs chez les populations de la cochenille blanche du palmier dattier *Parlatoria blanchardi* Targ.1868, (Homoptera, Diaspididae) dans la région de Biskra**”, Thèse De Doctorat, Université Mohamed Kheider, Biskra, 2013, pp 154.

[Ajouguim 2019] Ajouguim S, Abdelouahdi K, Waqif M, Stefanidou M. Saadi L ” **Modifications of Alfa fibers by alkali and hydrothermal treatment**”, Cellulose (2019) 26:1503–1516.

[Al-Mohamadawi 2016] Al-Mohamadawi, A.A.H. ” **Contribution à l’étude de l’impact de l’environnement vis à vis d’éco-matériaux lignocellulosiques**”, Thèse de doctorat, Université de Picardie Jules Verne, 23/11/2016, pp 215.

[Amroune 2016] Amroune, S. ” **Caractérisations mécaniques et étude de l’endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier**”, Thèse de doctorat, Université du 8 Mai 1945, Guelma, 2016, pp 157.

B

[Bagayoko 2013] Bagayoko, K. ” **L’importance et l’avenir du coton en Afrique de l’ouest: cas du mali**” Thèse de doctorat, Université Grenoble, 05 décembre 2013, pp 418.

- [**Bahloul 2009**] Bahloul, O. Bourzam, A. Bahloul, A. **''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.
- [**Baley 2012**] Baley, C., Le Duigou, A., Bourmaud, A., Davies, P. **''Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites''**, Journal Composites: Part A 43, 2012, 1226–1233.
- [**Belkhir 2021**] Belkhir, Z., Merzoud, M and Daoud N.E.H **''Effect of the Dimensions of Natural Fibers on the Mechanical Characteristics of Clay Matrix Composites''**, Algerian Journal of Environmental Science and Technology, Vol 7, No 2 (2021).
- [**Belouadah 2017**] Belouadah, Z. **''Contribution à l'étude d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux composites renforcés par des fibres végétales existante dans la région du Hodna''**, thèse de doctorat, Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou , Février 2017, pp 125.
- [**Ben Jmeaa 2019**] Ben Jmeaa, A. **''Elaboration, procédé et caractérisation des composites renforcés avec haute teneur en fibre de cellulose''**, Mémoire présenté comme exigence partielle de la maîtrise en ingénierie, Université Du Québec En Abitibi, Témiscamingue, Juin 2019, pp 120.
- [**Benali 2010**] Benali, R. **''Etude du comportement mécanique et rhéologique de la pâte du ciment, mortier et béton avec différentes fibres''**, Thèse de magister, Université Mohamed Khider Biskra, 2010, pp 90.
- [**Benamara 2010**] Benamara, R. **''Effet du traitement de la surface des fibres sur les propriétés du composite Polypropylène/Fibres de Genêt d'Espagne''**, Thèse de magister, Université Ferhat Abbas, Sétif, octobre 2010, pp 65.
- [**Benarima 2019**] Benarima, Z.E.A. **''Etude du comportement thermique des ciments lors du durcissement par analyse calorimétrique''**, Thèse de doctorat, Université de Houari Boumediene, 2019, pp 122.
- [**Bentahar 2016**] Bentahar, Y. **''Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines : application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse''**, Thèse de doctorat, Université de Nice-Sophia Antipolis, 2016, pp 168.

- [Berthelot 2010] Berthelot, J.M. **''Mécanique des Matériaux et Structures Composites''**, Institut Supérieur des Matériaux et Mécaniques Avancés (ISMANS), Le Mans, France, 5^{ème} édition, novembre 2010, pp 641.
- [Berti 2006] Berti, F. Hofs, J.L. Zagbaï, H.S. Lebailly, P. **''Le coton dans le monde, place du coton africain et principaux enjeux''**, Biotechnol. Agron. Soc. Environ. 2006 10 (4), 271-280.
- [Bessadok 2007] Bessadok, A. Marais, S. Gouanvé, F. Colasse, L. Zimmerlin, I. Roudesli, S. Métayer, M. **''Effect of chemical treatments of Alfa (Stipa tenacissima) fibres on water-sorption properties''**, Composites Science and Technology 67 (2007) 685–697.
- [Betene Ebanda 2012] Betene Ebanda, F. **''Etude des propriétés mécaniques et thermiques du plâtre renforcé de fibres végétales tropicales''**, Thèse de doctorat en cotutelle : Université Blaise Pascal, Clermont-Ferrand II et Université de Douala (UD), 30 novembre 2012, pp 189.
- [Bitar 2016] Bitar, Z. **''Influence de la surface spécifique des ciments aux ajouts minéraux (calcaire) sur le comportement mécanique du mortier.''**, Mémoire de master, Université Mohamed Boudiaf, M'sila, 2016, pp 90.
- [Boudjema 2016] Boudjema, H.L. **''Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables''**, Thèse de doctorat, Université d'Oran 2, 2016, pp 125.
- [Boufaïda 2015] Boufaïda, Z. **''Analyse des propriétés mécaniques de composites taffetas verre/matrice acrylique en relation avec les propriétés d'adhésion des fibres sur la matrice''**, Thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2015, pp 212.
- [Bouhank 2017] Bouhank, S. **''Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de genêt d'Espagne : formulations et caractérisations''**, Thèse de doctorat, Université de Ferhat ABBAS, Sétif 1 2017, pp 130.
- [Bourahli 2014] Bourahli, M.E.H. **''Caractérisation d'un composite verre / époxy''**, Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas-Sétif 1, 2014, pp 137.
- [Boussehel 2018] Boussehel, H. **''Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène''**, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, 2018, pp 139.
- [Bouzouita 2011] Bouzouita, S. **''Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel''**, Thèse de doctorat en cotutelle : Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir et Ecole Centrale de Lyon, 2011, pp 179.

[**Brahmi 2017**] Brahmi, H. **''Contribution à l'étude du phénomène d'adhérence des fibres végétales a la matrice béton « cas des fibres du palmier dattier »''**, Thèse de doctorat, Université TAHRI Mohamed Béchar, 2017, pp 107.

[**Brouard 2018**] Brouard, Y. **''Caractérisation et Optimisation d'un Composite Biosource pour l'habitat''**, thèse de doctorat Ecole Doctorale EMSTU Laboratoire de Mécanique Gabriel Lamé, Université de Tours, Mai 2018, pp 171.

C

[**Chaabani 2017**] Chaabani, C. **''Composites à fibres de carbone : récupération des fibres par solvolysé hydrothermale. Impact sur la qualité des fibres et valorisation de la phase liquide''**, Thèse de doctorat, Université Fédérale Toulouse-Midi-Pyrénées, 2017, pp 200.

[**Chafei 2015**] Chafei S., Khadraoui F, Boutouil M, Gomina M **''Effect of flax fibers treatments on the rheological and the mechanical behavior of a cement composite''**, Construction and Building and Materials, 79 (2015) 229–235.

[**Chenah 2018**] Chenah, M and Amrani M. **''Chemical and structural analysis of lignocellulosic biomass of ampelodesmos mauritanicus (Diss) and stipa tenacissim''**, Wood Research 63 (4): 2018 699-712.

[**Choufa 2013**] Choufa, N. **''Epuración des eaux usées: l'élimination des micropolluants dans les eaux usées par un matériau argileux''**, Thèse de magister, Université Mohammed Cherif Messaadia, Souk Ahras, 2013, pp 110.

[**Coatenlem 2006**] Coatenlem, P, Jauberthie, R, and Rendell F. **''Lightweight wood chipping concrete durability''**. Constr. Build. Mater, 2006, Vol. 20, N° 9, p. 776-781.

D

[**Dallel 2012**] Dallel, M. **''Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil''**, Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace, Mulhouse, 2012, pp 141.

[**Delannoy 2006**] Delannoy, M., Demarle, B. **''L'utilisation du carbone et des composites dans la réalisation de châssis de voitures de course : état de l'art''**, Ecole Des Mines De Douai, Promotion 2009, 2006, pp 70.

[Derabla 2002] Derabla, R. **''Propriétés physico – mécaniques des mortiers et des ciments élaborés à base de laitier granulé d'El Hadjar''**, Thèse de magister, Université Badji Mokhtar, Annaba, 2002, pp 90.

[Derouich 2011] Derouich, H. **''Réactivité de deux variétés cristallines de la phase aluminat tricalcique C3A du ciment en présence ou non de superplastifiant''**, Rapport de stage de master, Université de Lorraine, 2011, pp 45.

[Djebbloun 2018] Djebbloun, Y. **''Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales''**, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, 2018, pp 105.

[Djeghader 2017] Djeghader, D. **''Contribution à l'analyse du comportement des composites stratifiés jute/polyester et verre/polyester sous sollicitation cyclique et dynamique : prise en compte de vieillissement''**, Thèse de doctorat, Université de Badji-Mokhtar, Annaba, 2017, pp 113.

E

[El Boustani 2016] El Boustani, M. **''Modification des fibres végétales par un procédé écologique: effets sur la microstructure et la Compatibilité avec les matrices polymériques''**, Thèse de doctorat en cotutelle, Université Cadi Ayyad et l'Université du Québec à Trois-Rivières, 11 Juillet 2016, pp 208.

[Elfehri Borchani 2016] Elfehri Borchani, K. **'' Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa''**, Thèse de doctorat en cotutelle : Université de Lyon et École nationale d'ingénieurs de Sfax, Tunisie, 2016, pp 131.

[Elhamdouni 2015] Elhamdouni, Y. Khabbazi, A. Benayad, C. Dadi, A and Ahmid O.I. **''Effect of fiber Alfa on thermophysical characteristics of a material based on clay, Energy Procedia''** 74 (2015) 718 – 727.

[Elouaer 2011] Elouaer, A. **''Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales''**, Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne, Janvier 2011.

F

[Fadel 2014] Fadel, A. **'' Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique''**, Thèse de magister, Université Sétif-1-, 2014, pp 106.

[Fagerstedt 2015] Fagerstedt K.V, Saranpää P, Tapanila T, Immanen J, Alonso Serra J.A and Nieminen K “**Determining the Composition of Lignins in Different Tissues of Silver Birch**”, Plants 2015, 4, 183-195.

[Farhat 2017] Farhat W, Venditti A, Quick A, Taha M, Mignard N, Becquart F, Ayoub A “**Hemicellulose extraction and characterization for applications in paper coatings and adhesives**” Industrial Crops and Products, Volume 107, 15 November 2017, Pages 370-377.

[Fertikh 2011] Fertikh, S., Merzoud, M., Habita, F.M., Benazzouk, A. ”**Comportement mécanique et hydrique des composites à matrice cimentaire et argileuse à base de diss "Ampelodesma mauritanica"**”, XXIXe Rencontres Universitaires de Génie Civil. Université de Tlemcen-Algérie, 2011, 188–196.

G

[Gharibi 2015] Gharibi, W. ”**Influence des fibres végétales sur le comportement des bap sous environnement agressif**”, Thèse de magister, Université Frères Mentouri, Constantine, 04 Juin 2015, pp 128.

[Gornet 2008] Gornet, L. ”**Généralités sur les matériaux composites**”, Engineering school, École Centrale de Nantes 2008. cel-00470296v1, pp 43.

[Grim 1959] Grim, R.E. ”**Physco-chemical properties of soils, journal of soil mechanics and foundations division**”, ASCE, vol. 85, no. SM2, 1959, pp 1-17.

[Guermi 2013] Guermi, L. ”**Contribution à l’amélioration de certaines caractéristiques du béton de structure a base de sable de dune corrige et renforce par des fibres métalliques**”, Thèse de magister, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2013, pp 145.

H

[Hajj 2018] Hajj, R. ”**Procédés de modification des fibres naturelles (PROMOF)**”, Thèse de doctorat, IMT Mines d'Alès en partenariat international avec l'Université Libanaise, Liban, 2018, pp 216.

[Harrache 2015] Harrache, R. ”**Elaboration et caractérisations des composites à matrice polymère et à renforts végétal et nanométrique lamellaire**”, Thèse de magister, Université Ferhat Abbas Sétif-1-, 2015, pp 132.

[Henry 2017] Henry, O., Fernández, A. ”**Étude des corrélations entre les propriétés mécaniques des papiers et les traceurs chimiques issus de son vieillissement pour**

surveiller l'état de l'isolation solide des transformateurs de puissance'', Thèse de doctorat, Université du Québec A Chicoutimi, Canada, novembre 2017, pp 213.

[Houideg 2012] Houideg, A. **''Transfert de charge et frottement Fibre/ Matrice d'un Matériau Composite (T300/914).''**, Thèse de magister, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran « Mohamed Boudiaf», 2012, pp 117.

J

[Jawed 1985] Jawed, I., Skalny, J., Young, J.F. **''Hydratation of Portland cement. Structure and performance of cements''**, In: J. Beusted, P. Borues: Structure and performance of cements. London: Applied Science Publishers, 1985, pp 237-317.

K

[Khelifa 2017] Khelifa, M.R. **''Formulation et caractérisation d'éco-bétons renforcés aux fibres d'alfa pour des bâtiments verts et durables''**, Thèse de doctorat en cotutelle internationale : Université Paris Seine – Université de Cergy-Pontoise / Université Ferhat Abbas Sétif 1, Novembre 2017, pp 197.

[Khenfer 2000] Khenfer, M.M., Morlier, P. **''Caractérisation et microstructure des ciments renforcés de fibres de cellulose''**, Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées - 224 - Janvier-Février 2000, réf. 4236, pp 49-58.

[Krim 2009] Krim, S. **''Etude et caractérisation des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d'olive''**, Thèse de magister, Université Abderrahmane Mira, Bejaïa, 06/2009, pp 93.

L

[Lambe 1953] Lambe, T.W. **''The Structure of Inorganic Soil''**, Proceeding. ASCE, Vol. 79, Separate No.315, 1953, p49.

[Le Duigou 2012] Le Duigou, A., Bourmaud, A., Balnois, E., Davies, P., Baley, C. **''Improving the interfacial properties between flax fibres and PLLA by a water fibre treatment and drying cycle''**, Journal Industrial Crops and Products, 39, 2012, 31– 39.

[Lepetit 2017] Lepetit, A. **''Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène''**, Thèse de doctorat en cotutelle, Université de Limoges, France et Université du Québec à Trois-Rivières, Canada, Août 2017, pp 148.

[Le Troedec 2009] Le Troedec, M. **''Caractérisation des interactions physico-chimiques dans un matériau composite à base de phyllosilicates, de chaux et de fibres cellulosiques''**, Thèse de doctorat, Université de LIMOGES, Décembre 2009, pp 147.

M

[Mahmoud 2005] Mahmoud, T. **''Etude de matériaux minéraux renforcés par des fibres organiques en vue de leur utilisation dans le renforcement et la réparation des ouvrages tels que les ponts''**, Thèse de doctorat, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Juillet 2005, pp 204.

[Makhlouf 2010] Makhlouf, N. **''Caractérisation en statique du comportement en traction directe du béton arme de fibres en copeaux''**, Thèse de magister, Université Mouloud MAMMERI, Tizi-Ouzou, Novembre/2010, pp 68.

[Malha 2013] Malha, M. **''Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforcé par des fibres de doum.''**, Thèse De Doctorat, Université Mohammed V – Agdal, Mars 2013, pp 151.

[Melais 2015] Melais, S., Melais, F.Z., Achoura, D. **''Influence de la nature et du dosage en fibres sur le comportement physicomécanique des bétons de sable à base de fillers de laitier granulé''**, Rev. Sci. Technol., Synthèse 30: 91-102, 2015.

[Merzoud 2007] Merzoud, M. **''Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de diss dans la fabrication de la maçonnerie''**, Thèse De Doctorat, Université Badji Mokhtar, Annaba, 2007, pp 123.

[Merzoud 2008] Merzoud, M., Habita, M.F. **''Elaboration de composite cimentaire à base de diss « Ampelodesma Mauritanica »''**, Journal Afrique Science, Vol 4 (2), 2008, pp 231–245.

[Merzoud 2008] Merzoud, M and Habita, M.F. **Elaboration and characterization of cementitious composites with Diss fibres as masonry units**, Asian Journal-Building and Housing, ISSN 1563-0854, August 2008, Vol. 9, N°.4, p. 367-377.

[Merzoud 2008] Merzoud, M, Dheilly, R.M.; Goullieux, A.; Queneudec, M and Habita, M.F. **Optimisation of Lignocellulosic Composite formulated with a local resource :The Diss (Ampelodesma mauritanica)**, Proceeding of the 7th International Congress 8-10 July 2008, Dundee Scoltand, U.K, Edition IHS BRE presse, ISBN-13: 978-1-84806-037-1, pp 651-660 (2008).

[Messaoud 2011] Messaoud, M. **''Fonctionnalisation anti-bactérienne passive ou active de supports textiles par voie sol-gel ou photochimique''**, Thèse de doctorat, Université de Grenoble, Février 2011, pp 222.

[Mokhtari 2006] Mokhtari, A. **''Influence des ajouts de fines minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcés de fibres végétales de palmier dattier''**, Thèse de magister, Université De Kasdi Merbah, Ouargla, Novembre 2006, pp 79.

[Mouhoubi 2012] Mouhoubi, S., Osmani, H., Bali, T and Abdeslam, S. **''Elaboration et étude des propriétés des Composites Polyester/ Alfa Traitée et Non Traitée Verres, Céramiques & Composites''**. Vol.2, N°1 (2012), 34-40.

N

[Nouri 2017] Nouri, R., Bahlaoui, A., Sammouda, M., Belhouideg, S. **''Comportement mécanique d'un composite verre époxy utilisés dans les pales éoliennes: comparaison de modèles théoriques''**, 13ème Congrès de Mécanique, Meknès, Maroc, Avril 2017, 11 – 14.

[Nozahic 2012] Nozahic Vincent **« Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interfaciant/végétal : Application à des granulats de chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce/chaux.»** Thèse de doctorat de l'Université Blaise Pascal de Clermont Ferrand, France, Septembre 2012, pp 311.

O

[Okino 2004] Okino, Y.A.E., Souza, M.R., Santana, M.A.E., Alves, M.V.S., Sousa, M.E. and Teixeira D.E. **''Cement-bonded wood particleboard with a mixture of eucalypt and rubberwood''**. Cem. Conc. Comp., 2004, Vol. 26, p.729-734.

[Okrefi 2020] Okrefi, A., Seghiri, N. **''Caractérisation et traitement au ciment des sols du Chott El Hodna (wilaya de M'sila)''**, Mémoire de master, Université Mohamed Boudiaf, M'sila, 2020, pp 62.

[Ozerkan 2013] Ozerkan, N.G, Ahsan, B, Mansour, S and Iyengar S.R. **''Mechanical performance and durability of treated palm fiber reinforced mortars''**. International Journal of Sustainable Built Environment, (2013) 2, 131-142.

P

[Page 2017] Page, J. **''Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée''**, Thèse de doctorat, Université de Caen Normandie, 2017, pp 240.

R

[Rabehi 2014] Rabehi, M. **''Apport à la caractérisation de la porosité ouverte du béton d'enrobage par l'utilisation des tests d'absorption capillaire''**, Thèse de doctorat, Université de Mohamed Khider, Biskra, Decembre 2014, pp 131.

[Reinholdt 2001] Reinholdt, M. **''Synthèse en milieu fluoré et caractérisation de Phyllosilicates de type Montmorillonite. Etude structurale par spectroscopies d'absorption des rayons x et de résonance magnétique nucléaire.''**, Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace, 2001, pp 218.

[Rhim Nasri 2017] Rhimi Nasri, I., Abdessamad, A., Ksontini, M., Ferchichi, A. **''Caractérisation morphologique des touffes d'alfa (stipa tenacissima L.) de différentes populations dans la région de Kasserine en Tunisie''**, Journal of new sciences, Agriculture and Biotechnology, 46(4), October 2017, 2527-2539.

S

[Sabri 2010] Sabri, S. **''Elaboration et détermination des propriétés d'un nouveau ciment composé à base de pouzzolanes artificielles''**, Thèse de magister, Université Mohamed Boudiaf, Oran, Septembre 2010, pp 100.

[Sbiai 2011] Sbiai, A. **''Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres''**, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2011, pp 236.

[Sedan 2007] Sedan, D. **''Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite''**, Thèse de doctorat, Université de Limoges, Novembre 2007, pp 129.

[Seidel 1980] Seidel, G. Huckuf, H. Et Stark, J. **''Technologie des ciments, chaux et plâtres. Processus et installations de cuisson''**, Paris: Esptima, 1980, pp 230.

- [**Sellami 2013**] Sellami, A. Merzoud, M. Amziane, S. **''Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers ''**, Construction and Building Materials, Elsevier, 47 (2013) 1117–1124.
- [**Sellami 2015**] Sellami, A. **''Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss) : Caractérisation, Durabilité et Application au cas de la maçonnerie''**, Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar, Annaba, 2015, pp 152.
- [**Setti 2012**] Setti, F., Ezziane, K., Setti, B. **''Effet des fibres métalliques sur certaines propriétés mécaniques du béton renforcé de fibres''**, IVème SNMPE, Université M'Hamed Bougara, Boumerdès, Mai 2012.
- [**Siahamed 2014**] Siahamed, F. **''Elaboration et caractérisation des matériaux composites à fibres végétales''**, Thèse de doctorat, Université de HOUARI Boumediene, Avril 2014, pp 111.
- [**Singh 2021**] Singh, C P., Patel, RV., Hasan, M F., Yadav, A., Kumar, V., Kumar, A. **''Fabrication and evaluation of physical and mechanical properties of jute and coconut coir reinforced polymer matrix composite''**, Materials Today: Proceedings 38 (2021) 2572–2577.
- [**Souakir 2014**] Souakir, M. **''Élaboration et caractérisations des composites hybrides, PEHD/fibres PET recyclés/montmorillonite organophile : Étude des effets de la composition et du traitement de surface de la fibre PET''**, Thèse de magister, Université Setif-1-, Décembre 2014, pp 105.

T

- [**Taallah 2014**] Taallah, B. **''Etude du comportement physico-mécanique du bloc de terre comprimée avec fibres''**, Thèse de doctorat, université Mohamed Khider, Biskra, Décembre 2014, pp 183.
- [**Tlijani 2016**] Tlijani, M. **''Contribution à la caractérisation thermophysique de matériaux bio-isolants : valorisation des déchets de bois de palmier''**, Thèse de doctorat, Université Paris Est, Créteil, Décembre 2016, pp 185.

V

[Vernet 1989] Vernet, C. **''Evolution de la microstructure des hydrates des ciments. Aspects Théoriques''**, International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete, 1989, vol 11, n° 1, pp 11-19.

W

[Wei 2014] Wei J, Meyer C **''Improving degradation resistance of sisal fiber in concrete through fiber surface treatment''** Applied Surface Science, Volume 289 (2014) 511-523.

Y

[Yahiaoui 2011] Yahiaoui, L. **''Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss)''**, Thèse de magister, Université Ferhat Abbas, Sétif, Algérie, 2011, pp 96.

[Yashas Gowda] Yashas Gowda, T. G., Sanjay, M. R., Jyotishkumar P and Suchart S **''Natural fibers as sustainable and renewable resource for development of eco-friendly composites: a comprehensive''**, Frontiers in Materials, September 2019, Volume 6, Article 226.