

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF-
UFAS (ALGERIE)

MEMOIRE

Présenté à l'institut d'optique et de mécanique de précision

Pour l'obtention du diplôme de

MAGISTER

En optique et mécanique de précision

Option : Mécanique appliquée

Par

Melle : Yahiaoui Lamia

Thème

**Caractérisation d'un composite à la rupture à base des
fibres végétales (Diss)**

Soutenu le : //2011.

Devant la commission d'examen :

Mr. Nouredine BOUAOUADJA	Professeur	UFASétif	Président
Mr. Hocine OSMANI	Professeur	UFASétif	Rapporteur
Mr. Kamel LOUCIF	Professeur	UFASétif	Examineur
Mr. El Hadj OUAKEDI	Professeur	UFASétif	Examineur
Mr . Chaabane BOUSBAA	Professeur	UFASétif	Examineur

REMERCIEMENT

La présente étude a été réalisée au niveau de laboratoire de Matériaux Non Métallique de L'institut d'optique et de Mécanique de Précision de l'université Ferhat Abbas de Sétif.

*Je voudrais remercier mon encadreur Monsieur Hocine **OSMANI** pour m'avoir suivie, je tien à souligner sa disponibilité, le soutien qu'il ma apporté ces idées son expérience et la confiance qui ma accordé.*

*Je remercie Monsieur **BOURAHLI** pour son savoir et l'aide qu'il m'a fourni au cours de ce travail, ainsi que pour ses conseils.*

*Je remercie Monsieur **Kamel LOUCIF**, professeur à l'université Ferhat Abbas de Sétif, ainsi que Monsieur **EL Hadj OUAKDI**, professeur à l'université Ferhat Abbas de Sétif, m'avoir fait l'honneur de juger ce travail.*

*De même, je voudrais exprimer toute ma gratitude à Monsieur **Chaabane BOUSBAA** professeur à l'université Ferhat Abbas de Sétif, pour avoir accepté de faire partie de mon jury, ainsi que Monsieur **Noureddine BOUAOUDJA** de m'avoir fait l'honneur de le présider*

*J'associe à ces remerciements Monsieur **Hacéne BAHRI**, Monsieur **Ahmed BENKHLIFA**, Monsieur **Anour RCHIDI**, Monsieur **Azzedine ADDOUANE** et aussi Monsieur **Mabrouk MANALA** ,et monsieur **Riadh CHEMSELDINE** et toute l'équipe de laboratoire de Physique et de Mécanique des Matériaux Métalliques pour ses disponibilités et toute*

l'aide que j'ai eu de leur part pour mener à terme cette étude Leur participation directe ou indirecte m'a permis de travailler efficacement.

Tables des matières

Remerciement

<i>Table des matières</i>	i
<i>Liste des tableaux</i>	v
<i>Liste des figures</i>	vii
<i>Introduction</i>	1

Chapitre I: Matrice cimentaire

I.1. Introduction.....	4
I.2. Un peu d'histoire.....	4
I.3. Définition d'un ciment.....	5
I.4. Ciment portland.....	6
I.5. Hydratation du ciment Portland.....	7
I.6. Porosité.....	9
I.7. propriétés mécanique du ciment.....	10

Chapitre II: Généralité sur les fibres végétales

II.1. Introduction.....	12
II.2. Fibres végétales.....	13
II.2.1. Définition de la fibre végétale.....	13
II.2.2. Classification des fibres végétales.....	13
II.2.3. Morphologie de la fibre végétale.....	13
II.2.4. Structure de la fibre végétale.....	15
II.2.5. Composition chimique de la fibre végétale.....	17
II.2.5.1. Cellulose.....	17
II.2.5.2. Hémicelluloses.....	20
II.2.5.3. Pectines.....	21
II.2.5.4. Lignine.....	22
II.2.5.5. Extractibles.....	23
II.2.6. Propriétés mécaniques de la fibre végétale.....	23
II.3. Conclusion.....	25

Chapitre III: Matériaux composites

III.1.Introduction.....	28
III.2.Matériaux composites à base des fibres naturelles.....	29
III.2.1. Matrice polymère et fibre végétale.....	29
III.2.2. Matrice minérale et fibre végétale.....	31
III.2.2.1. compatibilité des fibres végétale avec le ciment.....	32
III.2.2.2. Interface fibre-matrice: notion d'adhésion.....	32
III.2.2.3. Modification de l'interface fibre –matrice.....	33
III.2.2.3.1. Méthodes physiques de modification de la surface.....	33
III.2.2.3.2. Méthodes chimiques de modification de la surface.....	35
III.2.2.4. Propriétés mécaniques.....	36
III.2.2.5.Influence sur la prise.....	38

Chapitre IV: Matériels et Méthodes

IV.1. Introduction.....	41
IV.2. Matériaux utilisées.....	41
IV. 2. 1. Fibre de Diss.....	41
IV.2.2. Ciment portland composé.....	41
IV. 2. 3. Réactifs.....	42
IV. 3. Méthodes expérimentales.....	42
IV.3 .1. Sélection et découpage des fibres.....	42
IV. 3. 2. Préparation des éprouvettes de traction.....	43
IV. 3. 3. Traitements des fibres.....	44
IV. 3. 3. 1. Traitements chimiques (traitement alcalin).....	44
IV. 3. 3. 2. Traitement thermique.....	44
IV.4. Elaboration des échantillons.....	45
IV.5. Techniques de caractérisation.....	45
IV.6. Caractérisations des fibres de Diss.....	46
IV.6.1. Caractérisations chimiques.....	46
IV.6.1.1. Teneur en eau et matières volatiles.....	46
IV. 6. 1. 2 Teneur en matières minérales et organiques.....	46
IV. 6. 1. 3. Détermination des taux des constituants extractibles.....	47
IV. 6. 2. Caractérisations mécaniques.....	49
IV.6.2.1.Essai de traction sur les fibres.....	49

IV. 6. 2. 1. 1. Analyse statistique.....	50
IV. 6. 2. 1. 2. Analyse de Weibull.....	50
IV. 6. 2. 1. 3. Weibull bimodal.....	54
IV. 6. 2. 1. 4 Mesure de la section de fibre Diss.....	56
IV.6.3. Caractérisation physiques.....	58
IV.6.3.1. Mesure de La densité par la méthode du Pycnomètre.....	58
IV.6.3.2. Densité apparente (méthode d' Arthur).....	58
IV. 6. 3. 3. Porosité ouverte.....	59
IV. 6. 3. 4. Perte en masse.....	59
IV. 6. 4. Caractérisations structurales.....	59
IV. 6. 4. 1. Spectroscopie Infrarouge.....	59
IV.6.4.2. Diffraction des rayons X.....	60
IV.7. Caractérisation mécanique des échantillons élaborés.....	60
IV. 7. 1. Temps de début et de fin de prise.....	60
IV. 7. 2. Caractérisation mécanique en flexion 3points.....	60

Chapitre IV: résultats et discussion

V.1. Introduction.....	63
V. 2. Caractérisations des fibres végétales de Diss.....	64
V. 2. 1. Composition chimique de la fibre de Diss.....	64
V. 2. 2. Caractérisation physique.....	65
V. 2. 2. 1. Densité apparente.....	65
V. 2. 2. 2. Perte en masse.....	65
V. 2. 3. Caractérisation micro structurale.....	68
V. 2. 3. 1. Spectroscopie infrarouge.....	68
V. 2. 3. 2. Diffraction des rayons X.....	70
V. 2. 3. Caractérisations mécaniques des fibres de Diss.....	72
V. 2. 3. 1. Fibres de Diss brutes.....	73
V. 2. 3. 1. 1. Résistance moyenne.....	73
V. 2. 3. 1. 2. Aspects statistique.....	74
V. 2. 3. 2. Fibres de Diss traitées par la soude.....	82
V. 2. 3. 2. 1 Effet du traitement sur la résistance à la rupture σ_R	82
V. 3. Caractérisation des composites Ciment/fibre végétales (Diss).....	90
V.3.1. Temps de prise.....	91

V. 3. 2. Etude du comportement mécanique des composite.....	90
V. 3. 2. 1. Essai de flexion trois points	90
V. 3. 2 .2. Effet de l'introduction de fibres.....	91
V. 3. 2. 3. Effet du traitement des fibres.....	93

Conclusion

Références bibliographiques

Liste des figures

Fig. I.1 : Diagramme de phase ternaire CaO-SiO ₂ -Al ₂ O ₃ , et repérage des compositions de ciment Portland et de ciment alumineux.....	5
Fig. I.2 : Le ciment Portland, du cru au ciment hydraté L'alite est le composé majoritaire du clinker.....	6
Fig. I.3 : vue de clinker par microscope optique.....	7
Fig. I.4: Processus d'hydratation de la pâte du ciment :	
(a) Mélange initial ; (b) 7 jours ; (c) 28 jours ; (d) 90 jours.....	9
Fig. II. 1 : Variation du diamètre le long de la fibre de lin.....	14
Fig. II. 2 : Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de coton....	15
Fig. II.3 : Structure du bois (observations multi échelles).....	16
Fig. II.4 : Modèle de description de la structure d'une fibre végétale.....	16
Fig. II. 5 : Représentation schématique d'une fibre de bois.....	17
Fig. II. 6 : Représentation de la chaîne de cellulose.....	18
Fig. II.7 : Liaisons hydrogène O - H-3' intramoléculaires.....	18
Fig. II. 8 : Liaison hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose.....	19
Fig. II. 9 : Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique.....	19
Fig. II.10 : Représentation schématique de l'alternance des zones cristallines et désorganisées le long d'une microfibrille.....	20
Fig. II. 11 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses.....	21

Fig. II. 12 : structure de la pectine.....	22
Fig. II. 13 : Motifs élémentaires de la lignine.....	22
Fig. II.14 : Exemple de défaut structural sur une fibre de lin.....	24
Fig. III. 1 : Classification schématique des différents types de composites.....	28
Fig. III. 2 : Représentation schématique du comportement en flexion trois points :(a) gypse pur (b) composite gypse-fibre de sisal.....	36
Fig. IV.1 : Herbe de Diss.....	41
Fig. IV.2 : Tige de Diss.....	41
Fig. IV. 3 :Fibres de Diss sélectionnées et découpées.....	43
Fig. IV. 4 : Schéma de l'éprouvette de traction réalisée.....	44
Fig. IV.5 : Diss Broyés.....	45
Fig. IV. 6 : Echantillon élaborés.....	45
Fig. IV. 7 : Schéma d'un extracteur de Soxhlet.....	48
Fig. IV.8 : Machine de traction.....	49
Fig. IV.9 : Section de la fibre rompue (a) prise par microscope optique Axiovert 40 MAT , (b) photo de la section traitée par logiciel Photoshop.....	57
Fig. IV. 10 : Barre des menus flottante d'Image J.....	57
Fig. IV. 11 :(a) Montage de flexion 3 points (b) Schéma de l'éprouvette de flexion	61
Fig. V.1 : Effet du temps de traitement (5% NaOH) des fibres sur la perte en masse	67
Fig. V.2 : Comparaison de spectre IR entre 4000 cm ⁻¹ et 400 cm ⁻¹ en fonction des traitements chimiques employés. (a) fibre brute,(b) ,(c),(d) fibres traités par NaOH pendent 2, 8, et 24heures.....	68

Fig. V.3 : Comparaison de spectres IR à 1750cm en fonction des traitements chimiques employés. Fibre brute fibres traités par NaOH pendant 2,8, et, 24heures.....	70
Fig. V. 4: a) Constitution des microfibrilles b) changements structuraux par traitement Alcalin.....	70
Fig. V.5 : Spectrogramme d'une fibre de Diss brute entre 10 et 35°.....	71
Fig. V.6 : variation du taux de cristallinité en fonction du temps de traitement.....	72
Fig. V. 7 : Variation du taux de cristallinité en fonction du temps de traitement (NaOH5%).....	73
Fig. V. 8.. Courbe charge -allongement des fibres de Diss brutes (Lu=70mm).....	74
Fig. V. 9. : Variation de la résistance moyenne en fonction de la longueur des fibres testée.....	75
Fig. V. 10 : Probabilité de rupture des fibres brutes (a) : Lu=40 mm, (b) Lu=50 mm en forme linéaire.....	76
Fig. V. 11 : Probabilité de rupture des fibres brutes pour les différentes longueurs testées.....	77
Fig. V. 12 : Défiabilité de rupture de fibres brutes pour Lu=50mm (Weibull à deux paramètres).....	78
Fig. V. 13 : Densité de probabilité pour Lu = 50 mm (Weibull à deux paramètres)	79
Fig. V.14 : Défiabilité de rupture de fibre brutes (Lu=50mm) modélisation par la distribution de Weibull à trois paramètres.....	80
Fig. V. 15 : Fonction de densité pour une distribution à trois paramètres pour Lu = 50 mm.....	80

Fig. V. 16: défiabilité de rupture de fibre brutes de longueur $Lu=50mm$ (distribution de Weibull bimodale).....	82
Fig V. 17 : Densité de probabilité pour $Lu = 50 mm$ (distribution de Weibull bimodale).....	82
Fig. V. 18. : Comparaison entre les trois types de modélisation de la défiabilité de rupture ($Lu=50 mm$).....	83
Fig. V. 19 : Variation de la contrainte à la rupture des fibres de Diss en fonction du temps de traitement alcalin (5% de NaOH).....	84
Fig. V. 20: Probabilité de rupture de fibre traité par la soude ($Lu=50mm$).....	85
Fig. V.21 : Défiabilité de rupture de fibre traitées pendant 2 H avec $Lu=50mm$ (distribution unimodale).....	86
Fig. V. 22. : Défiabilité de rupture de fibres traitées $Lu=50mm$ 2H (distribution unimodale).....	87
Fig. V. 23 : Défiabilité de rupture de fibre traité ($Lu=50mm$) pendant 2H (modélisation par la distribution de Weibull à trois paramètres).....	88
Fig. V. 24 : Fonction de densité pour une distribution à trois paramètres pour $Lu = 50 mm$ traité pendant 2 H.....	88
Fig. V. 25 : Défiabilité de rupture de fibre traités pendant 2 H de longueur $Lu=50mm$ (distribution de Weibull bimodale).....	89
Fig. V. 26 : Densité de probabilité pour $Lu = 50 mm$ traité pendant 2H (distribution de Weibull bimodale).....	90
Fig. V. 27 : Comparaison entre les trois types de modélisation de la défiabilité de rupture de fibres traité pendant 2 H ($Lu=50 mm$).....	90
Fig. V. 28: Courbes charge déplacement de composites en flexion 3 points.....	93

Fig. V. 29 :Pontage de la fissure par les fibres végétales de Diss.....	93
Fig. V. 30 : Evolution du comportement mécanique du composite Ciment-fibre en flexion 3 points.....	94
Fig. V. 31 : Courbe charge –déplacement de la matrice seul et des composites de type FIB.....	95
Fig. V. 32 : Courbes force-déplacement en flexion 3 points des composites de type FIBNA et des composites de types FIBBO.....	96

Liste des tableaux

Tab. I.1 : Les différentes phases de clinker.....	7
Tab. II.1 : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.....	14
Tab. II.2 : Composition chimique de quelque plantes à fibres.....	23
Tab. II.3 : Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison des fibres de renforcement conventionnelles.....	25
Tab.III.1 : Propriétés mécaniques de quelques composites fibres naturelles-PP...	31
Tab. IV.1 : Les différents produits chimiques utilisés.....	42
Tab V.1 : Composition chimique de la fibre de Diss.....	65
Tab V.2 : Densité, porosité ouverte, et masse volumique de renfort.....	66
Tab.V.3 : Principales bandes d'absorption infrarouge du bois et dérivés cellulosiques....	69
Tab. V. 4. : Contrainte à la rupture moyenne et écart-type des fibres de Diss brutes de différentes longueurs.....	75
Tab. V. 5 : Paramètres de Weibull (2 paramètres) issus de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs.....	78
Tab. V. 6 : paramètre de Weibull (3 paramètres) issu de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs.....	79
Tab. V. 7 : Paramètres de Weibull (bimodale) issus de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs.....	81
Tab.V.8 : valeurs des deux paramètres de Weibull pour les fibres traitées (Lu=50mm)...	85
Tab. V.9 : Paramètres de Weibull (3 paramètres) issu de la modélisation de la rupture des fibres brutes (LU=50m) de différentes temps de traitement.....	87

Tab. V. 10 : paramètre de Weibull (bimodale) issu de la modélisation de la rupture des fibres brutes (LU=50m) de différents temps de traitement.....	89
Tab .V. 11 : Résultats de l'essai Vicat.....	91
Tab V. 12 : Influence du traitement des fibres sur les propriétés mécaniques de composite.....	96

Introduction générale

Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreux domaines tels que l'industrie automobile, l'aérospatial ou encore la médecine. Une des applications techniques les plus réussies dans le Génie Civil est le renforcement du béton par l'acier. En effet, le béton armé est un matériau composite constitué d'une matrice cimentaire additionnée à un renfort par barres d'acier.

Toutefois, l'étude de tels matériaux doit de plus en plus, à cause des normes en vigueur, prendre en compte le volet environnemental dans leur développement.

Les composites fibres végétales / matrice cimentaire ont été beaucoup étudiés depuis ces derniers années car les fibres végétales possèdent beaucoup d'avantage comparés aux fibres d'amiante: le faible coût, des propriétés d'élaboration plus sains pour la production des composites de différentes formes, le renouvellement et le recyclage, alors que l'utilisation d'amiante a été mise en cause par la législation sur la santé.

Le renforcement des ciments par des fibres cellulosiques donne un matériau composite qui peut remplacer l'amiante-ciment dans de nombreuses applications telles que les plaques de toiture, la tuyauterie, les revêtements des murs et d'autres applications.

Le choix du renfort reste cependant très important. Il doit avoir de bonnes propriétés intrinsèques de résistance (module d'élasticité, géométrie etc.), doit être compatible avec la matrice cimentaire avec laquelle il va être associé et doit aussi avoir un coût acceptable.

En Algérie l'Alfa, le Diss, le crin végétal et le liège se trouvent abondants leurs récoltes et leurs industrialisations sont une source de revenus considérable pour des populations entières.

La fibre Diss est retenue pour des raisons de disponibilité et d'économie, proviennent d'une source renouvelable et qui peuvent être intégrées d'une façon rationnelle dans le domaine de la construction.

L'objectif de ce mémoire est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à matrice cimentaire renforcé par les fibres végétales Diss. Plus précisément notre démarche repose sur la connaissance du comportement des fibres de Diss brutes et traités (traitement alcalin par la soude et traitement thermique) afin de déterminer les modifications

quels engendrent sur l'hydratation du ciment ainsi le comportement mécanique de tels composites.

La première partie de ce mémoire est un bilan bibliographique et subdivisée en trois chapitres :

- Le premier chapitre explore le ciment étudié et ces mécanismes d'hydratation
- Le deuxième chapitre présente, l'architecture chimique, morphologique et structurale des fibres végétales.
- Le troisième chapitre est consacré à l'art des composites à matrice polymère ou minérale renforcé par des fibres végétales.

La deuxième partie présente notre contribution expérimentale pour l'élaboration des composites à base des fibres de Diss, les caractérisations mécanique, chimique physique et structurales du renfort ainsi le comportement mécanique des composites.

Le mémoire se termine par une conclusion générale rassemblant une synthèse des résultats et une présentation des perspectives à envisager lors d'étude complémentaires.

I.1. Introduction

L'analyse des données générales sur les matériaux cimentaires montre à la fois leur importance historique et leur intérêt aussi bien technologique que scientifique: ce matériau qui n'a pas livrés tous ses secrets, est encore potentiellement améliorable.

L'objectif de ce chapitre est de présenter des généralités permettront aux personnes étrangères au monde du ciment d'acquérir le vocabulaire et les notions de base sur les matériaux cimentaires.

I. 2.Un peu d'histoire

Il y a plus de 2000 ans, les Romains et les Grecs savaient déjà fabriquer du liant hydraulique en faisant réagir de la "chaux éteinte" ($Ca(OH)_2$) et des cendres volcaniques, notamment celle de la région de Pouzzoles, cendres de composition riche en silice.

L'association des caractéristiques de ces matériaux avec une technologie très avancée semble être un facteur prépondérant dans le développement de l'empire romain. Elle a, entre autres, permis la construction de structures monumentales, inhabituelles pour cette période de l'histoire, et d'une durabilité exceptionnelle : le Panthéon avec sa coupole de 44 mètres de diamètre et le Colisée à Rome ainsi que le pont du Gard sont des monuments de plus de 1800 ans. L'utilisation et les secrets de fabrication de ce matériau se sont ensuite perdus à la chute de l'Empire face au retour de la maçonnerie en pierre [PLA 04].

J. Smeaton redécouvre en 1756 les propriétés hydrauliques du mélange de calcaire avec de l'argile. En 1817, Vicat donne les proportions en calcaire et en silice pour constituer le mélange qui après cuisson sera un véritable liant hydraulique.

J. Apsdin donne le nom de Portland au ciment qu'il fabriquait dans cette région et dépose un brevet en 1824. Mais la véritable industrialisation ne débute vraiment que dans les années 1850. Elle est motivée notamment par la possibilité d'avoir un matériau économique, moulable avec une bonne résistance à la compression et qui rend inutile la taille de la pierre [TRE 83].

I.2. Définition d'un ciment

Le ciment est un liant hydraulique. C'est un matériau anhydre finement broyé qui, par simple mélange avec l'eau, développe des hydrates dont l'imbrication

rigidifie le matériau granulaire non cohésif de départ en matériau cohésif présentant des propriétés mécaniques élevées.

D'un point de vue minéralogique, le ciment peut être définie comme un mélange d'oxyde basique, CaO noté C, et d'oxydes acides ou amphotères comme SiO₂, noté S, Al₂O₃, noté A, ou Fe₂O₃, noté F, en notation cimentaire [TAY 97].

Il existe deux grandes familles de Ciments (**Fig. I.1**):

- Les ciments Portland, constitués majoritairement de silice et de chaux et qui utilisée principalement dans les bétons de bâtiments et les ouvrages de génie civil.
- Les ciments alumineux qui se composent essentiellement d'alumine et de chaux. Ils ont développés au début du 20^{ème} siècle par Bied. En raison de leur résistance aux attaques chimiques, de leur prise rapide ou de l'absence de chaux, ils sont utilisés en génie civil pour la confection de sols industriels, d'ouvrage d'assainissements ou des mises en service rapides, et dans la réalisation de réfractaires monolithiques utilisés dans l'industrie sidérurgique ou verrière [AUV 03].

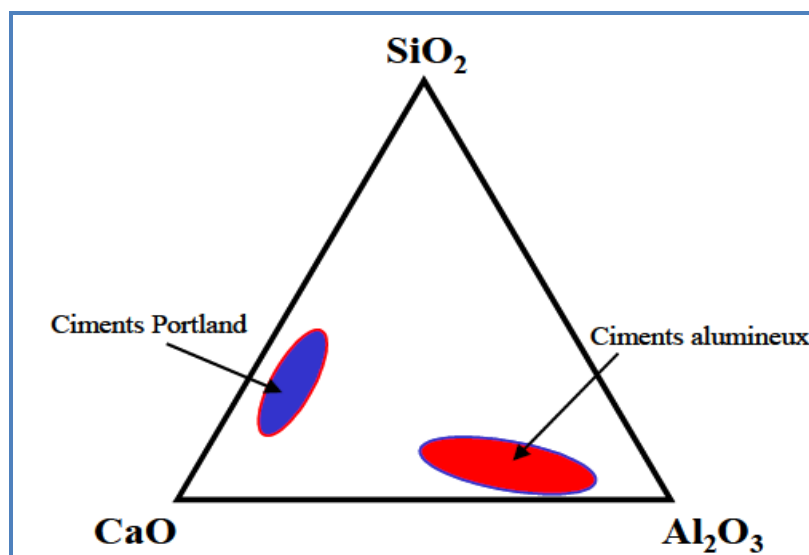


Fig. I.1 : Diagramme de phase ternaire CaO-SiO₂-Al₂O₃, et repérage des compositions de Ciment Portland et de ciment alumineux [SCR 01].

I.3. Ciment portland

Le ciment portland est constitué principalement de clinker. Ce dernier est obtenue par mélange de matières premières naturelles de composition chimique adéquate .la préparation du cru consiste à mélanger de manière homogène du calcaire (80%) et des minéraux riches en silice et alumine (20%) :l'argile ou le kaolin .le cru et ensuite calciné à 1450°C pour former le clinker [GOV 04].

Les granules de clinker, d'un diamètre compris entre 5 et 40 mm, sont finement broyées avec addition de gypse ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$ de 3 à 5 % en masse) dont le rôle est de réguler la prise.

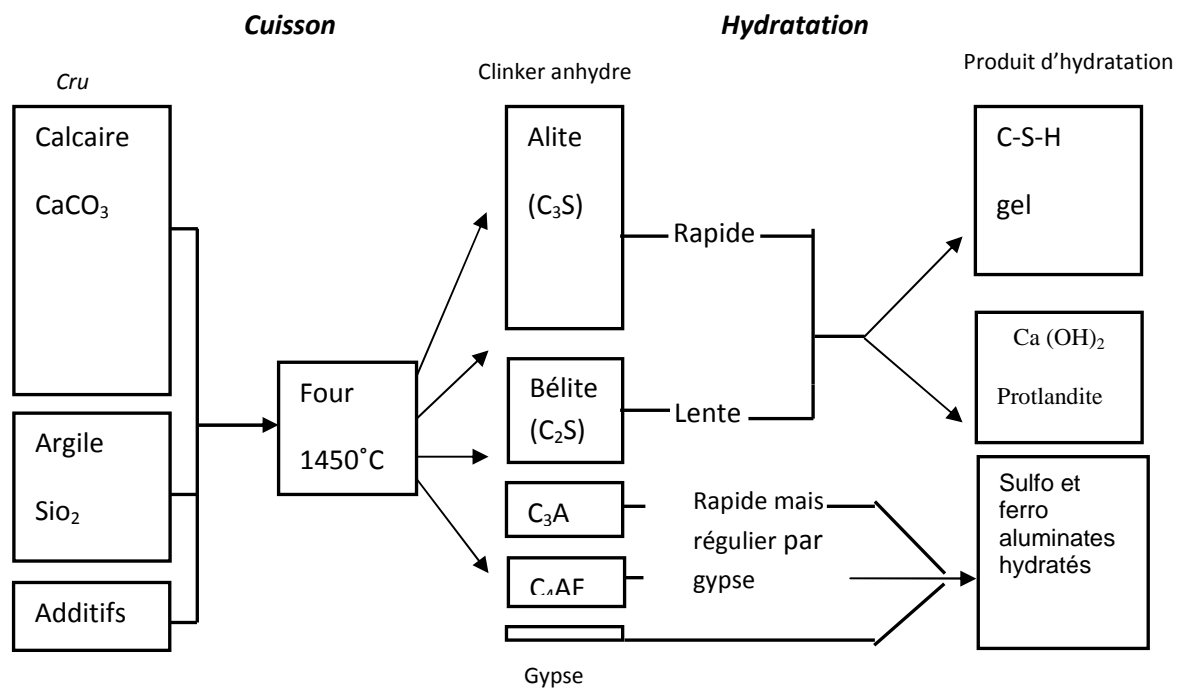


Fig. I.2 : Le ciment Portland, du cru au ciment hydraté

L'alite est le composé majoritaire du clinker [NOI 00].

Un ciment est composé en générale de 4 phases principales C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF . (Tableau I.1).Le clinker contient aussi des éléments mineurs tels que : Na_2O , K_2O , MgO , CaO libre, TiO_2 , SO_3 , P_2O_5 , et Cr_2O_3 .

Désignation des minéraux purs	Formules	Abréviation	Solution solide de la phase pure présente dans le clinker	Répartition %
Silicate tricalcique	$3\text{CaO}, \text{SiO}_2$	C_3S	Alite	45à65
Silicate bicalcique	$2\text{CaO}, \text{SiO}_2$	C_2S	Bélite	10à30
Aluminate tricalcique	$3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3$	C_3A	Célite	5à15
Alumino-ferrite de calcium	$2\text{CaO}, p\text{Al}_2\text{O}_3$ $(1-p)\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{C}_2\text{A}_p\text{F}_{1-p}$	Alumino-ferrite	5à15

Tab. I.1: Les différentes phases de clinker [SEI 80].

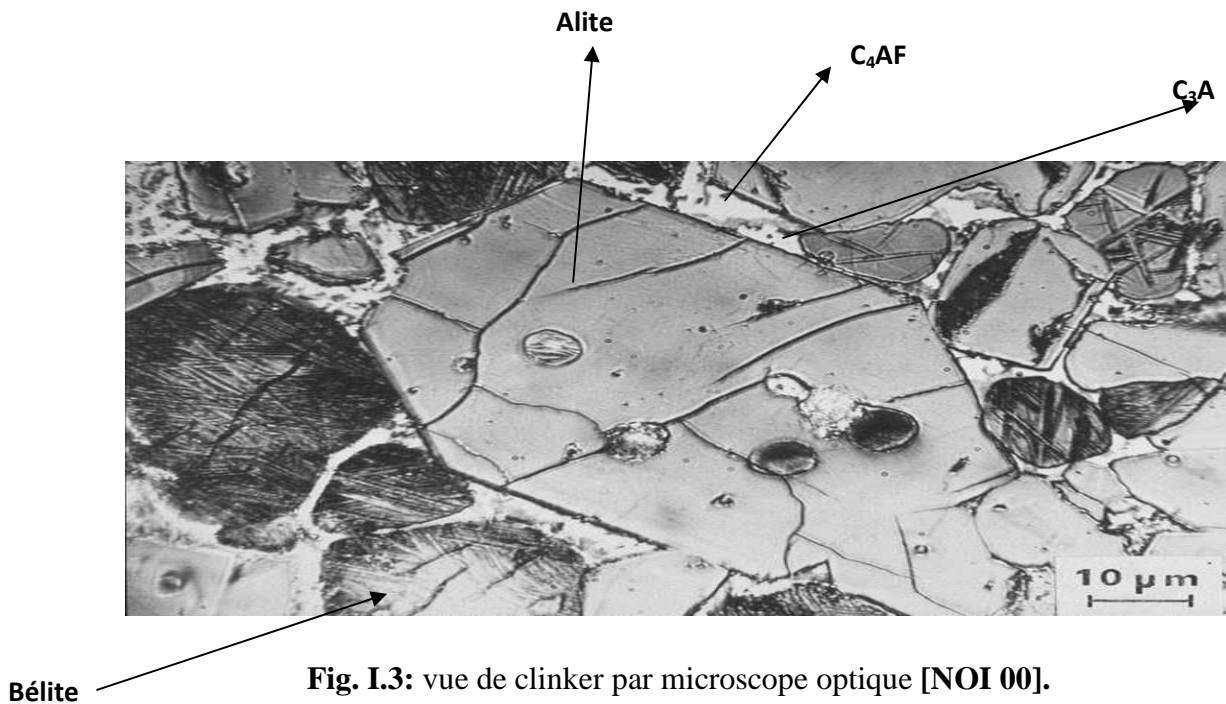


Fig. I.3: vue de clinker par microscope optique [NOI 00].

I.4. Hydratation du ciment portland

Le contact du ciment déclenche un mécanisme d'hydratation comprenant (dans l'ordre où elles s'effectuent) les réactions d'adsorption, d'hydrolyse, de dissolution, de solvatation, de précipitation, cristallisation, germination, migration et de diffusion [MAH 05].

L'hydratation correspond à une suite de réactions chimiques entre les différents composants de clinker, le gypse et l'eau.

Sur le tableau I.1 on peut voir que les silicates de calcium représentent à peu près deux tiers de la composition du ciment. Ces produits réagissent avec l'eau et forment le produit principal d'hydratation, appelé calcium silicate hydraté C-S-H, et l'hydroxyde de calcium, CH appelé portlandite [GOV 04 et GHA 08].

L'hydratation de l'alite (C_3S impur) et de la bélite (C_2S impur) fournit une grande partie de la résistance développée dans la pâte du ciment. Le C-S-H et le CH occupent respectivement environ 50 à 60% et 20 à 25% du volume total des hydrates.

Le C-S-H est un gel amorphe qui contient des pores, appelés pores de gel, dont le diamètre est de l'ordre de quelques nanomètres. La finesse de la porosité de gel, crée une surface spécifique de quelques centaines de m^2/g .

Par conséquent, le C-S-H est responsable de la plupart des propriétés de la pâte de ciment durcie, comme la résistance, la perméabilité, les variations de volume, etc. Une autre conséquence de la porosité très fine et de la surface spécifique très grande est l'association et les interactions significatives entre la phase solide et la phase aqueuse de C-S-H.

En plus de l'eau dans les pores de gel, le C-S-H contient une certaine quantité d'eau chimiquement liée. Contrairement au C-S-H, le CH est un matériau cristallin avec une composition fixe. C_3A et C_4AF réagissent avec le gypse et l'eau et produisent l'ettringite [GHA 08].

A température ambiante, après le mélange du ciment et de l'eau, le coulis préparé reste dans un état relativement fluide jusqu'à 2 à 4 heures et ensuite commence à se solidifier avec une vitesse plus rapide. La phase de prise initiale correspond au temps nécessaire pour que le coulis perde sa fluidité. La résistance de ciment augmente rapidement dans les deux premiers jours et continue à augmenter plus lentement pendant plusieurs mois. Le processus d'hydratation et la formation de la microstructure de la pâte du ciment, schématisés sur la figure I.2, commencent par

la production des hydrates solides qui naissent à la surface des grains anhydres et remplacent l'espace initialement rempli par l'eau. Ces hydrates, appelés C-S-H de faible densité forment une matrice continue et relient les grains anhydres. En raison de leur densité plus faible ($\sim 2 \text{ gr/cm}^3$ à comparer avec $3,2 \text{ gr/cm}^3$ pour les grains anhydres) ils occupent un volume plus grand que les grains anhydres. Par conséquent, la porosité capillaire qui est initialement remplie par l'eau, diminue progressivement au cours de l'hydratation. Les hydrates de faible densité contiennent des impuretés et ont une porosité élevée, environ 0,37 pour un ciment ordinaire hydraté à température ambiante [NOI 00].

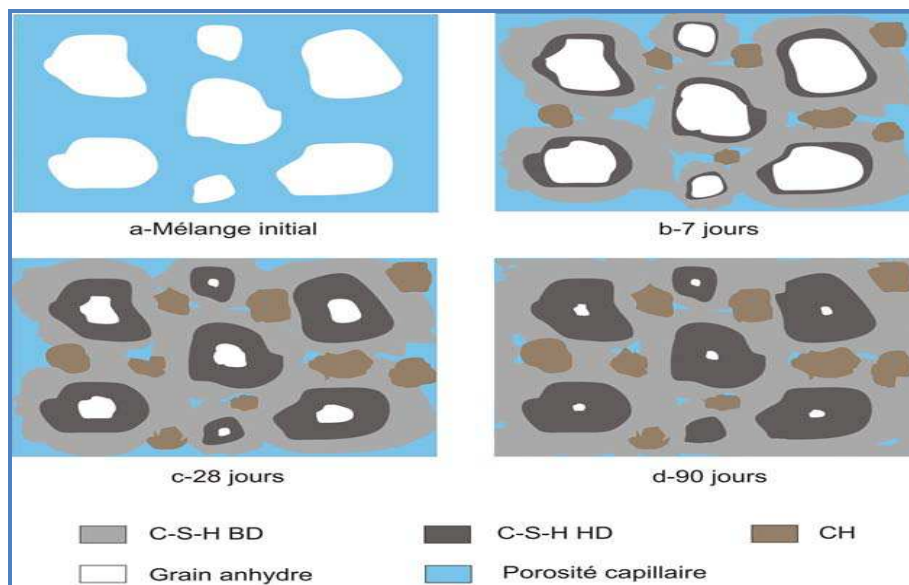


Fig. I.4 : Le processus d'hydratation de la pâte du ciment : (a) Mélange initial ; (b) 7 jours ; (c) 28 jours ; (d) 90 jours [GHA 08].

I.5. Porosité

La porosité de gel dans le C-S-H et la porosité capillaire forment la porosité totale de la pâte de ciment durcie. Lorsque le rapport E/C dans une pâte de ciment dépasse une certaine limite ($\sim 0,38$), les hydrates ne peuvent plus entièrement remplir l'espace disponible initialement occupé par l'eau et par conséquent une porosité avec des pores relativement grands, appelée porosité capillaire, est introduite dans la pâte durcie.

Les diamètres des pores dans la porosité de la pâte de ciment couvrent une large gamme, de 0,5nm dans la porosité de gel jusqu'à 10 μ m dans la porosité capillaire. Dans les microphotographies de la pâte de ciment, on peut parfois voir aussi des grands pores créés par des bulles d'air au moment de la fabrication de coulis du ciment, qui peuvent atteindre un diamètre de 1,0mm.

La porosité totale de ciment peut être évaluée en séchant un échantillon à 105°C. Cette porosité contient une partie de l'eau interfoliaire de la structure de C-S-H. Au cours du séchage de ciment, à partir d'une humidité relative égale à 11%, une partie de l'eau située dans la porosité interfoliaire s'évapore, mais une autre partie liée aux feuillettes de C-S-H reste dans la structure de ciment. Par conséquent une autre porosité, appelée porosité de l'eau libre, peut être définie qui ne prend pas en compte l'eau interfoliaire.

Cette porosité peut être évaluée en mettant un échantillon en équilibre à 11% d'humidité relative. La Figure II.3 présente la dépendance de la porosité totale et de la porosité de l'eau libre mesurées pour une pâte de ciment ordinaire durcie en fonction du rapport E/C [PLA 07].

I.6. Propriété mécaniques de ciment

Les propriétés mécaniques (résistance en compression, en traction, module de Young) évoluent continûment avec le durcissement du matériau .par ailleurs la croissance de ces caractéristiques est fortement accélérée par la chaleur.

Le durcissement des pates de ciment s'accompagne d'un accroissement important des résistances mécaniques .mais il ya des paramètres principaux dont dépend de la résistance de la pate durcie comme la porosité est la composition du solide.

En ce qui concerne la porosité, il ressort des travaux de nombreux chercheurs que la résistance à la compression et le module d'élasticité sont des fonctions exponentielles de la porosité et quand elle augmente pendant le temps de durcissement, elle conduit à la diminution de la résistance à la compression et du module d'élasticité [GOV 04].

II.1. Introduction

Depuis l'Antiquité, l'homme a élaboré des matériaux composites par combinaison de matières de natures différentes dans le but d'obtenir des matériaux aux propriétés spécifiques.

De nombreux matériaux naturels lui ont fourni des modèles, tel que l'os rigide mais léger, formé de fibres de collagène dans une matrice minérale d'apatite dure et fragile, ou le bois, souple mais résistant formée d'un réseau de microfibrille de cellulose cimenté dans une matrice d'hémicellulose et lignine [NEN 09, LAU 06].

La famille des matériaux composites à fibres, apparue dans les années 1940 n'a cessé de se développer en raison de leurs propriétés mécaniques associées souvent à une faible densité. Leur bon rapport coût/performance leur a ouvert une très large gamme d'application Dans des domaines varies; l'industrie aérospace, automobile, maritime, ferroviaire, le bâtiment, l'ameublement, la décoration etc [ANI 01].

Toutefois, même si le développement des composites est qualifiée de prometteur cette progression est néanmoins jalonné de quelque contraintes à surmonter dont par exemple celles liées à l'environnement, l'hygiène et la sécurité.

La valorisation des matériaux composites classiques avec leur armature en fibres de verre, d'aramide, ou bien de carbone pose un grand problème à leur fin de vie. Pour y palier les fibres naturelles sont mises.

Elles sont issues de ressources renouvelables elles sont biodégradables. Elles sont moins irritantes pour la peau et le système respiratoire des personnes qui les manipulent .par ailleurs les fibres naturelles ont une densité plus faible que les fibres minérales [GOU 06, BOD 06].

Le faible coût et les propriétés mécaniques spécifiques élevées (résistance et rigidité) des fibres végétales sont des avantages essentiels. Au contraire, leur propension à absorber de l'eau en grande quantité et leur faible tenue en température tendent aux des servie [NAR 06].

II.2. Fibres végétales

II.2.1. Définition de la fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [NEN 09, MIC 03].

II.2.2. Classification des fibres végétales

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres:

- ✓ suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénafe, jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abace, paille de graminée) [NEN 09].
- ✓ Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénafe, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [MIC 03].
- ✓ Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libérienne, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine. et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [NEN 09].

II.2.3. Morphologie de la fibre végétale

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de son origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale (Fig. II.1) [CHA 06].

La fibre végétale se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui découle de celle de la porosité des fibrilles [VER 04].

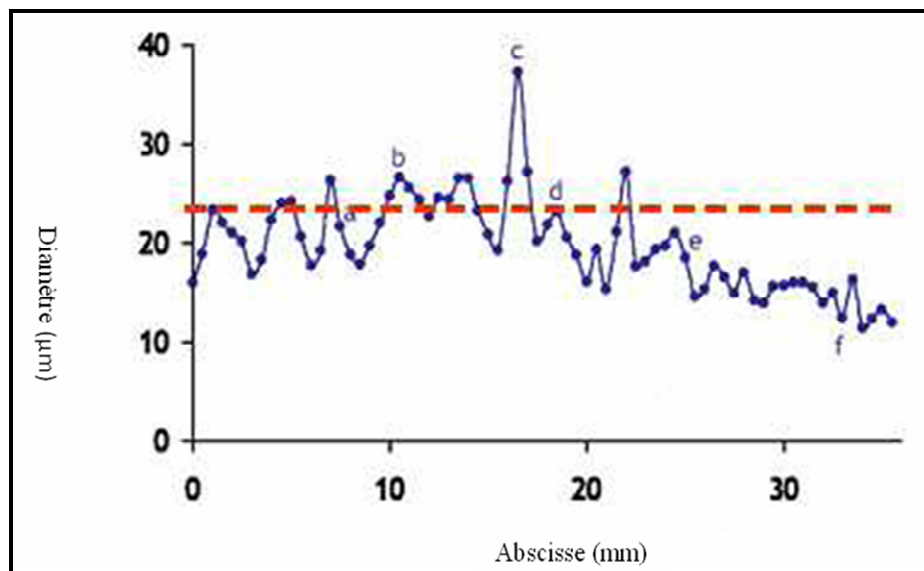


Fig. II. 1 : Variation du diamètre le long de la fibre de lin [CHA 06].

Fibres	Longueur de la fibre (mm)	Diamètre de la fibre (µm)	Angle micro fibrillaire (°)	Référence
Cotton	35	10-45	-	SAT 09
Lin	4-77	5-76	10	CHA 06
Chanvre	5-55	10-51	6.2	NEN 09
Kénaf	2.5-4.5	14-33	-	MIC 03
Jute	2.5	5-25	8	MIC 03
Sisal	900	8-50	20	SAT 09
Rami	900-1200	20-80	7.5	SAT 09
Noix de coco	03-1	12-24	45	CHA 06

Tab .II.1 : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.

La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contrainte aux interfaces fibre-matrice.

(Fig. II.2) présente à titre d'exemple la structure torsadée d'une fibre de coton. D'autres fibres ont des morphologies, encore plus tourmentées. La géométrie des fibres végétales est donc un problème important et difficilement surmontable pour ce qui concerne la micromécanique des composites renforcée par de telles fibres [NAR 06].

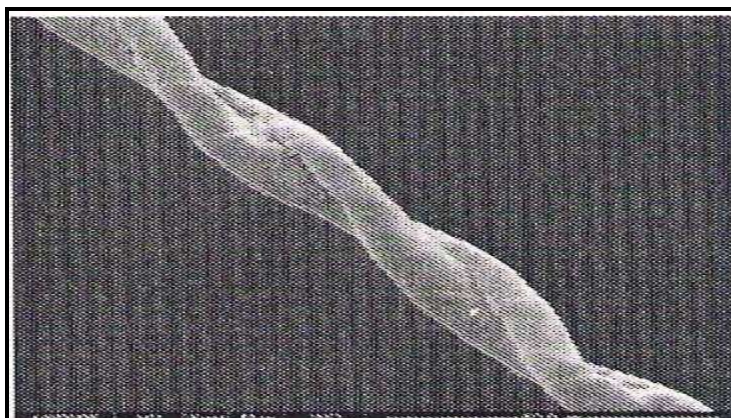


Fig. II. 2 : Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de coton [NAR 06].

II. 2. 4. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de microfibrille cellulosiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine [BEL 99].

La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de microfibrilles (S1, S2, S3) (Fig. II. 3).

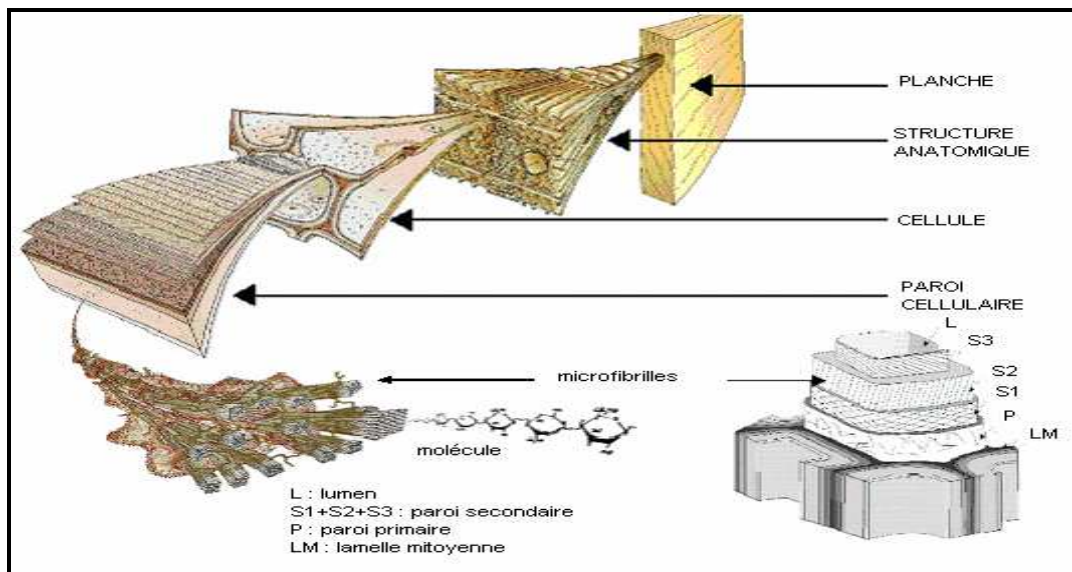


Fig. II.3 : Structure du bois (observations multi échelles) [MIC 03].

Les microfibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle microfibrillaire (MAF) 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 de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [LAU 06].

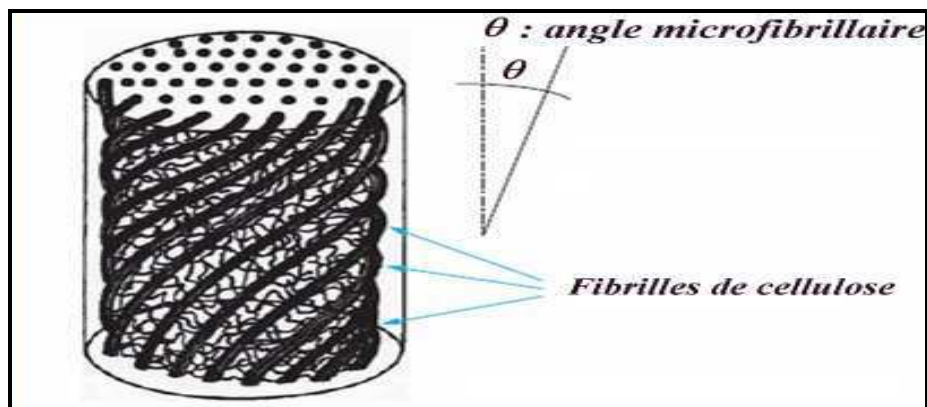


Fig. II.4 : Modèle de description de la structure d'une fibre végétale [BEL 99].

II. 2. 5. Composition chimique des fibres végétales

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale.

Comme nous l'avons vu précédemment les composés les plus majoritaires sont la cellulose, l'hémicellulose les pectines et les lignines. Ces différents constituants sont agencés de manière très complexe.

Dans le bois, la cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre (**Fig. II. 5**). Les parois extérieures de la fibre sont composées principalement de lignines et d'hémicelluloses et les lamelles de jonction inter fibres sont composées presque uniquement de lignine. Un réseau supplémentaire de pectines (polymères de polysaccharides acides) augmente la complexité de la matrice. Le réseau polysaccharidique peut également être solidifié par un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydroxyproline Rich Glyco Proteins).

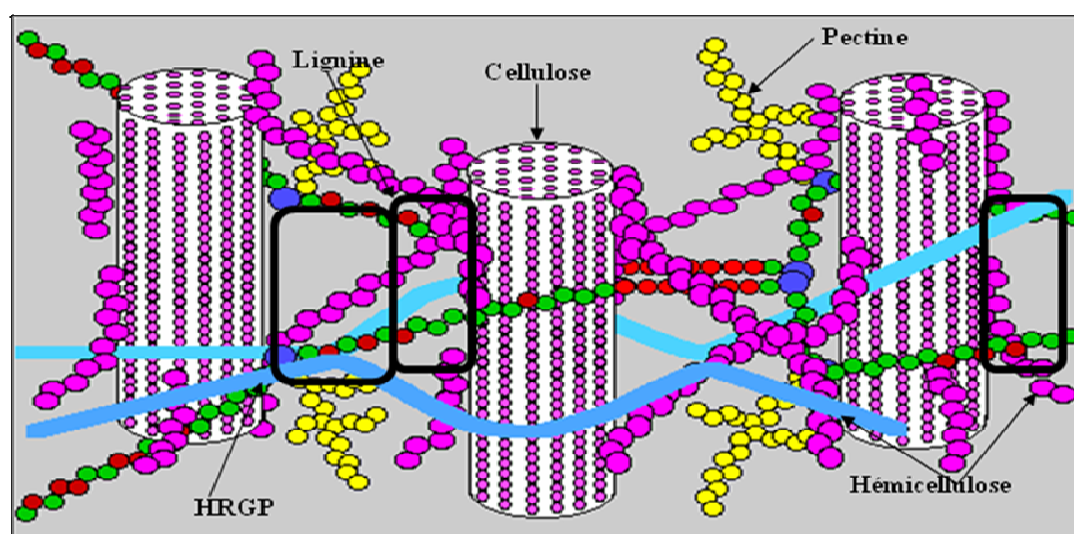


Fig. II. 5 : Représentation schématique d'une fibre de bois [COU 07].

II. 2. 5. 1. Cellulose

La cellulose est le constituant principal de la masse végétale. Ce polymère linéaire de glucose présente est à l'état presque pur (>90%) dans la fibre de coton. Il est aussi, avec de la lignine, l'un des constituants essentiels du bois (50%) [SED 07]. Selon Willtatter et Zechmeister (1913) la formule brute exacte de cette macromolécule est $(C_6H_{10}O_5)_n$.

Elle est composée des unités de D-anhydrocopyranos reliées entre elle par des liaisons β 1-4. L'unité répétitive est le Cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former les microfibrilles [BER 08]

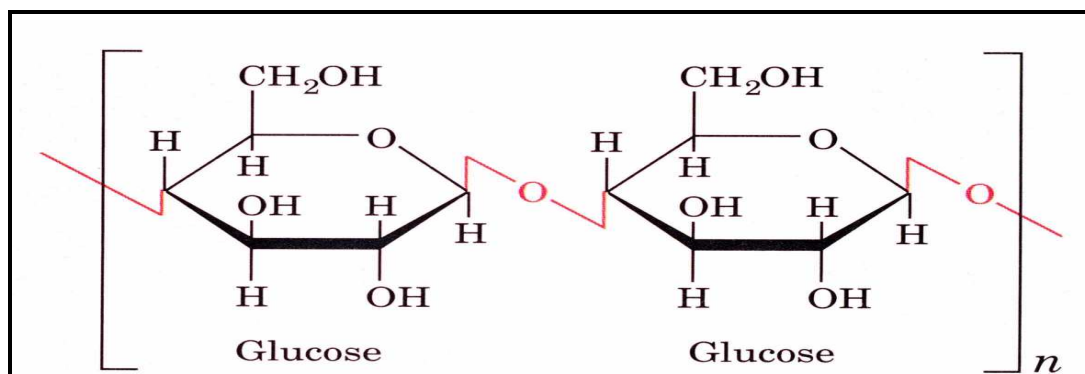


Fig. II. 6 : Représentation de la chaîne de cellulose [JOL 03].

n : degré de polymérisation.

Le nombre de maillons D-glucopyranose (n), appelé degré de polymérisation (DP) n'est pas connu dans la cellulose native. De plus, il est toujours exprimé comme une moyenne puisque dans la plupart des échantillons, il y a une large distribution de masse moléculaire. Il diffère énormément selon l'origine de la cellulose, il est d'environ 26500 dans l'algue valonia 9000 dans le chanvre et dans le lin, et de l'ordre de 8000 pour l'épicéa [SAT 02, BER 08].

La diffraction des rayons X par les monocristaux de la cellulose a permis d'établir que deux motifs β -D-glucopyranosyles adjacents ne sont pas dans le même plan moyen. Ceci est dû aux liaisons hydrogène intramoléculaires entre l'oxygène hétérocyclique et l'hydrogène du groupement hydroxyle fixé sur le carbone 3' (Fig II.7) Ainsi la dimension de l'unité cellobiose est toujours de 10.3Å.

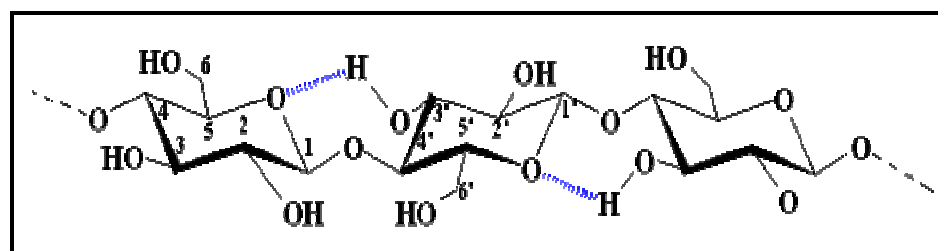


Fig. II.7 : Liaisons hydrogène O - H-3' intramoléculaires.

En raison du grand nombre de groupement Hydroxyles sur la chaîne, il existe de multiples possibilités de liaisons hydrogène intermoléculaires. De plus il existe d'autres liaisons hydrogène mettant en jeu des molécules d'eau qui sont ainsi intimement liées à la cellulose. Toutes ces contraintes font de la cellulose une molécule fibrillaire et partiellement cristalline [SAT 02].

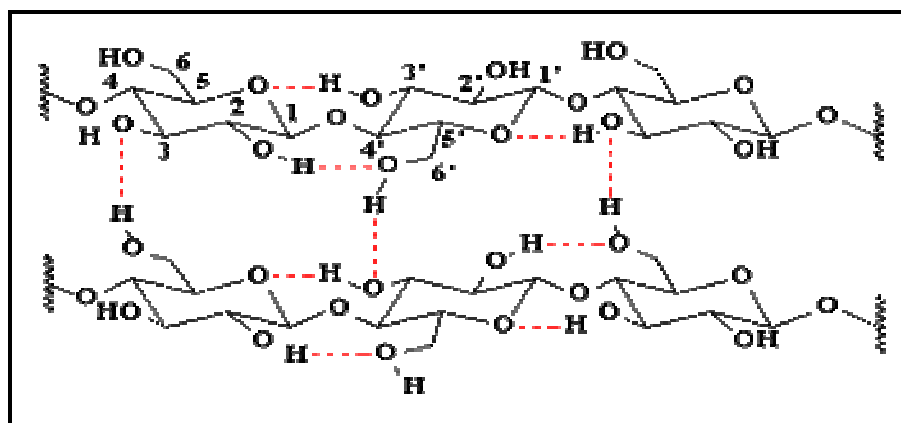


Fig. II. 8 : Liaison hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose [SAT 02].

Cet arrangement moléculaire ordonné des chaînes cellulosiques parallèles entre elles est la base d'un édifice cristallin que l'on appelle microfibrilles. La hiérarchie de structure et l'organisation supramoléculaire de la cellulose sont schématisées dans (Fig. II. 9) [BER 08].

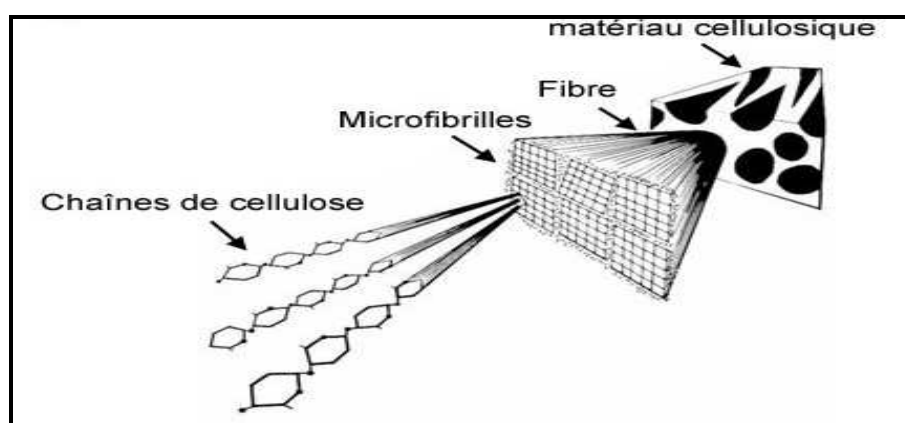


Fig. II. 9 : Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique [BER 08].

Dans la cellulose pure, la structure moléculaire est presque parfaitement régulière car elle ne contient de défauts que dans une unité sur mille environ. Le

centre de ces microfibrilles est très cristallin tandis que les chaînes de surface sont de nature plus désordonnées et constituent des zones para cristallines. Ces zones, ainsi que les défauts de cristallinité qui surviennent lors de la biosynthèse de la cellulose forment la phase amorphe de la cellulose. Donc les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines parfaitement ordonnées et de zones amorphes, au contraire, totalement désordonnées. (Fig. II. 10) [JOL 03, SED 07].

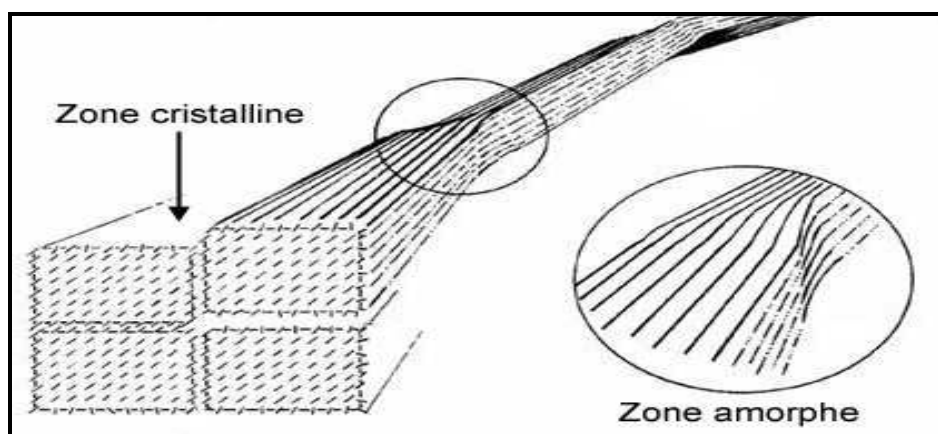


Fig. II.10 : Représentation schématique de l'alternance des zones cristallines et désorganisées le long d'une microfibrille [BER 08].

II.2.5.2. Hémicelluloses

On désigne par hémicellulose tout polysaccharide soluble dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions acides.

Les hémicelluloses sont une classe de polymères très variés (de nombreux monomères et de nombreux branchements différents). Elles sont donc assez mal définies. Dans leurs états naturels, leur structure est fonction de l'espèce végétale. Elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300. La figure II.11 montre les unités monosaccharidiques les plus représentatives des différentes familles d'hémicelluloses. Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale linéaire est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose [HAT 04, COU 07].

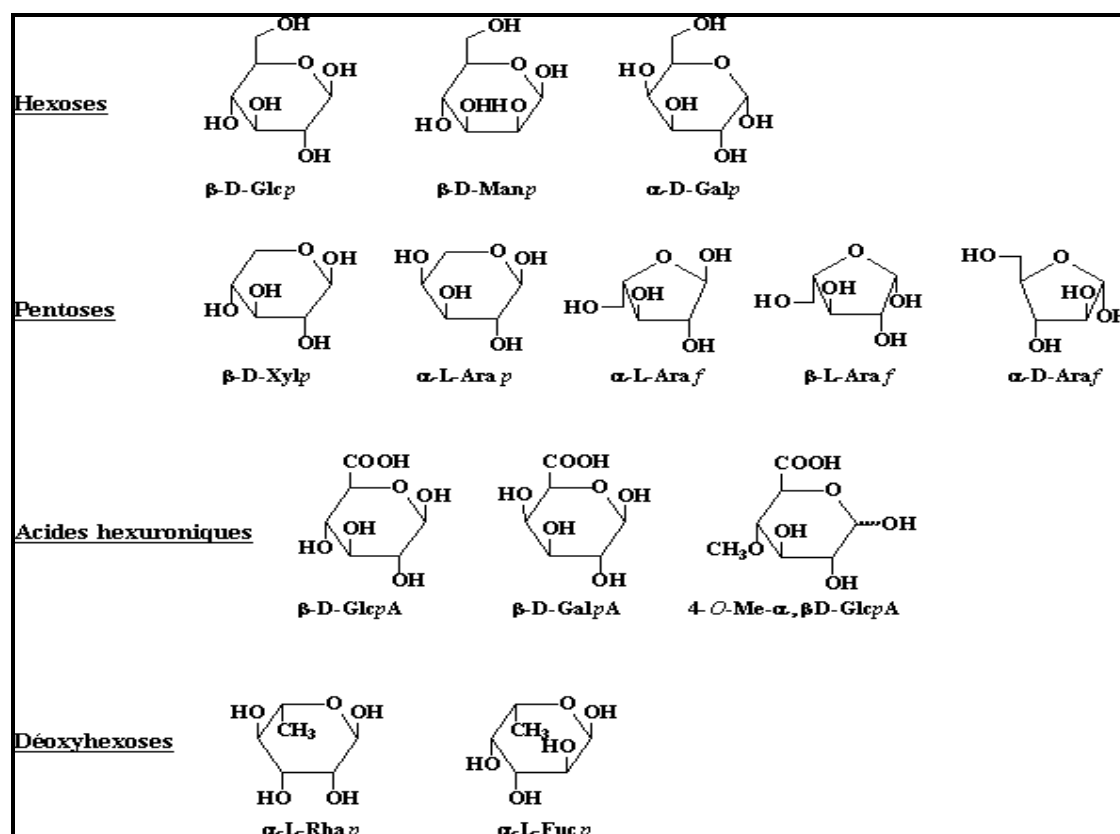


Fig. II. 11 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses [HAT 04].

II. 2. 5. 3. Pectines

Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois). Elles jouent le rôle de ciment intercellulaire et contribuent à la cohésion des tissus végétaux [MON 80].

Sur le plan structural, les pectines sont une famille de polysaccharides complexes qui contiennent un enchaînement d'unités d'acide α -D-galacturonique liées entre elles par des liaisons α (1-4), interrompu par la présence d'unités L-rhamnopyranose.

Les pectines portent aussi des substances non sucrées, essentiellement le méthanol, l'acide acétique, l'acide phénolique et parfois des groupes d'amide. L'estérification des résidus d'acide galacturonique avec le méthanol ou l'acide acétique est une caractéristique qui joue un rôle très important sur les propriétés physicochimiques des pectines particulièrement sur la formation de gel [SHA 06].

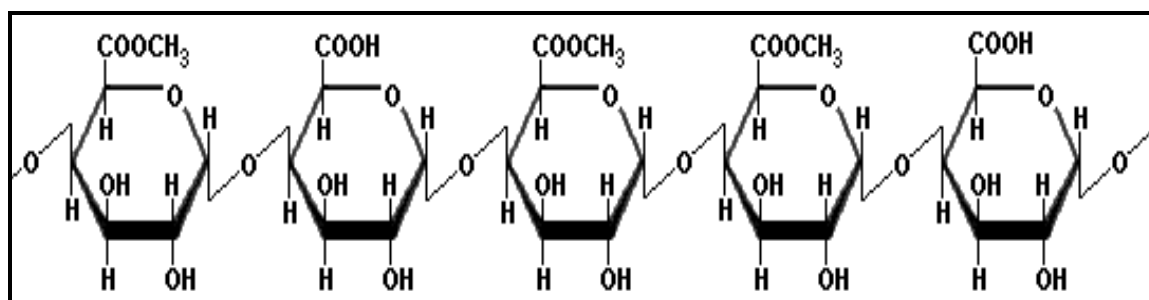


Fig. II. 12 : structure de la pectine [SHA 06].

II. 2. 5. 4. Lignine

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou "protolignine" constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante" de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique [THI 95].

Parce qu'il est impossible d'isoler la lignine native du bois sans la dégrader, sa masse moléculaire reste encore inconnue. Nous pouvons trouver des masses moléculaires approximatives dont les valeurs moyennes sont de 5000 à 10000 g/mol pour les bois durs (des feuillus), et de 20000 g/mol pour les bois tendres (des résineux). La figure II. 12 présentes les motifs élémentaires de la lignine.

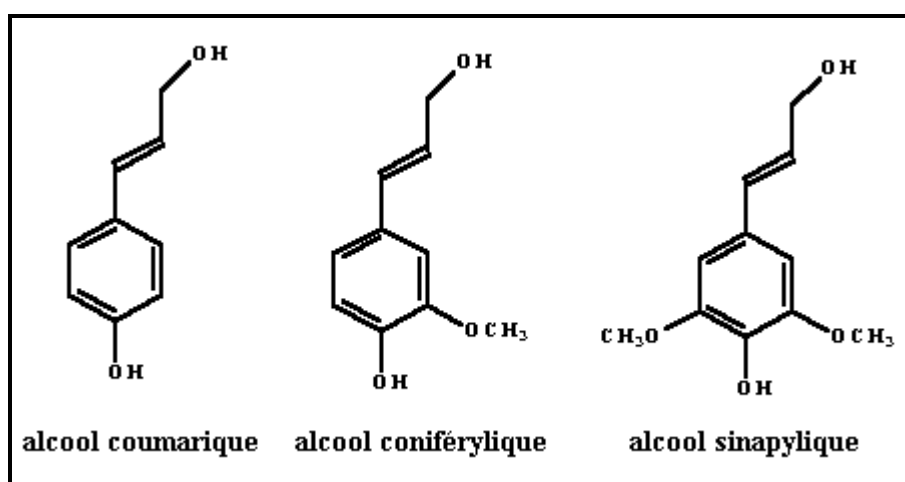


Fig. II. 13 : Motifs élémentaires de la lignine [COU 07].

La lignine est peu sensible à la dégradation biologique et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires [COU 07].

II. 2. 5. 5. Extractibles

Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques, d'où leur dénomination. La composition en extractibles varie en fonction de l'essence considérée et influe sur la couleur et l'odeur. Il s'agit de tanins, de pectines, de sucre et d'autres composés [BOU 02].

Le tableau II.2 présente la composition chimique de quelques plantes à fibres

Types de fibre	cellulose	hémicellulose	Lignine
Cotton	82.7	5.7	-
Jute	64.4	12.0	11.8
Zoster	57	28	5
Ramie	68.6	13.1	0.6
Sisal	65.8	12.0	9.9
Chanvre	57-77	14-17	9-13
Kénafe (écorce)	44-60.8	20.3-23	10-19
Kénafe (bois)	37-49	18-24	15-21
Résineux	48.0	15.0	25.3

Tab II.2 : Composition chimique de quelques plantes à fibres [DAV 06, NEN 09, et BEL 99].

II. 2. 6. Propriétés mécaniques de la fibre végétale

Il est très difficile de présenter un tableau qui répertorie toutes les propriétés des fibres lignocellulosiques. La grande variabilité constitutive et anatomique de la fibre végétale implique une variabilité de leurs propriétés mécaniques.

La faiblesse de la masse volumique des fibres végétales (1,2 à 1,5 g/cm³) confère à ces matériaux des propriétés 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.

La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant un module d'élasticité relativement plus élevé (90-137 Gpa), comparé à celui de la fibre de verre qui est de 75 Gp. Ainsi un index de cristallinité de la cellulose d'une fibre élevée est indicateur de propriétés mécaniques élevées.

Les fréquents défauts structuraux (**Fig. II. 14**) observés de la surface des fibres sont des conséquences de la grande variabilité de morphologie, de composition chimique, de structure et de comportement mécanique spécifique de ces fibres.

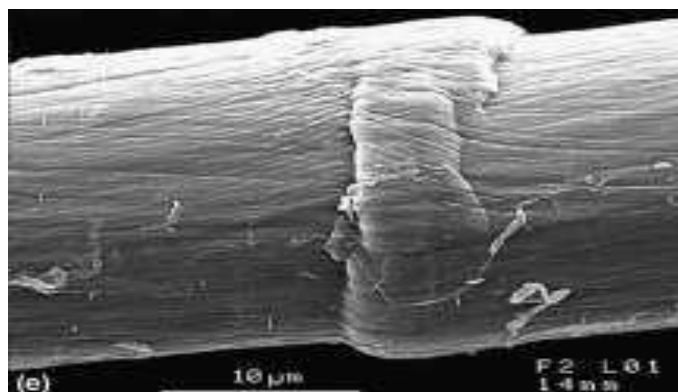


Fig. II.14 : Exemple de défaut structural sur une fibre de lin [CHA 06].

L'angle micro fibrillaire explique en partie la déformation élastique de la fibre végétale et dès lors son allongement à la rupture en traction. En effet, sous l'action de forces de traction relativement faibles, la fibre lignocellulosique subit une déformation réversible du fait de l'alignement progressif des microfibrilles cellulosiques avec l'axe de la fibre et une déformation élasto-viscoplastique des polymères amorphes [CHA 06].

Si la sollicitation de la fibre est plus forte, la déformation de celle-ci entre dans une phase irréversible qui peut se poursuivre jusqu'à la rupture. Un angle micro fibrillaire élevé suppose une déformation élastique plus importante pour une sollicitation de la fibre en traction faible [ROW 95].

Le tableau II. 3 ci-dessous présente les propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec certaines fibres de renforcement conventionnelles

Fibre	Densité (g/cm ³)	Allongement(%)	Résistance à la traction (Mpa)	Module de Young (Gpa)
Coton	1.5-1.6	7.0 - 8.0	287–597	5.5-12.6
Jute	1.3	1.5 - 1.8	393–773	26.5
Lin	1.5	2.7 - 3.2	345–1035	27.6
Chanvre	–	1.6	690	–
Ramie	–	3.6-3.8	400–938	61.4-128
Sisal	1.5	2.0 - 2.5	511–635	6.4-22.0
Coco	1.2	30.0	175	4.0-6.0
Verre E	2.5	2.5	2000–3500	70.0
Verre S	2.5	2.8	4570	86.0
Aramide	1.4	3.3 - 3.7	3000–3150	63.0-67.0
Carbone	1.4	1.4 - 1.8	4000	230.0-240.0

Tab II.3 : Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles [BELD 99].

II.7. Conclusion

Comme tous les produits naturels, les propriétés mécaniques et physiques des fibres naturelles varient considérablement. Ces propriétés sont gouvernées par la composition chimique et structurale et dépendent du type de la fibre et des conditions de croissance. La cellulose, le composant principal de toutes les fibres végétales, varie d'une fibre à une autre.

La sensibilité à l'humidité est remarquable, les fibres naturelles sont facilement influencées par l'environnement. De manière générale la haute teneur en humidité réduit les propriétés mécaniques.

Les propriétés mécaniques des matériaux composites sont influencées principalement par l'adhérence entre la matrice et les fibres. Si de nombreux articles ont pu montrer que les fibres végétales possédaient des propriétés mécaniques comparables aux fibres de verre traditionnellement utilisées, en revanche, les propriétés des matériaux

composites les intégrants restent inférieures. De nombreuses études ont donc porté sur l'amélioration de ces propriétés, notamment par le biais de traitement physique ou chimique des fibres.

III. 1. Introduction

Un composite correspond à l'association de matériaux élémentaires aux caractéristiques complémentaires, en vue de lui conférer, à l'échelle macroscopique et au moins dans certaines directions, un ensemble original de propriétés que les constituants, pris séparément, ne permettent pas de les atteindre.

Un des constituants peut remplir la fonction de matrice tandis que l'autre, immergé dans le premier et joue le rôle de renfort [GEI 85].

Le domaine des composites est très vaste. Ces derniers peuvent être divisés en trois types. La figure III.1 présente une classification schématique des matériaux composites.

Nous y distinguons trois catégories principales : les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres et les composites structuraux. Chacune de ces catégories se divise en au moins deux sous catégories [CAL 01].

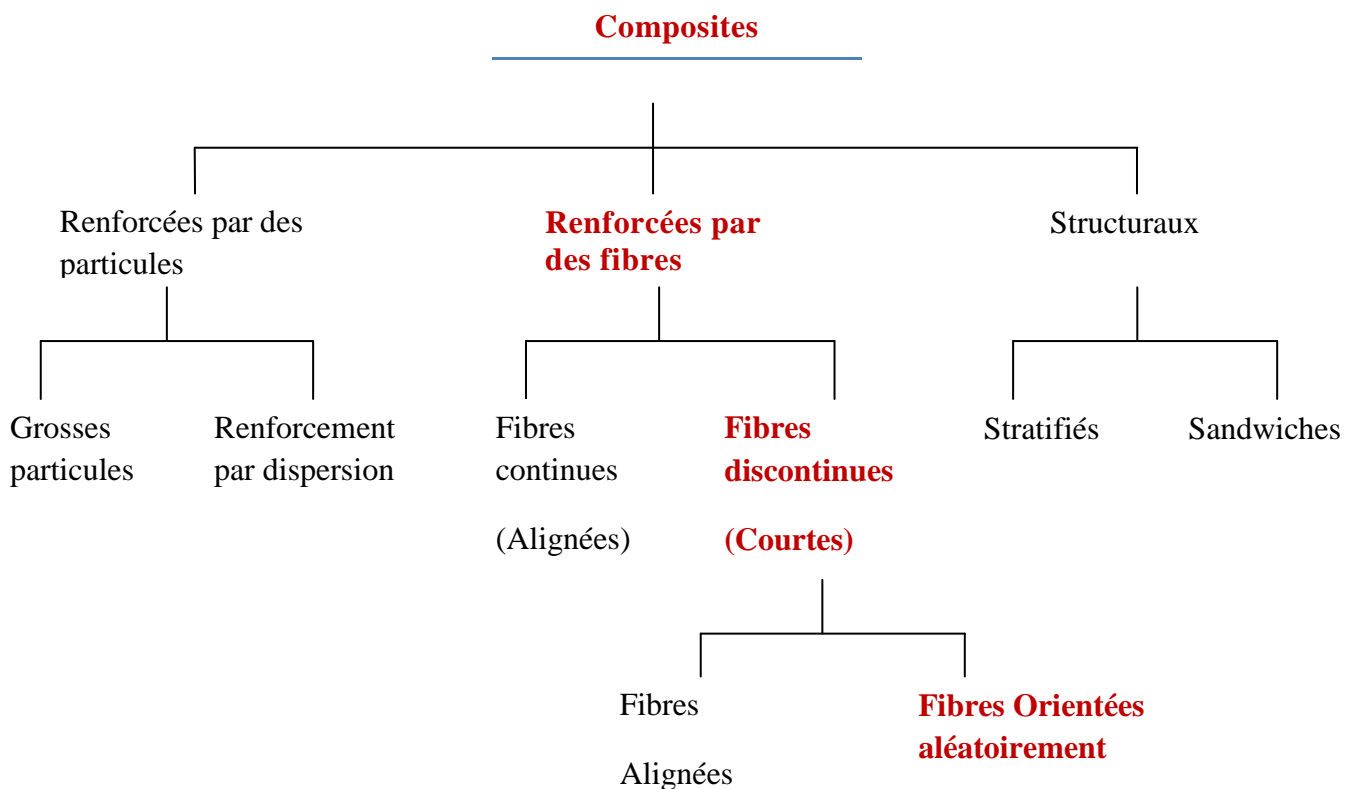


Fig. III. 1. : Classification schématique des différents types de composites [CAL 01].

Le composite faisant l'objet de notre travail suit le chemin surligné en rouge (Fig. III.1).

De nombreuses technologies modernes font appel à des matériaux composites dotés de propriétés que ne peuvent offrir les matériaux traditionnels (métaux, céramiques et polymères). Ces technologies trouvent une application dans de différents domaines tels que l'industrie aéronautique, la construction automobile, la fabrication d'appareils de plongée ou d'objets sportifs, ou encore des structures minces en béton.

Les ingénieurs en aéronautique recherchent de plus en plus des matériaux de construction légers, robustes, rigides et capables de résister aux chocs, à l'abrasion et à la corrosion. Il s'agit d'une combinaison de propriétés assez exceptionnelle.

Dans le cas des bétons, l'utilisation de composites a permis d'améliorer leur résistance à la traction et leur ductilité (cas des bétons armés) [GOU 06, SED 07].

III. 2. Matériaux composites à base des fibres naturelles

Parmi les matériaux composites, nous distinguons ceux à matrice polymérique et ceux à matrice minérale. Nous nous attarderons plus spécialement sur les matrices à base de matériaux de grande diffusion, comme « le ciment ».

III. 2. 1. Matrice polymère et fibres végétales

Les composites à matrice polymérique (CMP) sont généralement constitués d'une matrice de résine (substance macromoléculaire formée par polymérisation ou polycondensation) et d'un renfort de fibres.

Les matrices communément utilisées dans l'élaboration de composites à fibres naturelles vont des thermoplastiques, tels le polypropylène et le polyéthylène [CHA 06], aux thermodurcissables tel le polyester [GOU 06]

Si nous assistons à un regain d'intérêt pour l'utilisation des fibres végétales comme renforts, cette application existe depuis de nombreuses décennies.

En 1908, par exemple, des composites associant une résine phénolique au coton ou au papier ont été développés pour la réalisation industrielle de panneaux et de tubes pour l'électronique.

Au cours des années trente, le Celoron (marque Tufnof), constitué de tissu de coton imprégné de résine phénolique, permettait la réalisation d'engrenages et de cames à longue durée de vie.

En Inde, en 1978, des maisons et un silo ont en été conçus à Madras à partir de polyester renforcé par des fibres de jute.

L'entreprise Mercedes-Benz, enfin, utilise pour son modèle « classe A », un composite renforcé par des fibres de lin et de sisal, destiné aux garnitures intérieures de portières, de dossiers de sièges, aux supports de moquette et à l'habillage du coffre.

[PAL 84]

Au cours des dernières années, l'utilisation des fibres naturelles dans les composites a suscité un grand engouement, et particulièrement dans le secteur des composites à matrice organique. **[ELO 09]**.

Les composites à base de polymères et de fibres naturelles sont des matériaux peu coûteux, avec un impact réduit sur le milieu ambiant et des propriétés mécaniques excellentes qui s'obtiennent seulement aux conditions d'une bonne adhésion à l'interface polymère - fibre naturelle et d'une dispersion homogène des fibres dans la matrice thermoplastique. **[PAN 07]**.

L'efficacité de renforcement des fibres naturelles dépend surtout de la capacité de transférer l'effort de la matrice polymère (la phase continue) aux fibres.

L'adhésion entre la surface hydrophile des fibres et le polymère hydrophobe utilisé comme matrice est faible et, donc, la capacité de renforcement est réduite.

Le traitement des fibres naturelles et certaines additives utilisés dans le composite assurent la modification de la tension à l'interface et contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques. **[BEN 09]**, **[BOU 02]**.

Plusieurs études sont faites ayant pour but la modification des propriétés de la surface des fibres de cellulose afin d'améliorer leur compatibilité avec une matrice polymérique. **[BEN 09]**. Dans la bibliographie on trouve plusieurs méthodes variées dont on cite à titre d'exemple : les traitements corona **[RAG 09]**, le traitement avec des silanes **[ABD 06]**, le traitement autoclave et plasma **[GOU 06]** et les traitements alcalins **[SYD 03]**.

Ou encore l'utilisation d'autres produits chimiques a permis d'améliorer l'adhésion des fibres avec la matrice. Cependant, certaines de ces méthodes posent les inconvénients tels que l'utilisation des équipements et/ou des produits chimiques onéreux.

Le tableau III.1 présente les propriétés mécaniques de quelques composites fibres naturelles-PP

Matériaux	Résistance à la traction (Mpa)	Module de Young (Mpa)
pp-farine en bois.	26	2500
pp-Sisal non tissé.	25	1900
pp-Sisal non tissé avec une surface traitée.	29	2300
pp-Lin non tissé	47	5100
pp-lin non tissé avec une surface traitée.	67	6700

Tab. III.1 : Propriétés mécaniques de quelques composites fibres naturelles-PP.

[PAN 07]

III. 2. 2. Matrice minérale et fibres végétales

Une des applications techniques les plus réussies dans le Génie Civil est le renforcement du béton par l'acier. En effet, le béton armé est un matériau composite constitué d'une matrice cimentaire additionnée à un renfort par barres d'acier.

Les nouveaux composites utilisables dans l'industrie de la construction doivent allier performances mécaniques et liberté architecturale tout en diminuant l'impact environnemental lors du processus de transformation. Les composites à matrice minérale constituent une solution envisageable afin de répondre à ces critères. [PRO 09].

L'introduction de fibres végétales pour le renforcement est une technique très ancienne. En effet, nos prédécesseurs utilisaient de la paille pour renforcer l'argile, et le crin (poils de chevaux) pour renforcer de nombreux mortiers et du plâtre. [Ayy 76]

Les composites fibres/ciment (CCF) constituent une alternative intéressante dans le domaine de la construction au regard de son efficacité énergétique et économique et de ses performances environnementales.

Les applications des composites à matrice minérale augmentent actuellement et touchent dorénavant les structures porteuses primaires. Par conséquent, des informations détaillées sont nécessaires pour la conception de structures CCF. Des

travaux de recherches étudient non seulement le comportement mécanique du matériau mais également le développement des procédures de conception des éléments structuraux en utilisant ce genre de matériau [PRO 09].

III.2.2.1. Compatibilité des fibres végétales avec le ciment

L'aspect important du composite ciment fibres végétales est la compatibilité physique et chimique des fibres végétales avec le ciment. Il est bien entendu qu'avec l'addition des fibres végétales dans la matrice cimentaire, les temps de prises des ciments augmentent. L'hémicellulose, l'amide, les tanins et les sucres contenues dans les fibres sont en partie responsable de ces retards de prise.

L'alcalinité élevée de l'eau dans les pores de la matrice de ciment affaiblit les fibres de cellulose, induit leur minéralisation et par conséquent, l'affaiblissement de la ténacité des composites [TON 09, MAH 05]

III. 2. 2. 2. Interface fibre-matrice : notion d'adhésion

La notion d'adhésion ne peut être dissociée de la nature des surfaces impliquées. Ces dernières présentent des propriétés qui les rendent plus ou moins idéales.

Les phénomènes d'adhésion aux interfaces fibre-matrice jouent un rôle essentiel sur les propriétés des matériaux composites. De telles interfaces sont le siège de phénomènes physico-chimiques complexes. Ces derniers sont dus aux interactions moléculaires entre deux matériaux de nature et de propriétés différentes.

Ces interfaces doivent être en mesure de supporter toutes contraintes mécaniques, résiduelles ou externes, et les transmettre de la matrice à la fibre pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques requises. [MIC 03]

Selon Bentur et al [BEN 95], la taille de la section des fibres influence considérablement la microstructure de l'interface fibre-matrice :

- Pour les micros fibres :

Les fibres ont des diamètres inférieurs ou égaux à celui des particules de ciment ($\leq 70\mu\text{m}$). Les diamètres des fibres et des particules de ciment sont

du même ordre de grandeur. Donc la microstructure de l'interface est dense et peu différente à celle de la matrice.

- Pour les macros fibres :

Les fibres ont des diamètres supérieurs à celui des particules de ciment. La microstructure de l'interface ressemble à celle de l'auréole de transition de granulats dans le béton. Sa formation est entre autre due à un effet de paroi et de ressuage au niveau de l'interface. Elle peut se composer d'un film duplex, d'une couche discontinue de cristaux issus de l'hydratation de ciment et d'une zone poreuse.

L'adhésion interfaciale est une combinaison de trois phénomènes agissant simultanément à des degrés différents :

- Interpénétration mécanique entre la pâte de ciment et la surface de la fibre
- Adhésion physique moléculaire
- Adhésion Chimique

III. 2. 2. 3. Modification de l'interface fibre-matrice

Afin d'assurer une bonne compatibilité des fibres végétales avec la matrice cimentaire, Il existe de nombreuses techniques. Ces dernières permettant la mise en place de liaisons chimiques au niveau de l'interface. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques. Le but de ces modifications est l'amélioration de l'adhésion par la création de liaisons qui n'existaient pas au paravent. La surface est donc au cœur de l'action et subit des modifications [MIC 03].

III.2.2.3.1 Méthodes physiques de modification de la surface

Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique. Parmi ces méthodes on cite le calandrage, l'étirement, les traitements thermiques. Ces techniques ne causent pas de modifications chimiques. Dans ce qui suit on cite quelques techniques très répandus pour le traitement physique des fibres végétales.

❖ *Agents dispersifs*

Les cires, et les paraffines sont largement utilisés dans les composites à base de bois. D'autres additifs comme les élastomères et les plastifiants sont aussi utilisés. Ces produits agissent sur des propriétés spécifiques qui entraînent des modifications de surface permettant d'améliorer d'une manière directe et indirecte la fabrication du composite. Ces modifications contribuent à faciliter le procédé de fabrication (changements des paramètres du procédé : baisse de la température, homogénéisation du mélange, diminution des contraintes mécaniques lors du processus) [MIC 03].

❖ *Traitements par décharges électriques (corona, plasmas froids)*

La modification des fibres cellulosiques par ce type de traitement a connu plusieurs succès dans le cadre d'études sur les composites. Le traitement Corona, ou effet couronne, est une technique d'activation de surface par oxydation. Cela se traduit par une augmentation de la concentration des groupements aldéhyde lors de l'activation de la surface des fibres.

On obtient sensiblement le même type d'action avec les plasmas à basse température. Ce traitement modifie la surface des fibres sans affecter les propriétés intrinsèques du matériau. De plus cette technique ne nécessite pas l'usage de solvant et les temps de traitement sont courts.

La variété de modifications possibles avec les plasmas provient du choix du gaz impliqué dans le traitement. L'oxygène entraîne la formation de groupes plutôt acides (accepteurs d'électrons), alors que l'azote ou l'ammoniaque entraîne la formation de groupes plutôt basiques (donneurs d'électrons). Ce type de solution par décharge électrique nécessite toutefois une technologie assez complexe. [GOU 06]

❖ *Mercerisation,*

Bien que ce ne soit pas vraiment une technique 'physique', c'est une ancienne technique de modification chimique couramment pratiquée par l'industrie textile du coton. Il s'agit d'un traitement alcalin en température qui tend à être adapté aux fibres naturelles. Certaines caractéristiques mécaniques et d'absorption sont améliorées par la mercerisation. L'estérification de la cellulose par substitution des groupes hydroxyles a été citée par de nombreux chercheurs [MIC 03].

III. 2. 2. 3. 2. Méthodes chimiques de modification de la surface

Plusieurs approches ont été rendues compte de l'utilisation du traitement chimique des fibres de cellulose pour réduire leur caractère hydrophile et améliorer leur adhérence avec la matrice [TON 09].

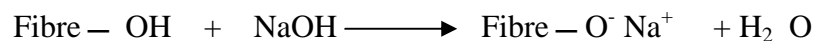
La modification de la surface par les méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième ayant des propriétés intermédiaires.

❖ *Traitement Alcalin* [FRE 06, CAO 06]:

C'est l'un des traitements chimiques les plus employés aux fibres naturelles destinées pour le renforcement des plastiques. Les modifications les plus importantes causées par ce traitement sont :

- La rupture des liaisons hydrogène dans la structure du réseau des fibres;
- L'augmentation de la rugosité extérieure;
- L'élimination d'une certaine quantité de lignine, de cire et des huiles couvrants la paroi cellulaire de la fibre;
- Dépolymérisation de la cellulose;

L'addition de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre naturelle favorise l'ionisation du groupe d'hydroxyle selon la formule suivante :



❖ *Traitement de Silane*

L'utilisation des agents d'accouplement de silane est une pratique très bien connue dans les composites à base de fibres de verre et de matrices polymériques. Ces agents sont aussi utilisés dans le cas des composites fibres de bois/ciment

Le silane SiH_4 est employé comme agent d'accouplement. Il peut réduire le nombre des groupes hydroxyles de la cellulose dans l'interface fibre/matrice. En présence de l'humidité, le groupe alkyl hydrolysable mène à la formation du silanol. Ce dernier réagit avec le groupe hydroxyle de la fibre, en formant des liens covalents stables à la paroi cellulaire. Par conséquent, les chaînes d'hydrocarbure dues à l'application de silane retiennent le gonflement de la fibre en créant un réseau réticulé dû à la liaison covalente entre la matrice et la fibre [TON 09].

III. 2. 2. 4. Propriétés mécaniques

Les matrices minérales se caractérisent par une rupture de type fragile malgré leurs bonnes tenues à la compression,

La résistance en flexion de ces matrices fragiles, tels que les mortiers, le plâtre ou les pâtes de ciment, peut être considérablement améliorée grâce aux propriétés mécaniques des fibres (résistance en traction élevée).

De plus, une modification notable dans le comportement du matériau est observée après la première fissuration de la matrice : passage d'un comportement fragile à un comportement semi fragile ou légèrement contrôlé [SAV 00, AND 79].

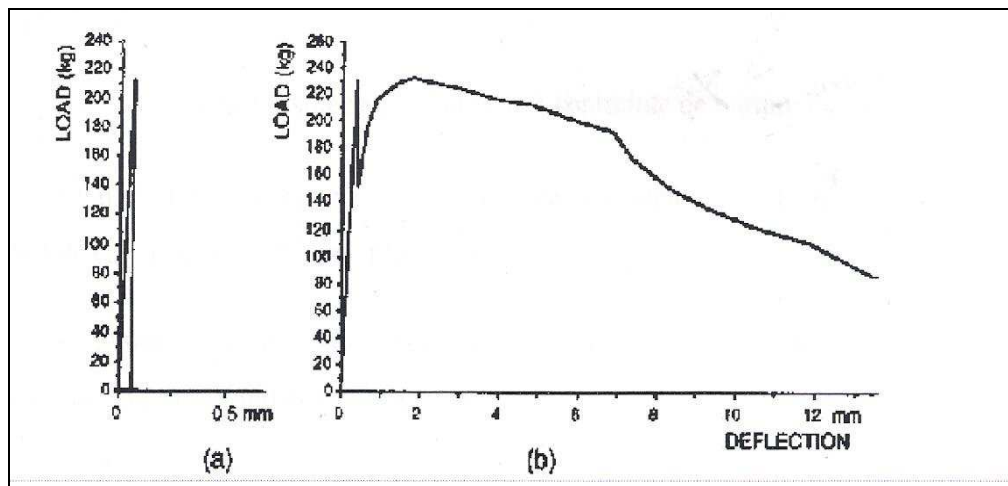


Fig. III. 2 : Représentation schématique du comportement en flexion trois points : (a) gypse pur
(b) composite gypse-fibre de sisal. [BOU 02]

Djoudi et al. [DJO 09] ont étudié le renforcement de plâtre avec les fibres végétales du palmier (dattier). Les résultats montrent que l'augmentation de la fraction massique des fibres du palmier incorporées fait accroître la ductilité du matériau, les meilleurs résultats sont obtenus pour 1,5% en masse de fibres. Par contre la densité décroît à cause de l'augmentation du volume de vide créé par l'ajout des fibres dans la matrice.

Les fibres végétales changent complètement le comportement rhéologique du matériau et augmentent considérablement sa résistance à la flexion et le rend moins fragile en améliorant son seuil de fissuration.

Bahloul et al. [BAH 09] ont examinée l'analyse des propriétés mécaniques et physiques des mortiers de ciment à base de fibres cellulosiques d'alfa. Ils ont montré que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation du pourcentage de fibres dans les mortiers et que l'ajout de fibres végétales au mortier n'a aucun effet bénéfique sur la résistance à la compression.

Cela est expliqué par le fait que l'incorporation des fibres dans la matrice du mortier augmente le volume des vides et diminue la compacité du mortier, d'où une diminution de résistance à la compression. Ils observent aussi que le mortier de fibres donne des valeurs de conductivité thermique λ de l'ordre de 0,8 W/m° C ce qui est assez proche des performances d'un isolant.

Sedan [SED 07] a travaillé sur les phénomènes physico-chimiques intervenant lors de l'association de fibres de chanvre avec du ciment, ainsi que leurs impacts sur les propriétés mécaniques des composites élaborés. Ils indiquent que la résistance en flexion de ces matériaux évolue d'environ de 4,9 MPa pour le ciment à 6.8 MPa pour un composite contenant 16% en masse de fibres.

Les précédents travaux démontrent que l'introduction des fibres végétales dans des matrices cimentaires améliore la contrainte à la rupture en flexion 3 points Des mortiers. On note aussi que la liaison fibre /matrice reste faible. Pour accroître les performances mécaniques et améliorer l'adhésion à l'interface, plusieurs approches ont été étudiées, incluant l'imprégnation des fibres avec des agents bloquant l'absorption d'eau, tels que le silicate de sodium et le sulfure de sodium ou des agents hydrophobe.

Les composites renforcés par des fibres traités ont des valeurs de résistance, de module de Young et d'énergie de rupture plus élevé que celle des composites renforcées par des fibres non traitées. Ceci est dû au traitement des fibres qui élimine les produits nuisibles et indésirables. La lignine qui est relativement rigide et incompatible chimiquement avec le ciment, réduit la surface de liaison entre fibre et matrice. Ceci provoque, par la suite une faible résistance au déchaussement [BLA 99].

Payratou et al [PEY 07] ont étudié les modifications physicochimiques des interactions entre les fibres de chanvres et la chaux. Leurs résultats montrent que le traitement avec de la soude améliore la rigidité du mortier par l'élimination des

parties amorphes à la surface des fibres ce qui permet d'augmenter le taux de cristallinité des fibres.

Ils observent aussi que le traitement à L'EDTA (acide éthylène diamine tétra acétique) augmente la contrainte à la rupture des mortiers réalisés. Ce traitement permet de fixer le minimum de calcium à la surface de fibre. Car la présence de ce dernier en surface influence donc la contrainte à la rupture. On note aussi que le traitement à l'eau chaud contribue à l'amélioration de la rigidité des mortiers.

III. 2 .2. 5. Influence sur la prise

Dés les années 60, l'ajout du bois au -ciment, augmente sensiblement le temps de prise, voire même une inhibition totale de celle-ci et les mélange reste indéfiniment à l'état pâteux. La détermination des facteurs influençant la prise se posent donc depuis plus de trente ans [BIB 68].

Biblis [BIB 68] attribut la plus forte influence au glucose et à la cellulose, tandis que Weatherwax et Tarkow [WEA 67] rendent ce fort retard de prise à la décomposition du bois dans le mélange.

Les solutions apportées consiste en l'introduction d'accélérateurs de prise ciment afin de contrecarrer l'effet néfaste des extractibles du bois.

Moslemi [MOS 85] préconise l'emploi des chlorures de fer, d'étain ou d'aluminium à 5 % en masse. Il est même possible de neutraliser les effets des extractibles à l'aide de chlorure de calcium sans altérer les propriétés mécaniques.

Des influences moins marquées sont attribuées aux tanins et aux acides aliphatiques, tandis que la lignine n'a pas d'effet notable [BIB 68].

Wilding et al. [WIL 84] ont entrepris la classification d'adjuvants organiques et inorganiques selon leur influence, accélératrice ou retardatrice, sur la prise du ciment, en suivant l'hydratation par calorimétrie isotherme. Leurs conclusions semblent indiquer que toutes les molécules organiques induisent des retards, et que parmi elles, les adjuvants phénoliques avec des groupes hydroxyle adjacents sont de puissants retardateurs. D'autres molécules telles que l'acide citrique, le catéchol et l'acide salicylique ont la faculté de former des complexes avec des ions calcium.

Arsene et al. Ont préparé des composites fibres de bagasse/ciment, avec une distribution aléatoire des fibres dans le composite [ARS 01]. Ils ont étudié l'influence de divers paramètres sur la prise du matériau composite bagasse/ciment

la nature des constituants végétaux de la fibre de bagasse, le traitement thermique de la fibre (bagasse rectifiée entre 175-250°C) ou le traitement chimique d'hydrolyse par l'acide chlorhydrique, le taux massique de fibres de bagasse dans le composite et le pourcentage d'eau ajoutée. Cette étude montre l'effet retardateur de la lignine sur la prise du matériau composite et le comportement du composite devient quasiment le même que celui du ciment classique ou composite cellulose/ciment pour de faibles teneurs en fibres de bagasse rectifiées à 200°C.

En conséquence il semble difficile de maîtriser la composition chimique des fibres naturelles (conditions de récolte, lieux de culture ...) et donc de contrôler la prise du composite ciment.

IV.1. Introduction

L'utilisation des renforts non conventionnels (végétaux) pour l'élaboration de matériaux composites impose de bonnes connaissances des propriétés physiques et chimiques de ces matériaux.

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et méthodes mise en œuvre pour la caractérisation des fibres et les composites élaborés.

IV.2. Matériaux utilisées

IV. 2. 1. Fibre de Diss

Le Diss (*Ampélodesmos Mauritanicus*, famille des poacées) est une herbe très répandue dans l'Afrique du Nord et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. Cette herbe est utilisée dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques [MER 09].



Fig. IV.1 : Herbe de Diss.



Fig. IV.2: Tige de Diss.

Le Diss utilisé dans notre étude provient des montagnes d'Ain Kebira (nord Sétifien).

IV.2.2. Ciment portland composé

Le ciment utilisé dans ce travail est un ciment portland composée CPJ-CEM II/ A 42,5. C'est un ciment conforme à la norme NA 442 :2000. Il provient de la cimenterie d'Ain kebira (Wilaya de Sétif). Ce ciment est obtenu par le mélange de clinker finement broyé avec certains ajouts. Le sulfate de calcium est ajouté sous forme de gypse en tant que régulateur de prise..

Ce produit Convient pour : les bétons armés et non armés, préfabriqués ou précontraints, étuvés et auto étuvés ; le génie civil (ouvrages et routes) et les constructions (logements, locaux commerciaux et Industriels).

La tenue des bétons atteints les 80 % après 28 jours de séchage. La résistance à la compression a une valeur voisine de 52,5 N/mm².

IV. 2. 3. Réactifs

Les caractéristiques essentielles des produits chimiques utilisés au cours de cette étude sont présentées dans le tableau IV.1.

	Formule	Pureté(%)	Masse molaire (g/mol)
Acides : Acide acétique	CH ₃ COOH	99.5	60.05
Bases : Soude	NaOH	98.00	40.00
Potasse	KOH		
Sels : Oxalate ammonium	C ₂ H ₈ N ₂ O ₄	–	124.1
Chlorite sodium	NaCl	–	58.44
Solvants : Ethanol	C ₃ H ₆ O	99.78	58.08

Tab. IV.1 : Les différents produits chimiques utilisés.

IV. 3. Méthodes expérimentales

IV.3 .1. Sélection et découpage des fibres

La sélection des fibres se base sur leur couleurs (vert et vert claire). Ensuite on se débarrasse des fibres qui possèdent n'importe quelle tache (blanche, noir, marron, etc.), afin de limiter les sources de dispersion des résultats.

Le découpage des fibres s'effectue à l'aide d'une lame rasoir aux longueurs suivante: 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120 et 140 mm tout en essayons d'avoir un diamètre plus au moins uniforme au long de la partie utile ($L_u=20, 30, 40, 50, 60, 70, 80$ et 100).



Fig. IV. 3 : Fibres de Diss sélectionnées et découpées.

IV. 3. 2. Préparation des éprouvettes de traction

Plusieurs démarches sont faites pour optimiser les techniques de mesures avant d'adopter la présente solution pour la détermination des différents paramètres.

Nous avons effectué des essais de traction sur des éprouvettes simples (des fibres découpées aux longueurs désirés). On a constaté que les fibres glissent ou s'écrasent selon l'effort de serrage au niveau des mors à cause de leur forme (la fibre de Diss se présente sous forme d'une feuille enroulée de forme circulaire ou parfois elliptique). Pour remédier à ces problèmes nous avons confectionné des talons aux extrémités des éprouvettes.

La résine d'époxy est la plus adéquate pour l'élaboration des talons aux extrémités des éprouvettes. Nous avons préparé 50 éprouvettes de chaque longueur citée précédemment.

Les étapes de préparation se résument comme suit:

- Préparation de la résine;

- Préparation des feuilles de supports des fibres;
- Collage des fibres sur les feuilles de supports à l'aide de la résine époxy.



Fig. IV. 4 : Schéma de l'éprouvette de traction réalisée.

IV. 3. 3. Traitements des fibres

IV. 3. 3. 1. Traitements chimiques (traitement alcalin)

Les fibres sont immergées dans une solution alcaline préparée à partir de la dissolution de 5 g de pastilles d'hydroxyde de sodium NaOH dans 95cm³d'eau distillée. Cette solution a donc une concentration de 5%. Des solutions de concentrations plus élevées ont un effet très néfaste sur les propriétés des fibres traitées. Ces dernières provoquent la modification de la structure moléculaire de la cellulose (rupture des chaînes de cellulose), ce qui entraîne la chute des propriétés mécaniques) [MWA 03].

Les temps de traitement sont 2h, 4h, 6h, 8h, 12h, 24h, 48h, 72h, 96h. L'élimination de l'excès de la soude adsorbée sur la surface de la fibre nécessite un rinçage avec de l'eau distillée. La neutralisation de l'effet de la soude caustique (NaOH) nécessite le rinçage des fibres avec de l'acide acétique dilué et finalement avec de l'eau distillée.

Enfin les fibres sont séchées à la température ambiante pendant 24 h et étuvées à 100° C pendant 3 H.

IV. 3. 3. 2. Traitement thermique

A travers les différentes références bibliographiques relatives aux composites à base de fibres végétales et à matrice cimentaire, nous avons opté pour le traitement thermique courant. Ce traitement consiste à la mise en ébullition du Diss dans un récipient pendant quatre heures, puis égoutté et rincé à l'eau abondante afin d'enlever les substances organiques [MER 09].

IV.4. Elaboration des échantillons

Avant la réalisation des pâtes de ciment, les fibres (brutes, traitées et bouillies) sont prédécoupées en brins d'environ 1cm de longueur puis broyer à l'aide d'un moulin électrique (Moulinex). Les fibres broyées sont ensuite tamisées (tamis de maillon 0.5x0.5mm).

Cette préparation est nécessaire pour l'obtention d'une répartition relativement homogène des fibres dans les pâtes de ciment.

La préparation des mélanges s'effectue en ajoutant les fibres prédécoupées et broyées au ciment et on effectue un mélange pendant 2 minutes. L'eau est ensuite ajoutée. Dans tous les cas, le rapport Eau/Ciment (E/C) est de 0,4.



Fig. IV.5 : Diss Broyés.

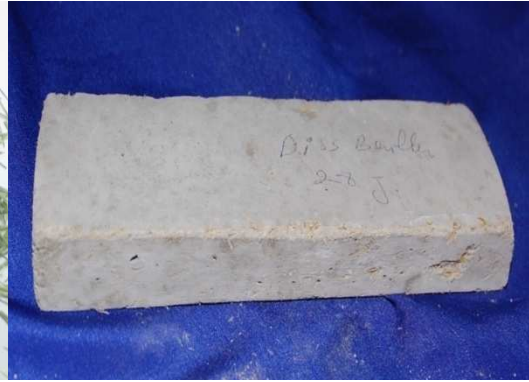


Fig. IV. 6 : Echantillon élaborés

IV.5. Techniques de caractérisation

Dans ce qui suit nous allons décrire les techniques utilisées et les démarches suivies lors des différentes caractérisations entrepris dans ce travail. L'essentiel de ces caractérisations est cité ci-dessous :

- ✓ Caractérisation chimique : détermination des principaux constituants de l'herbe Diss par procédés chimiques.
- ✓ Caractérisations mécaniques: essais de traction (sur les fibres Diss) et test de flexion 3Pts sur les composites Ciment/Diss;
- ✓ Caractérisation physiques : la perte en masse, densité, porosité, taux d'absorption d'eau.
- ✓ Caractérisations morphologiques: microscope optique.

- ✓ Caractérisations structurales : infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF), diffraction des rayons X.

IV.6. Caractérisations des fibres de Diss

IV.6.1. Caractérisations chimiques

IV.6.1.1. Teneur en eau et matières volatiles

La teneur en eau et en matières volatiles est déterminée selon la norme française NFV03903. Elle correspond à la perte de masse subie par l'échantillon après séchage dans une étuve à 100 C jusqu'à poids constant (pendant 3 heures). La teneur en eau et en matières volatiles (notée H) est exprimée par:

$$H = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 (g) : tare du creuset.

m_1 (g) : masse du creuset et de la prise d'essai avant chauffage.

m_2 (g) : masse (creuset+résidu) après chauffage jusqu'à poids constants.

La teneur en matières sèches est exprimée aussi en pourcentage en masse, de l'échantillon. Elle est notée M_s et se déduit de l'expression de la teneur en eau :

$$M_s = 100 - H = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

IV. 6. 1. 2 Teneur en matières minérales et organiques

La teneur en matières minérales (cendres minérales y compris) est déterminée selon la norme NF V 03-322. L'échantillon sec subit une calcination à 500°C jusqu'à un poids constant. Le résidu calciné obtenu est pesé.

La teneur en matières minérales (M_m) s'exprime par :

$$M_m = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_3 : est la masse du creuset et du résidu après calcination jusqu'à poids constant (g) .

La différence pondérale entre la masse de matières sèches et la masse minérales correspond à la masse de matières organiques. Notée M_O et exprimée elle aussi en pourcentage en masse, la teneur en matières organiques de l'échantillon peut donc être donnée par la différence :

$$M_o = M_s - M$$

IV. 6. 1. 3. Détermination des taux des constituants extractibles :

Afin de connaître la composition chimique du Diss, une succession d'extractions ont permis d'isoler les différentes substances contenues dans le matériau (graisses et cires, pectines, hémicelluloses et lignines).

❖ Extraction Soxhlet

Il s'agit d'une extraction solide-liquide. Le corps de l'extracteur (Soxhlet), contient une cartouche remplie de résine ou d'un filtre solide, est fixé sur un réservoir de solvant (ballon).

Le solvant est vaporisé puis condensé, et reste en contact avec le solide. La solution est soutirée périodiquement par l'amorçage d'un siphon. La solution du ballon s'enrichit petit à petit en soluté et le solide est toujours mis en contact avec le solvant fraîchement distillé (**Fig. IV. 7**). A la fin de l'extraction, l'essentiel des molécules à analyser est transféré dans l'extrait.

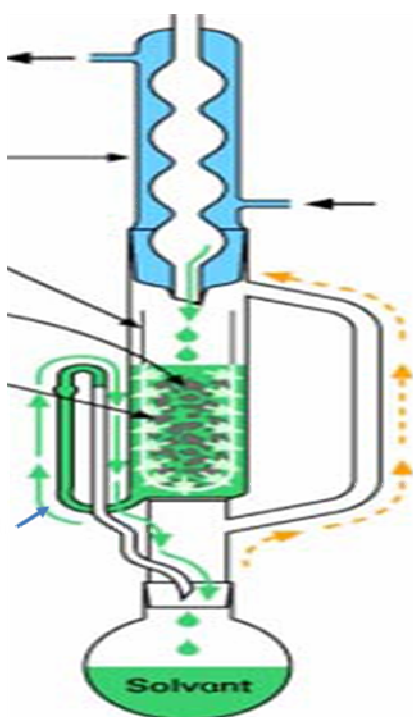


Fig. IV. 7: Schéma d'un extracteur de Soxhlet [SCE 04].

Les constituants extractibles de l'échantillon (cires, résines, corps gras, tannins, carbohydrates à faibles poids moléculaires libres...) sont tout d'abord extraites à l'aide de l'extracteur Soxhlet.

Les fibres préalablement broyées (10g matériau sec) à 500 μ m sont extraites par 400mL d'éthanol à 80% pendant 2 heures afin d'éliminer les graisses et les cires.

Le matériau dégraissé est alors extrait par de l'eau à 100°C (400ml, 2 heures) des fractions soluble dans l'eau comme les sucres libres [BAR 09, MOU 08, SED 07].

Enfin, on procède un séchage pendant 12 heures à 105°C. La perte en masse détermine les taux des extractibles. Le matériau dégraissé est alors extrait deux fois par de l'eau à 100°C (200ml, 10 min), puis par une solution aqueuse d'oxalate d'ammonium à 1% en masse chauffée à reflux à 85°C (300ml, 2h) pour l'élimination des pectines. Les lignines sont ensuite extraites par deux extractions dans un mélange de (400mL) de chlorite de sodium et d'acide acétique glacial (80°C, 1h), sous agitation. La lignine est totalement dégradée par ce traitement, Les hémicelluloses sont solubilisées par une solution de potasse à 25% en masse à 25°C (400ml, 4h),

puis par une solution de soude à 4,3% massique à 25°C (400ml, 4h), sous agitation.

Après extraction à la soude, le résidu cellulosique obtenu est estimé comme suit :

% cellulose = 100% - X% (cire+graisses+pectines+lignines+hémicelluloses) [BAR 09 SED 07]

IV. 6. 2. Caractérisations mécaniques

Les deux types d'essai mécaniques (traction et flexion 3 points) sont effectués à l'aide d'une machine universelle ZWICK /ROELL. Le banc d'essai est équipé de mors auto serrant et d'une cellule de force ayant une capacité de 5kN. Son pilotage se fait par le logiciel TESTEXPERT qui permet à la fois de consigner les paramètres d'essais, d'acquérir et de traiter les données.

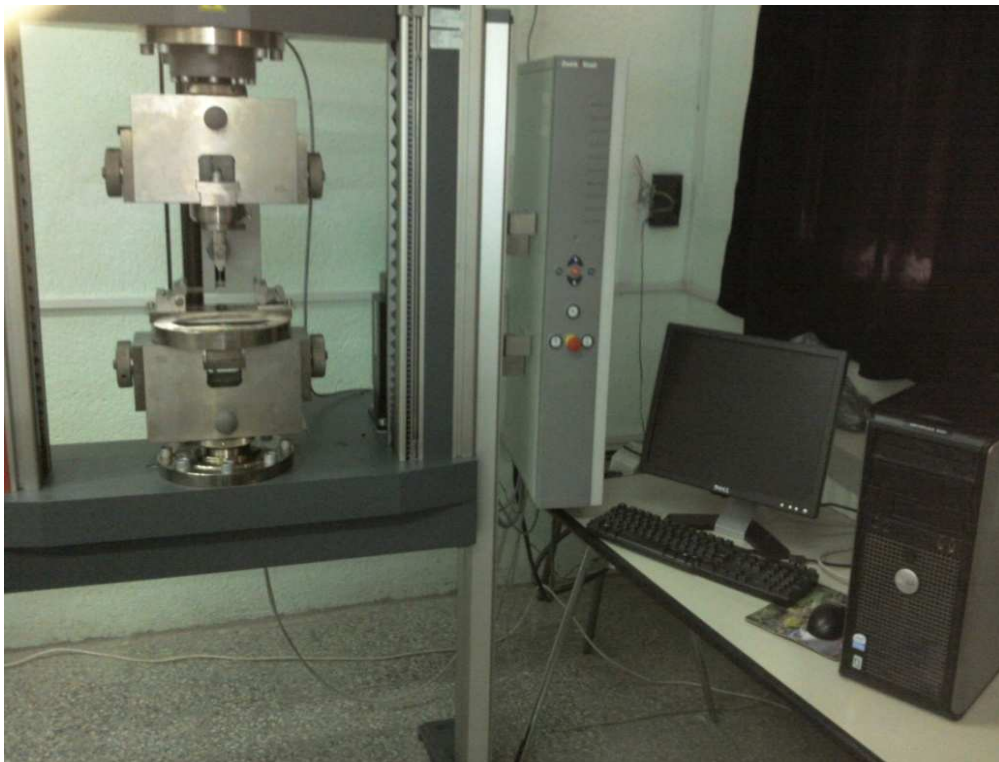


Fig. IV.8 : Machine de traction.

IV.6.2.1. Essai de traction sur les fibres

Nous avons testé les fibres Diss brutes et traitées par la soude pour voir l'effet du traitement chimique sur le comportement mécanique. Lors de nos essais nous

avons constaté que la contrainte ultime présente une dispersion relativement importante, cela provient du fait que la rupture est liée à la présence de défauts préexistants. Pour l'étude du comportement à la traction des fibres nous nous sommes amenés à introduire la notion de distribution des contraintes à la rupture (statistique de Weibull).

IV. 6. 2. 1. 1. Analyse statistique

Les fibres reprennent presque la totalité de l'effort axial et, par conséquent, contrôlent la rupture du composite. Étant donné que ces dernières sont constituées de matériaux fragiles (Verre, Alfa, graphite, par exemple), la rupture s'initie habituellement à la racine d'une fissure ou d'un défaut.

La fibre peut être idéalisée par une chaîne dont les différents maillons partagent la même charge mais ont des résistances ultimes différentes.

Il y aura rupture de la chaîne ou de la fibre lorsque la contrainte axiale aura atteint la valeur de la contrainte ultime du lien le plus faible. Ce concept est souvent désigné par la Théorie du Lien Faible (TLF). De plus, la répartition et la taille des défauts, ou plutôt la résistance ultime d'un lien, suit une certaine distribution statistique. En effet, les défauts sont généralement introduits par des causes inconnues ou hors contrôle dont la somme des effets peut être modélisée par une distribution statistique [LEV 00].

IV. 6. 2. 1. 2. Analyse de Weibull

L'analyse semi-empirique de Weibull est souvent utilisée dans le cas d'un état de contrainte uniaxial et pour les matériaux fragiles. Elle consiste à relier la probabilité d'une population échantillons survivants à un essai de chargement.

On divise la fibre en N segments dans lesquels la contrainte est supposée uniforme est égale à σ_i . La probabilité pour qu'un segment soit rompue à la contrainte σ_i est $F(\sigma_i)$. $F(\sigma_i)$ est la fonction de densité de probabilité définie par :

$$F(\sigma_i) = \int_0^{\sigma_i} f(\sigma) d\sigma \quad (1)$$

Si σ_R est la résistance théorique à rupture du matériau :

$$F(\sigma_R) = \int_0^{\sigma_R} f(\sigma) d\sigma = 1 \quad (2)$$

La probabilité qu'un maillon ne soit pas rompu à la contrainte σ_i est égale à $(1 - F(\sigma_i))$ et la probabilité R, que toute la fibre ne soit pas rompue est donnée par :

$$R = \prod_{i=1}^N (1 - F(\sigma_i)) \quad (3)$$

Si l'on suppose que la contrainte dans la fibre est uniforme et égale à σ :

$$R = (1 - F(\sigma))^N \quad (4)$$

La probabilité pour que la fibre soit rompue est alors :

$$Pr(\sigma) = 1 - R = 1 - (1 - F(\sigma))^N \quad (5)$$

En utilisant l'approximation de poisson, $\lim_{n \rightarrow \infty} \left(1 - \frac{x}{n}\right)^n = \exp(-x)$ on obtient :

$$(1 - F(\sigma))^N = \exp(-NF(\sigma)) \quad (6)$$

Le nombre de maillons est supposé proportionnel à la longueur L de la fibre, ce qui permet d'écrire $NF(\sigma) = L\Phi(\sigma)$ où la fonction Φ reste à déterminer. Weibull a proposé pour cette fonction la forme empirique suivante :

$$\Phi(\sigma) = \frac{(\sigma - \sigma_u)^m}{\sigma_0}, \sigma > \sigma_u \quad (7)$$

$$\Phi(\sigma) = 0, \sigma \leq \sigma_u \quad (8)$$

Avec :

- σ_u : contrainte seuil en dessous de laquelle il n'y a pas de rupture possible.
- σ_0 : facteur d'échelle. C'est la contrainte pour laquelle la probabilité de rupture est de 0.63 pour un volume c'est une contrainte de normalisation sans signification scientifique.
- σ : la contrainte appliquée.
- m : paramètre rendant compte de la largeur de la distribution.

Ce paramètre caractérise la dispersion de la taille des défauts. Une valeur élevée du paramètre m indique que les défauts le long de la fibre ont une taille relativement similaire. Une faible valeur de m révèle que les défauts présents à la surface de la fibre ont des dimensions très diverses et donc entraînent la rupture pour des valeurs de contraintes très différentes. [BEN 09, ZIN 99]

Dans la pluparts des cas pratiques, le seuil de rupture est très faible et l'on peut considérer que $\sigma_u \approx 0$. La probabilité de rupture d'une fibre subissant une contrainte σ est alors donnée par :

$$\text{Pr}(\sigma) = 1 - \exp \left[-L \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (9)$$

Plusieurs méthodes pour déterminer les paramètres de Weibull m et σ_0 à partir des données expérimentales. Elles peuvent être réparties en deux catégories.

- Celles qui consistent à linéariser l'équation (9) appelées Linearized Methods.
- Celles basées sur l'ajustement des données expérimentales avec l'équation (9) appelée Non Linear Equation Methods [DAV 04].

➤ **Méthode graphique (Linear regression LR)**

La méthode graphique (LR) peut être dérivée à partir de l'équation (9)

$$\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-p_i} \right) \right) = m \ln(\sigma) - m \ln(\sigma_0) + \ln(L) \quad (10)$$

Le problème principal de la méthode réside dans l'estimation des valeurs de l'estimateur p_i de telle manière que les valeurs de m et σ_0 calculées soient les estimateurs impartiaux des valeurs réelles.

Généralement la valeur de p_i est estimée par une fonction connue sous le nom d'indice de probabilité (ou estimateurs). Quatre fonctions différentes des indices ont été prédites dans la littérature par de nombreux auteurs et sont données ci-dessous

$$P = \frac{i-0.5}{n} \quad (11.a)$$

$$P = \frac{i}{n+1} \quad (11.b)$$

$$P = \frac{i-0.3}{n+0.4} \quad (11.c)$$

$$P = \frac{i-3/8}{n+0.25} \quad (11.d)$$

Avec n : le nombre total d'échantillons testés

i : le numéro d'ordre de l'éprouvette

L'estimateur 1 (11.a), est la valeur moyenne de la fonction de densité empirique avant et après le saut au σ_i . L'estimateur 2 (11.b) est la valeur de rang moyenne. Les deux autres indices de probabilité (l'estimateur 3(11.c) et l'estimateur 4(11.d)) sont des approximations de la valeur de rang médiane [ZAF 07].

Pour tracer le diagramme de Weibull correspondant à une fibre, on effectue des essais de traction sur un lot d'éprouvette (en pratique, une vingtaine d'échantillons sont testés). Tous les échantillons ont la même longueur L.

Une fois les essais effectués, on classe par ordre croissant les contraintes de rupture obtenues. $\sigma_1 \leq \sigma_2 \leq \dots \leq \sigma_i \leq \sigma_{i+1} \leq \dots \leq \sigma_n$ (: n étant le nombre total d'échantillons testés). Ensuite, les valeurs de p_i sont calculées. Le module de Weibull et la contrainte caractéristique sont alors estimés par régression linéaire. La question qui se pose est l'utilisation de ces estimateurs est comment décentré le module de Weibull et la contrainte caractéristique prévu [BEN 09].

Bergman a étudié les propriétés statistiques des quatre estimateurs par une simulation de Monte Carlo et a prouvé que l'estimateur 1 était moins le décentré quand la dimension de l'échantillon était plus de 20. Il a également montré que les trois autres estimateurs donnent des évaluations conservatrices du module de Weibull (c.-à-d., des valeurs plus basses que la valeur réelle).

Zaf et al [ZAF 07] ont étudié les traitements de surface des fibres de lin. ils ont montré que l'estimateur 1 a rapporté la valeur la plus élevée pour m, alors que l'estimateur 2 rapportait le plus bas.

➤ .Méthode de maximum de vraisemblance

L'une des méthodes les plus importantes d'estimation des paramètres d'une fonction de densité de probabilité est la méthode de maximum de vraisemblance. Le principe de la méthode est de maximiser la fonction de la densité de probabilité pour une fonction de densité de probabilité $f(x, a, b)$, a et b sont des paramètres de distribution et x la variable. La fonction de probabilité est définie par :

$$LH(x_1, x_2, \dots, x_n; a, b) = \prod_{i=1}^n f(x_i, a, b) \quad (12)$$

L'idée est d'estimer, les paramètres a et b qui maximisent la fonction L . Il est plus commode de travailler avec le logarithme de la fonction.

Pour la fonction de densité de probabilité de Weibull (cas général) nous avons

$$\begin{aligned} \ln(LH(x_1, x_2, \dots, x_n; a, b)) &= \ln\left(\prod_{i=1}^n f(x_i, a, b)\right) = \\ &= \ln\left(\prod_{i=1}^n (abx_i^{b-1} e^{-ax_i^b})\right) \end{aligned} \quad (13)$$

L'analyse algébrique de l'équation (12) permet d'écrire:

$$\begin{aligned} \ln(LH(x_1, x_2, \dots, x_n; a, b)) &= n\ln(a) + n\ln(b) + \sum_{i=1}^n (b - \\ &1)\ln(x_i) - \sum_{i=1}^n ax_i^b \end{aligned} \quad (14)$$

Après la différenciation de LH on obtient :

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial b} LH &= \frac{n}{b} + \sum_{i=1}^n \ln(x_i) - \sum_{i=1}^n ab\ln(x_i)x_i^b \\ \frac{\partial}{\partial b} LH &= \frac{n}{b} - \sum_{i=1}^n x_i^b \end{aligned} \quad (15)$$

Les maxima de LH sont obtenus lorsque (A.14) et (A.15) soient nulles donc (a, b sont des maximum). Il s'ensuit qu'on peut dériver les équations suivantes:

$$\frac{n}{b} + \sum_{i=1}^n \ln(x_i) - \frac{n \sum_{i=1}^n \ln(x_i)x_i^b}{\sum_{i=1}^n x_i^b} = 0 \quad (16)$$

$$a = \frac{n}{\sum_{i=1}^n x_i^b} \quad (17)$$

Après résolution de l'équation (16) par des méthodes numériques et la substitution dans l'équation (17) le deuxième paramètre a est obtenu [AKD 09, ZAF 07].

IV.6.2.1.3. Weibull bimodal

Parfois la fonction de répartition uni-modale ne s'adapte pas bien avec les données expérimentales. Ceci est synonyme de l'existence de plus d'un type de défauts. Par conséquent, la fonction de répartition multimodale est impérative pour pouvoir confirmer l'existence de plus d'une population de défauts. La fonction de répartition bimodale cumulative de Weibull basée sur la présence de deux sortes de défaut est décrite comme suit: [DAN 07]

$$F(s) = 1 - \left(p \exp \left[- \left(\frac{s}{s_{01}} \right)^{m_1} \right] + q \exp \left[\left(\frac{s}{s_{02}} \right)^{m_2} \right] \right) \quad (18)$$

$$p + q = 1 \quad (19)$$

p et q sont des parties de populations à faible et haute effectif respectivement m_1 , m_2 ,

s_{01} , s_{02} sont les facteurs de forme et d'échelle pour les parties de population à faible et haute effectif respectivement.

La fonction de densité de probabilité de la distribution de Weibull peut être obtenue en différenciant la fonction cumulative de répartition. Généralement, la partie à faible effectif est produite par des défauts provoqués par les dommages extérieurs pendant la manipulation et la partie de haute résistance est dû aux défauts internes [JUN 93].

Dans cette optique nous avons testé huit lots de fibres brutes (de Lu différentes). Chaque lot comporte 50 éprouvettes ($n = 50$). La longueur utile prédestinée aux fibres traitées (6 temps de traitements), sera celle des fibres brutes du lot ayant la moindre dispersion. L'approche de Wiebull est basée sur l'assimilation de la fibre à une chaîne constituée de n maillons. La rupture de la fibre intervient quand le maillon le plus faible se rompt.

Généralement, pour les matériaux fragiles, l'estimateur le plus adéquat est :

$$p_i = \frac{i - 1/2}{N}$$

i : le numéro d'ordre de l'éprouvette

Vu la nature fragile du comportement des fibres végétales, c'est l'estimateur adopté dans notre étude

Le module de Weibull m est déterminé graphiquement par l'équation linéarisée (2), m est la pente de la courbe. De même, on peut déterminer les facteurs de forme et d'échelle.

De même nous avons utilisé un logiciel Weibull 7 pour la détermination des modules et la comparaison entre les différentes hypothèses liées à la nature des résultats expérimentaux obtenus.

IV. 6. 2. 1. 4 Mesure de la section de fibre Diss

La fibre de Diss se présente sous forme d'une feuille enroulée et prend une forme parfois elliptique. La section de la fibre n'a pas une forme géométrique régulière. Ceci rend difficile la détermination de la surface rompue. Pour cette raison, on a utilisé un logiciel de traitement d'image (**Image j**).

Après l'essai de traction, la mesure de la section de la fibre rompue se déroule comme suit:

1. Prise de photos de la zone rompue par un microscope optique **Axiovert 40 MAT** au niveau du laboratoire de physique et de mécanique des matériaux métalliques (IOMP – UFA SETIF). Ce dernier permet d'obtenir des observations détaillées de la microstructure allant jusqu'à un grossissement de 1000x. Il est muni d'une caméra CCD, travaille par réflexion est relié à un micro-ordinateur, ce qui permet d'enregistrer les images observées. Dans notre cas, ont été observées et photographiées. Par un grossissement de 10x.
2. Les photos des fibres prises sont un peu flou (**Fig. IV.9**). Pour les rendre plus nettes, on a utilisé le logiciel Photoshop. (**Fig. IV. 7. (b)**);
3. Mesure de la superficie par un logiciel de traitement d'image;
4. Conversion de la grandeur de la surface de la fibre du pixel en mm^2

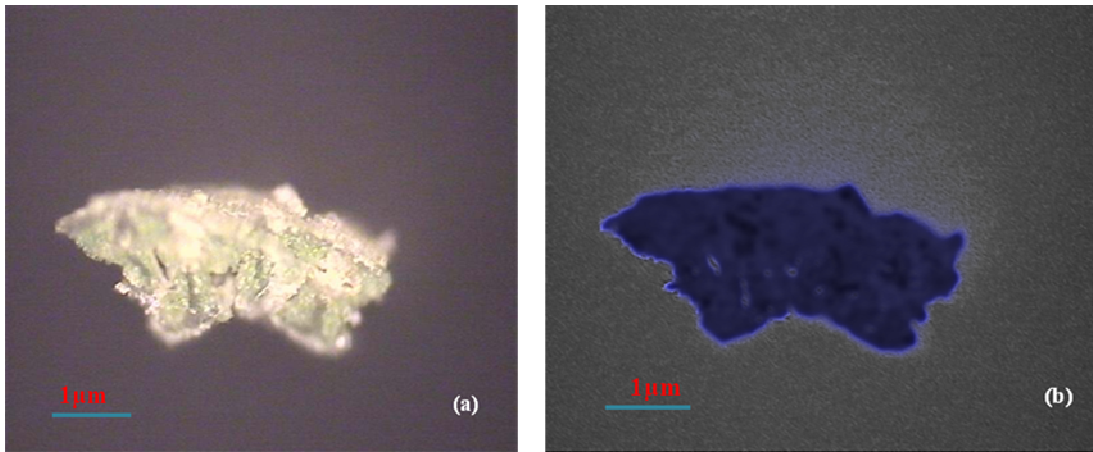


Fig. IV.9. : Section de la fibre rompue (a) prise par microscope optique Axiovert 40 MAT, (b) photo de la section traitée par logiciel Photoshop

❖ Logiciel Image J

L'Image J est un logiciel libre de traitement d'images écrit en Java par le National Institute Of Health (NIH). Une fois le programme Image J est lancé, une barre de menus flottante et de sous-menus est à la disposition. Il permet de travailler sur des fichiers existants ou de créer des fichiers image, animation ou texte.

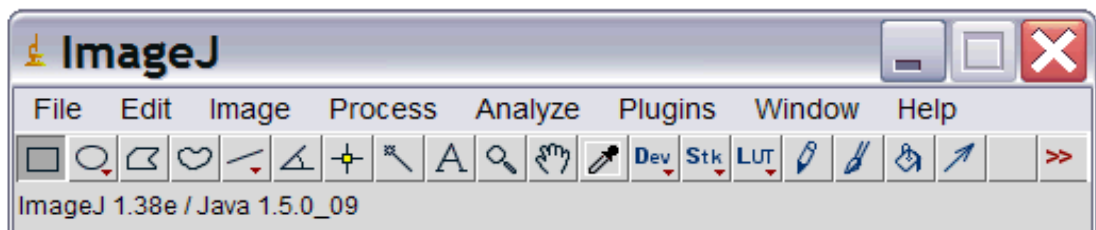


Fig. IV. 10. : Barre des menus flottante d'Image J.

La plupart des opérations courantes de traitement d'images sont réalisables avec Image J ;, Ce logiciel permet aussi, de mesurer diverses grandeurs (distances,

IV.6.3. Caractérisation physiques

IV.6.3.1. Mesure de La densité par la méthode du Pycnomètre

Sur une balance adaptée, on a réalisé les trois pesées suivantes :

- Pycnomètre rempli d'eau jusqu'au trait de jauge et l'échantillon à coté. (M_1)
- Pycnomètre contenant le Diss et rempli d'eau jusqu'au trait de jauge. (M_2)
- Pycnomètre rempli d'eau jusqu'au trait de jauge. (M_0)

La masse de Diss s'obtient par la différence entre M_1 et M_2

$$M_s = M_1 - M_2$$

La masse d'eau occupant le même volume s'exprime par :

$$M_1 = M_1 - M_2$$

L'expression de la densité du solide est donc donnée par :

$$d = \frac{M_s}{M_t}$$

IV.6.3.2. Densité apparente (méthode d'Arthur)

Pour la mesure de la densité apparente de Diss nous avons utilisée la méthode d'Arthur.

Après avoir pesé les échantillons à l'air, ces derniers sont placés dans un dessiccateur contenant du xylène. Une pompe aspire l'air du dessiccateur pendant 30min. Cette opération permet de dégager l'air contenu dans les pores des échantillons.

Les échantillons ensuite sont plongés dans le xylène, puis le vide est cassé facilitant ainsi le remplissage de la porosité par le xylène. Après un temps de maintien (10min). Les échantillons sont retirés et essuyés de telle sorte à ne pas extraire le xylène des pores. Les échantillons imbibés de xylène sont pesés à nouveau dans l'air puis dans l'eau distillé.

La densité est exprimée par :

$$d(g/cm^3) = \frac{m_a}{m_{xa} - m_{xe}} d_e$$

m_a : masse de l'échantillon dans l'air.

m_{xa} : masse de l'échantillon imprégné de xylène dans l'air.

m_{xe} : masse de l'échantillon imprégné de xylène dans l'eau.

d_e : densité de l'eau (0.997g/cm³ à 25°C).

IV. 6. 3. 3. Porosité ouverte

La porosité ouverte est déterminée aussi à partir de la méthode d'Arthur, selon la formule suivante :

$$P_o(\%) = 100 \left(\frac{m_{xa} - m_a}{m_{xe} - m_{xe}} \frac{d_e}{d_x} \right)$$

d_x : densité du xylène (0.880g/cm³)

IV. 6. 3. 4. Perte en masse

La perte en masse correspond à la différence relative de masse avant et après le traitement .elle est donné par la relation :

$$\Delta mr(\%) = \frac{m_0 - m}{m_0} \times 100$$

m_0 : masse de l'échantillon séché à l'air libre (en g).

m : masse de l'échantillon après chaque temps de traitement chimique (en g).

IV. 6. 4. Caractérisations structurales

IV. 6. 4. 1. Spectroscopie Infrarouge

La spectroscopie I.R. est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement I.R. excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. La comparaison entre rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon suffit alors à déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon.

Les mesures de spectroscopie infrarouge (I.R) sont réalisées sur un spectromètre à transformée de Fourier ((Slima DZU) assisté par un micro ordinateur.

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles. Il s'agit d'un mélange d'une petite quantité (~5% en masse) de fibres préalablement broyée (traitées, bouillies ou brutes) à 95% en masse de bromure de potassium (KBR). La plage de balayage est comprise entre 400 et 4000 cm^{-1} avec une résolution de 2cm^{-1} .

IV.6.4.2. Diffraction des rayons X

L'évolution de la structure cristalline (taux de cristallinité) en fonction du temps de traitement chimique est étudiée par diffraction des rayons X. Les essais sont effectués sur des échantillons broyés mécaniquement une première fois à l'aide d'un moulin électrique, et puis broyées manuellement à sec dans un mortier en céramique et tamisés jusqu'à une taille inférieure à 125 μm . La diffraction a été réalisée par un diffractomètre de type Bruker D8. La vitesse de balayage est de 0.2s/pas. L'angle de diffraction est pris entre 5 et 75°. Le faisceau incident monochromatique est centré sur la raie $K\alpha_1$ du cuivre ($\lambda = 1,5418\text{\AA}$).

IV.7. Caractérisation mécanique des échantillons élaborés

IV. 7. 1. Temps de début et de fin de prise

La détermination du temps de début et de fin de prise est faite avec l'appareil de Vicat. Cet appareil est composé d'une partie mobile, pesant 300 g, équipée d'une aiguille de 1 mm et d'un support fixe (norme NF EN 196-3).

IV. 7. 2. Caractérisation mécanique en flexion 3points

Des essais de flexion 3 points sont effectués sur des éprouvettes prismatiques de dimension 45x20x150 mm^3 . Elles sont préparées suivant le protocole donné précédemment. Les essais de flexion sont entrepris à 90, 28 et 7 jours après le gâchage avec une vitesse de déplacement de traverse de 0.1mm/min. Les valeurs de la force et de déplacement de la traverse mobile sont enregistrées simultanément.

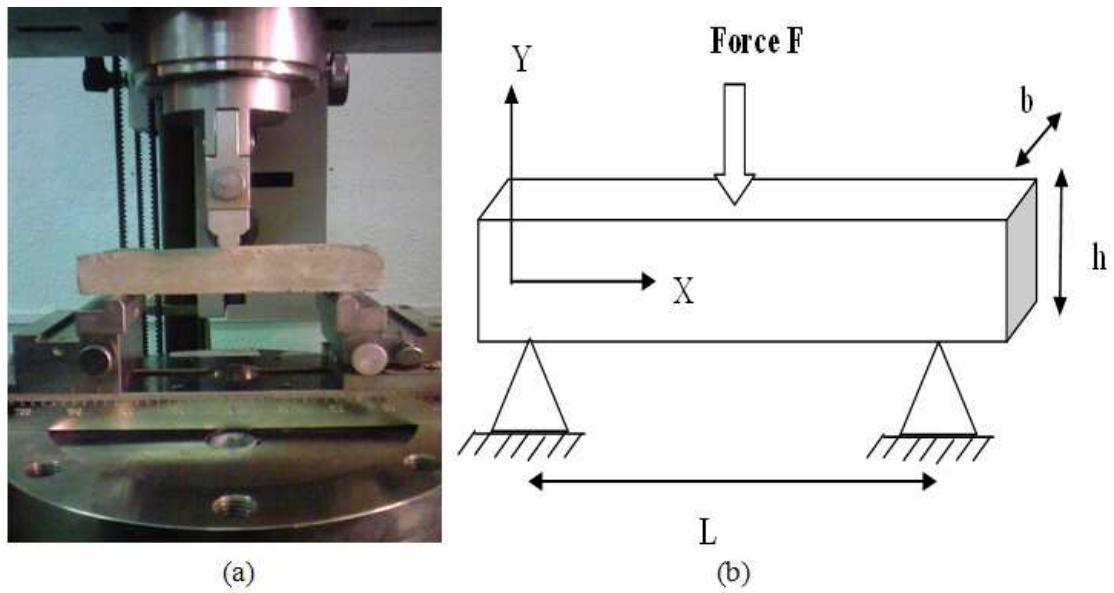


Fig. IV. 11 :(a) Montage de flexion 3 points (b) Schéma de l'éprouvette de flexion

La contrainte de flexion est donnée par la formule suivante.

$$\sigma_{xx} = \frac{3 Fl}{2 bh^2}$$

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.

V.1. Introduction

De divers types de traitements permettent la modification de nombreuses caractéristiques des fibres végétales. Ces traitements améliorent la mouillabilité de la fibre avec la matrice et créent un lien fort à l'interface fibre-matrice. Une bonne adhérence à l'interface contribue à son tour, à l'amélioration du transfert de charges entre les fibres et la matrice et par conséquent de meilleures propriétés mécaniques sont accrues. Plusieurs techniques de modification de surface des fibres naturelles ont fait l'objet de nombreuses citations dans la bibliographie [FAU 06, MOH 00-BLE 96].

La technique la plus utilisée est le traitement d'alcalinisation [FAU 06-KAA 05]. Le processus d'alcalinisation affecte les fibres naturelles et apporte une nette performance vis à vis de la qualité de l'adhérence fibre-matrice. Ce traitement augmente la surface de contact fibre/résine. Certains auteurs préconisent que cette amélioration est due à l'élimination des composés non cellulose (couches cuticule cireuse, huile et impuretés) de la surface. Ainsi, il conduit à une amélioration de la liaison inter faciale entre la fibre et la matrice [FAU 06-KAA 05]

Le traitement alcalin est souvent pratiqué pour extraire la lignine résiduelle, l'hémicellulose, et à éliminer les impuretés naturelles et artificielles. Il permet aussi de promouvoir la fibrillation des faisceaux [KHA 05]. La concentration de l'alcali, la température et le temps de traitement des fibres sont des paramètres qui entrent en jeu lors du processus de traitement. L'optimisation de ces paramètres contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques du matériau composite [BLE 99].

En revanche, le traitement alcalin peut avoir un effet néfaste sur les fibres végétales. Par conséquent Il y a des risques d'endommagement des fibres une fois que ces conditions de traitement ne sont pas optimales

Les résultats expérimentaux obtenus des différents tests effectués, seront présentés et interprétés dans ce dernier chapitre. Dans ce qui suit; nous allons présenter l'évolution des caractéristiques mécaniques, chimiques, physiques ainsi que les caractérisations structurales par IRTF, DRX, des renforts (fibres végétales de Diss)

Les caractéristiques mécaniques de composite (Ciment/Diss) sont également présentées et discutées.

V. 2. Caractérisations des fibres végétales de Diss

V. 2. 1. Composition chimique de la fibre de Diss

Le tableau V.1 rassemble les résultats des analyses pour la détermination de composition de la fibre de Diss.

Constituant de la fibre de Diss	%	
Matières sèches	91.8	
Matières minérales	11.4	
Matières organiques	80.3	
Composition de la matière organique	Constituants extractibles (cire, graisse)	12.10
	pectine	11.85
	lignine	16.80
	Hémicellulose	15.15
	Cellulose	44.10

Tab V.1 : Composition chimique de la fibre de Diss.

❖ *Teneur en matière sèche.*

La teneur en matière sèche dans la plupart des végétaux varie en fonction de l'humidité relative. A Sétif, le taux d'humidité moyen est de l'ordre de 70 à 94%. Dans le cas de notre fibre de Diss, les analyses effectuées montrent que la teneur en matière sèche varie de 89% à 92.6 %. Cette dernière présente une moyenne de l'ordre de 91,8 %.

❖ *Teneur en matière minérale.*

De même, nous avons déterminé le taux de la matière minérale. Celle ci représente en moyenne 11,4 % de la matière sèche.

Par conséquent, on constate que la fibre de Diss est relativement riche en matière minérale par rapport à la fibre d'Alfa. Cette dernière contient 4.3 % [MUO 08].

Néto et al [NET 96] rapportent que pour les fibres kénaf, les teneurs en matière minérale sont de l'ordre de 8,3 % de la matière sèche. Cette teneur reste sensiblement inférieure à celle de la fibre de Diss.

❖ *Teneur en cellulose hémicellulose et lignine*

Le taux de cellulose dans les fibres de Diss est de l'ordre de 44.10%, alors que pour les fibres d'Alfa récoltées de la région de Batna contiennent environ 38 % [MOU 08]

La teneur en Hémicellulose dans la fibre de Diss est relativement faible (15.15%) par rapport à celle de l'Alfa. Cette dernière contient 33.5% d'Hémicellulose, alors que les fibres de chanvres n'en renferment que 10 % [MOU 08, SED 07]. La teneur en lignine et en pectine sont de l'ordre de 16.80 et 11.85 respectivement. Le taux de ces constituants dans les fibres végétales est lié à la nature du matériau étudiée, à son origine géographique, et à sa date de récolte.

V. 2. 2. Caractérisation physique

V. 2. 2. 1. Densité apparente

La densité (**d**) est une l'une des propriétés les plus intéressantes pour l'élaboration des composites.

Les fibres végétales sont caractérisées par leur faible densité par rapport aux fibres de verre. Elle est de l'ordre de 2.54 [DAV 06].

En utilisant la méthode d'Arthur, les résultats obtenus de la densité apparente, et de la porosité ouverte des fibres sont mentionnées dans le tableau V. 2.

Densité par la méthode d'Arthur.	Porosité ouverte (%)	Densité par méthode de Pycnomètre
0.74±0.09	49,06	0.85±0.1

Tab V.2 : Densité, porosité ouverte de renfort.

On observe que la densité des fibres de Diss est de l'ordre de 0.74 (méthode d'Arthur) et 0,85 (méthode de pycnomètre). Elle est inférieure à celles des autres fibres végétales. A titre indicatif, la densité des fibres de lin est $d=1.53$, pour le sisal, elle est de l'ordre de 1,33 [BAL 06]. La diminution de la densité est attribuée à l'existence des pores dans la structure des fibres végétales. Il est à noter que les écarts sont beaucoup plus significatifs dans le cas de la méthode de pycnomètre par rapport à la méthode d'Arthur.

V. 2. 2. 2. Perte en masse

De nombreuses études ont porté sur l'influence du traitement alcalin et en particulier du traitement à la soude sur les fibres naturelles [GOD 06, SRE 03].

Ces traitements alcalins provoquent un rangement de la fibre végétale donc une perte de masse plus marquée. Cette perte est d'autant plus importante que le temps de traitement est prolongé ou la concentration de la solution de traitement et plus élevée.

Ainsi, le traitement alcalin influe directement sur les fibrilles et le degré de polymérisation de la cellulose. Il favorise aussi l'extraction de la lignine et l'hémicellulose.

Les changements de la morphologie de fibres Alfa lors du traitement alcalin sont très notables. Le changement de la rugosité est très net. La surface de la fibre traitée est relativement moins rugueuse. Cette disparité est due au rangement de la lignine et de la cire par la soude caustique. On constate le changement de la couleur de la fibre traitée. Elle a tendance à devenir jaunâtre avec la prolongation du temps de traitement. Une différence significative dans la morphologie de la fibre traitée est observée quand la concentration alcaline et/ou la période du traitement changent. Cette différence est due à la dissolution d'une majeure partie des composants de cimentation comme l'hémicellulose et la lignine. Le processus de fibrillation lui aussi débute dans les fibres traitées et il est probablement dû à la lixiviation des substances cireuses. Tous ces changements de morphologie ont pour conséquence l'enregistrement d'une certaine perte en masse des fibres de Diss après le traitement alcalin. Certains auteurs [BLE 99, BESS 07 et KAD 06] rapportent que le traitement chimique réduit le rayon de la fibre par l'élimination partielle des cires, des impuretés et les substances qui assurent la cohésion des microfibrilles de cellulose.

La Figure V.1 présente l'évolution de la perte en masse des fibres de Diss en relation avec le temps de traitement pour une concentration de 5%. Cette perte est attribuée à la dissolution des hémicelluloses (Glucides, polysaccharides), et les substances solubles dans l'eau.

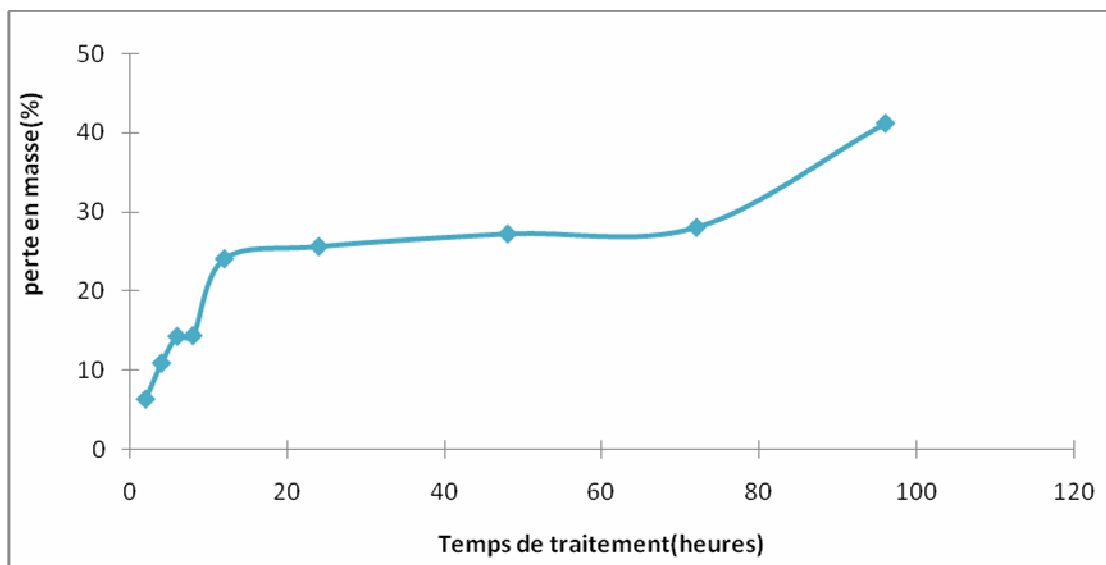


Fig. V.1 : Effet du temps de traitement (5% NaOH) des fibres sur la perte en masse

On constate que la perte en masse débute au cours des deux premières heures du traitement. Elle atteint 6.3 % de la masse initiale. Cette perte croît en fonction du temps de traitement. Au cours de 24 heures de traitement ; elle atteint 25,6 %. On remarque qu'au delà de ce point la vitesse de dissolution devient de plus en plus lente. Après un séjour de 96 heures, la perte en masse devient importante. Ceci correspond à la détérioration totale de l'hémicellulose, de la pectine et de la lignine qui occupent environ 43.81% des constituants de la fibre de Diss.

V. 2. 3. Caractérisation micro structurale

V. 2. 3. 1. Spectroscopie infrarouge

Des essais de spectroscopie infrarouge sont réalisés pour étudier l'influence du traitement alcalin sur la microstructure des fibres de Diss. Le spectre infra rouge de fibres de Diss vierges et traitées est donné en figure V.2.

On observe une large bande à 3450 cm^{-1} . Cette bande est due principalement aux groupements OH caractéristiques des polysaccharides. Les bandes 2900 cm^{-1} et 2875 cm^{-1} correspondent successivement aux polysaccharides et aux graisses. Des groupements carbonyle C=O (1750 cm^{-1}) traduisent l'existence des hémicelluloses. On note aussi la présence d'une bande à 1650 cm^{-1} . Cette dernière correspond à l'eau absorbée. La bande 1425 cm^{-1} est signe de l'existence des pectines, de lignine et de l'Hémicellulose.

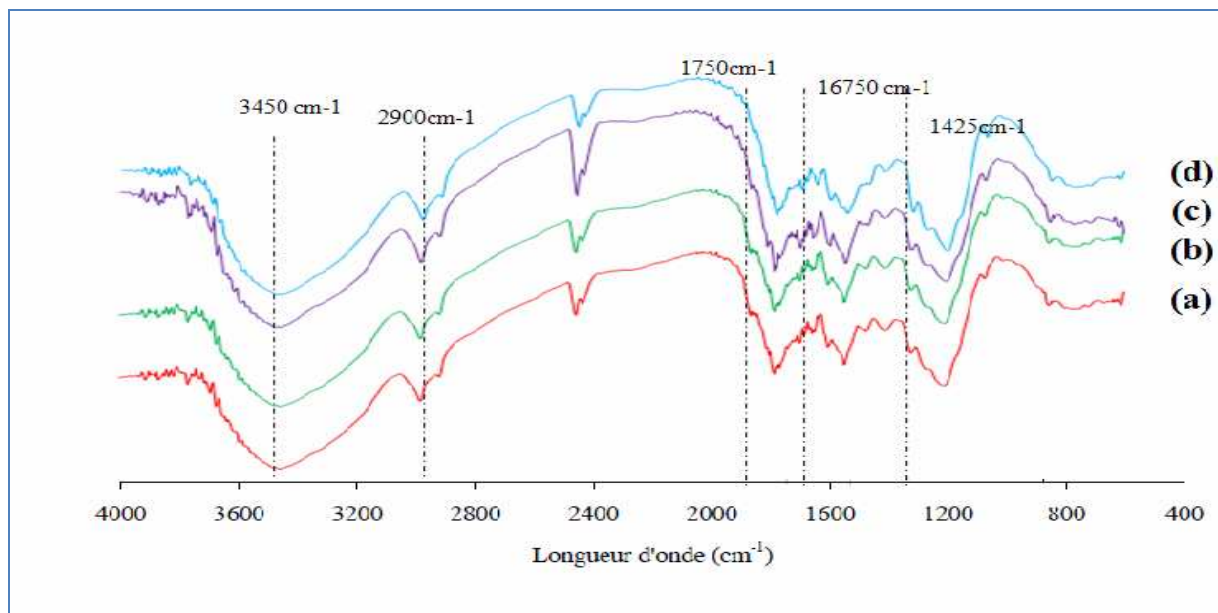


Fig. V.2 : Comparaison de spectre IR entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} en fonction des traitements chimiques employés. (a) fibre brute, (b), (c), (d) fibres traitées par NaOH pendant 2, 8, et 24 heures.

Dans le tableau (V.3), nous avons rassemblé les fonctions fréquemment rencontrées dans les polysaccharides [GRO 89].

3125-3600	Liaison O-H	Polysaccharides
2885	C-H (élongation symétrique)	Polysaccharides
2850	CH ₂ (élongation symétrique)	Graisses
1730-1760	Groupe ester C=O (élongation symétrique)	Xylanes (hémicelluloses)
1630-1670	H ₂ O absorbée	Eau
1505	C=C cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines
1425	Déformation dans le plan de groupes C- H et Vibration aromatique	Pectine, lignine, hémicellulose, pectates de calcium
1375	Déformation dans le plan de groupe CH ₂	Polysaccharides
1335	C -O cycle aliphatique	Cellulose
1240	Déformation des groupes acétyles (xylanes)	Lignine
1162	C-O-C (élongation antisymétrique)	Cellulose, hémicelluloses
895	Vibration des liaisons glycosidiques	Polysaccharides
670	C -OH de déformation	Cellulose

Tab. V. 3 : Principales bandes d'absorption infrarouge du bois et dérivés cellulosiques

➤ Effet de traitements chimiques par la soude

L'un des principaux effets des traitements alcalins, est la réduction de l'intensité du signal des groupements carbonyles C=O (1750cm^{-1}) (**Fig. V. 3**) caractéristique des hémicelluloses ces résultats est comparable avec celle de D. Sedan et D. Himmelsbach [HIM 02; SEDA07].

Une explication est une hydrolyse partielle des Hémicellulose en milieu alcalin caractérisée par la rupture des liaisons C–O–C entre deux monomères, (**Fig V.4**) ce qui augmenterait alors dans la solution la concentration en oligosaccharides de poids moléculaires inférieurs et libérerait des sucres simples sous leur forme acide.

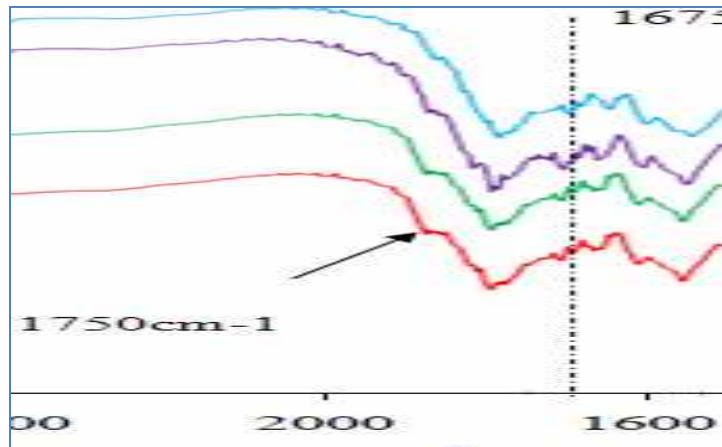


Fig. V. 3 : Comparaison de spectres IR à 1750cm en fonction des traitements chimiques employés. Fibre brute fibres traités par NaOH pendant 2,8, et, 24heures

La surface des fibres brutes est recouverte par les graisses, les Cires ou encore des polysaccharides tels que les lignines, hémicelluloses ou pectines .Les fibres ayant subi le traitement à la soude ne comportent plus ces « sucres de surface ». L'alcalinité du milieu « nettoie » les fibres en surface en dégradant leurs constituants amorphes [SEDA07].

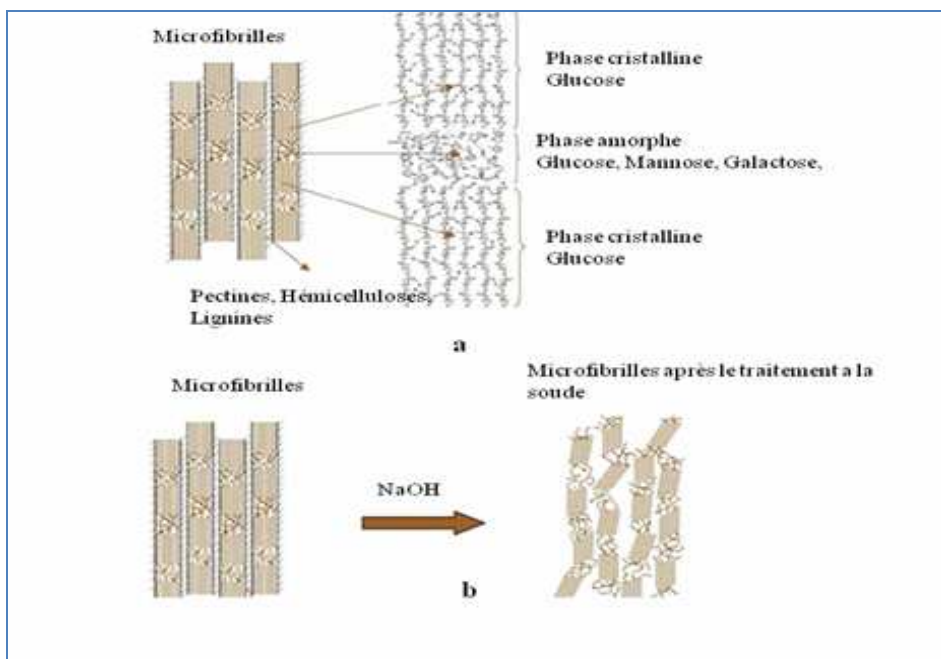


Fig. V. 4: a) Constitution des microfibrilles b) changements structuraux par traitement Alcalin

V. 2. 3. 2. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X permet d'étudier la structure cristalline des fibres. Dans le domaine des végétaux, les études ont été menées principalement sur le jute, le chanvre, le lin ou encore le sisal [ZAF 07].

La cellulose existe sous plusieurs états polymorphiques, le plus connu étant la cellulose I encore appelée cellulose native, constituant la partie cristalline de la cellulose [SED 07].

La figure présente le spectrogramme de fibre de Diss brute .Il présente un pic cristallin pour un angle $2\theta = 22.7^\circ$, qui correspond au plan cristallographique (002) de la cellulose I. l'autre pic à $2\theta = 15.2^\circ$ correspond au plan cristallographique (110). [SAH 10]

➤ Méthode de Ségal

De nombreuses études citent la méthode de Ségal afin d'estimer l'indice de cristallinité des fibres naturelles. Cet indice, I_c , est déterminé d'après l'équation (1) en utilisant les intensités des raies 002 ($I(002)$, $2\theta = 22,7^\circ$), et 110 ($I(AM)$, $2\theta = 18^\circ$) (Fig. V.11). $I(002)$ représente à la fois le matériau amorphe et cristallin alors que $I(AM)$ représente seulement la partie amorphe.

Cette méthode suppose que la contribution de la partie amorphe soit la même à 18° qu'à $22,7^\circ$.

$$I_c = \frac{I_{002} - I_{AM}}{I_{002}} \times 100 \quad (1)$$

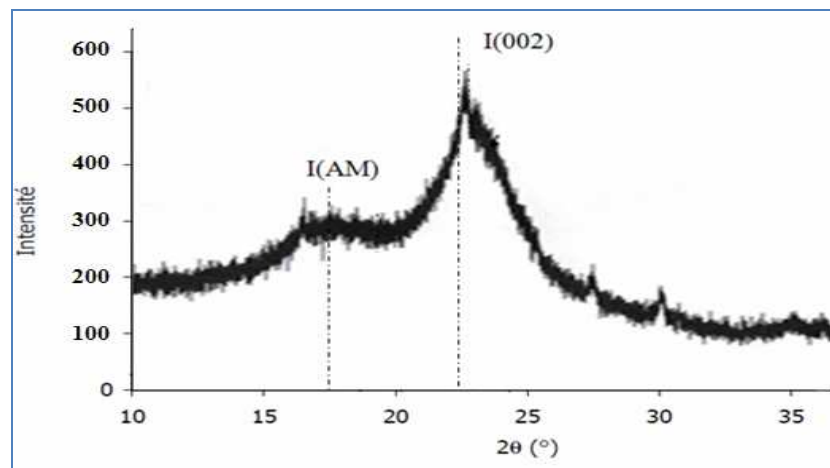


Fig. V.5 : Spectrogramme d'une fibre de Diss brute entre 10 et 35° .

$I(AM)$ correspond à l'intensité diffractée à $2\theta = 18^\circ$; $I(002)$ est l'intensité diffractée à $2\theta = 22,7^\circ$. L'indice de cristallinité des fibres de Diss brutes est de l'ordre de 37.5%. Il est plus

élevé que celui des fibres végétales d'Alfa qui est de l'ordre de 25% [MOU 08]. Cela provient de la présence des quantités moins élevées de composants amorphes dans les fibres de Diss (15.15% d'hémicellulose) par rapport des fibres d'Alfa (33.5% d'hémicellulose).

➤ **Effet de traitement chimique par la soude**

Les différents spectrogrammes des fibres traitées par la soude pendant 2, 6, 8 et 24H sont présentés par la figure V. 6. Pour tous les traitements, on observe la présence d'un pic principale entre $2\theta=20^\circ$ et 25° . Ce dernier correspond au plan cristallographique (002). Un second pic se situe à $2\theta=15^\circ$. Il correspond au plan cristallographique (110). Ce résultat est en concordance avec [MOH 08].

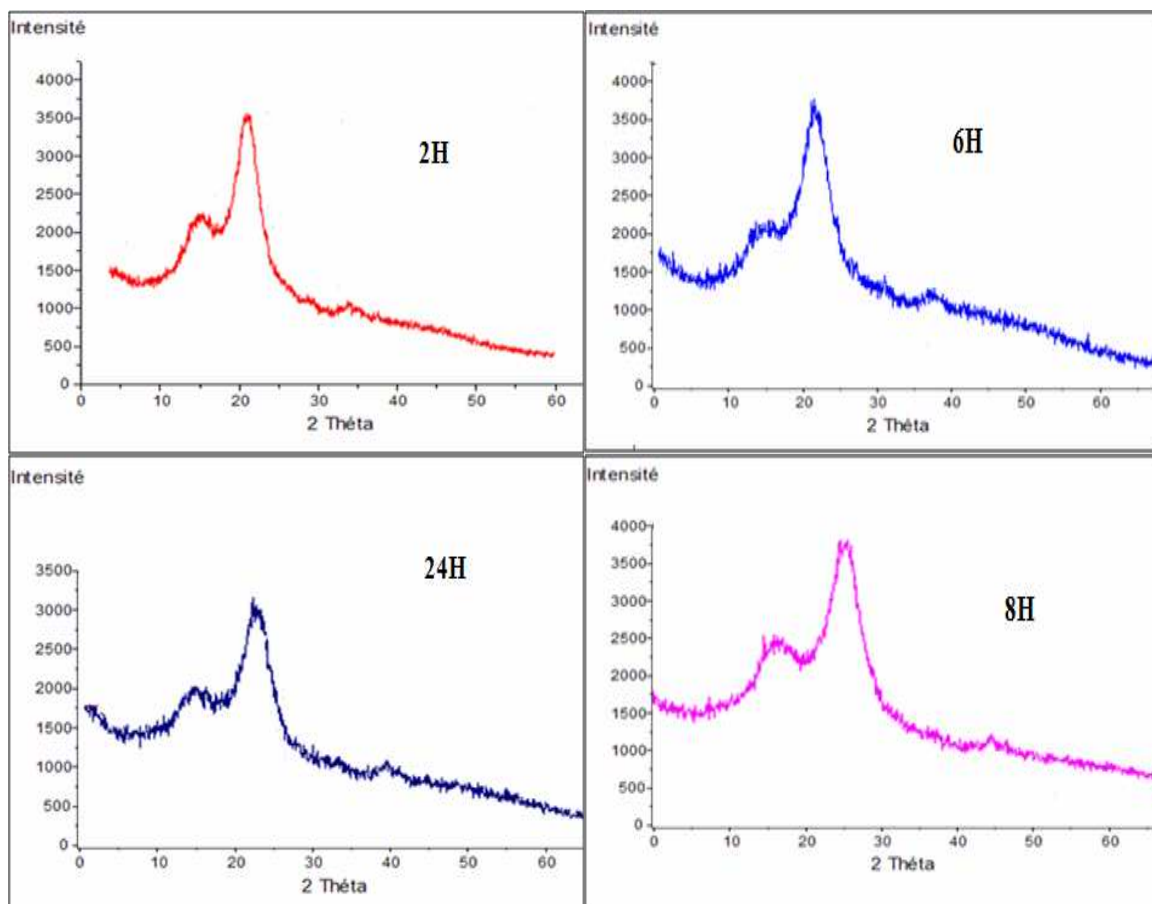


Fig. V.6 : variation du taux de cristallinité en fonction du temps de traitement

La figure V.7 présente la variation du taux de cristallinité en fonction du temps de traitement. On observe que le taux de la phase cristalline augmente avec le temps de traitement de la soude jusqu'à 6H.

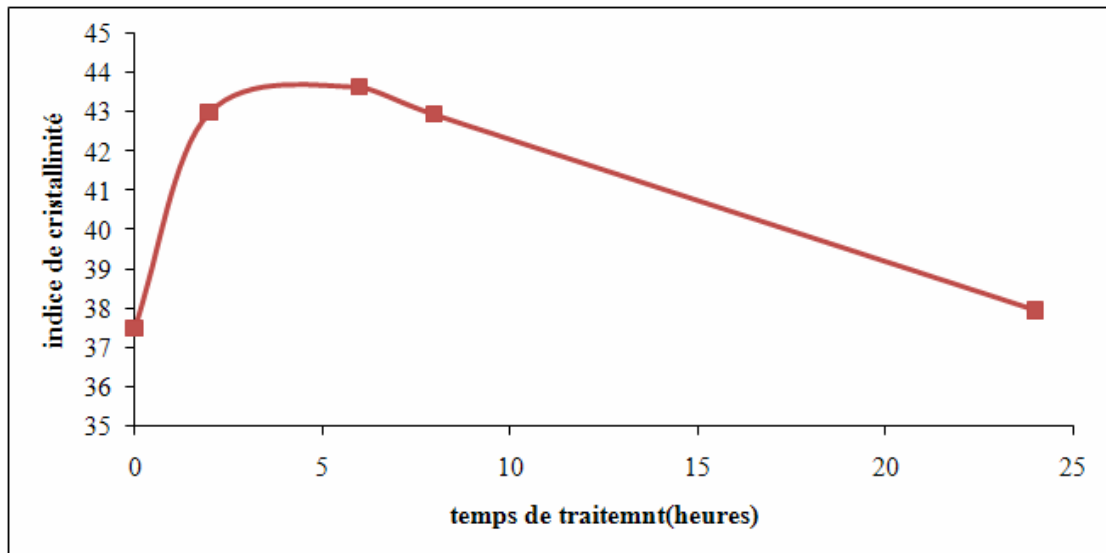


Fig. V. 7 : Variation du taux de cristallinité en fonction du temps de traitement (NaOH5%)

Le traitement alcalin à pH élevé, permet de réduire la quantité de substances amorphes présentes dans les fibres (solubilisation des hémicelluloses, graisses cires). Cette réduction va en faveur de l'augmentation du taux de cristallinité.

Après 6H nous distinguons une diminution de l'indice de cristallinité. Cela provient de la transformation de la cellulose I en cellulose II amorphe. D'après la littérature, de plus fortes concentrations en soude réduisent ainsi la cristallinité des fibres [BUS 06]. Plusieurs hypothèses permettent d'expliquer l'effet de la soude [GOV 04] :

- Le traitement alcalin hydrolyse les parties amorphes de la cellulose présentés dans les fibres, et augmente ainsi la quantité de cellulose cristalline.
- Le milieu alcalin dépolymérise la cellulose. La cellulose résiduelle est alors constituée de chaînes plus courtes. Ces dernières, plus mobiles, se réarrangent plus facilement

V. 2. 4. Caractérisations mécaniques des fibres de Diss

Dans un matériau composite, les fibres supportent presque la totalité de l'effort axial. Par conséquent, elles contribuent essentiellement à la rigidité du composite et contrôlent le processus de sa rupture.

Nous avons mené des séries d'essais de tractions sur différentes longueurs de jauges de fibres de Diss brutes et traitées. Ces essais ont permis de caractériser le comportement mécanique de la fibre et l'effet de la longueur de la jauge testée.

Nous avons également mis en évidence l'effet du traitement chimique sur les différentes propriétés mécaniques.

V. 2. 4. 1. Fibres de Diss brutes

Des essais préliminaires de traction sont effectués sur des fibres brutes. On constate que la fibre présente un comportement linéaire élastique. La rupture est de type fragile. Elle s'initie habituellement à partir de fissure ou de défauts préexistants.

La figure V. 8 présente à titre d'exemple les courbes charge-allongement pour une série de fibres brutes.

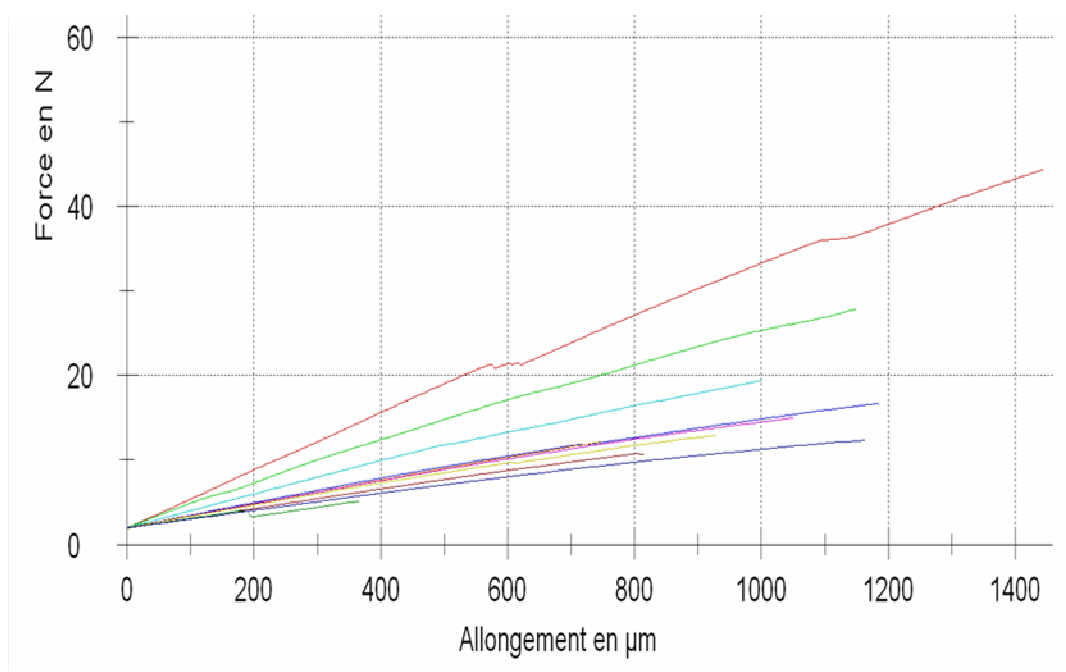


Fig. V. 8. Courbe charge -allongement des fibres de Diss brutes ($L_u=70\text{mm}$).

V. 2. 4. 1. 1. Résistance moyenne

La figure V. 9 présente la variation de la résistance moyenne en fonction de la longueur des fibres testées. La résistance est la moyenne d'un lot de 20 à 30 fibres.

On remarque que plus la longueur testée des fibres augmentent, plus leur résistance diminue. Cela provient du fait que la rupture est dû à la propagation des défauts préexistants et que le nombre et la sévérité de ces défauts augmente avec la longueur testée. Ce qui est accord avec les résultats sur les fibres végétales d'Alfa [MOU 08]. On note aussi la présence d'une importante dispersion vis de la contrainte à la rupture. Cette dispersion peut provenir de

l'incertitude de la mesure de la section rompue, du caractère aléatoire de la fibre et les conditions climatiques de la poussée de la fibre.

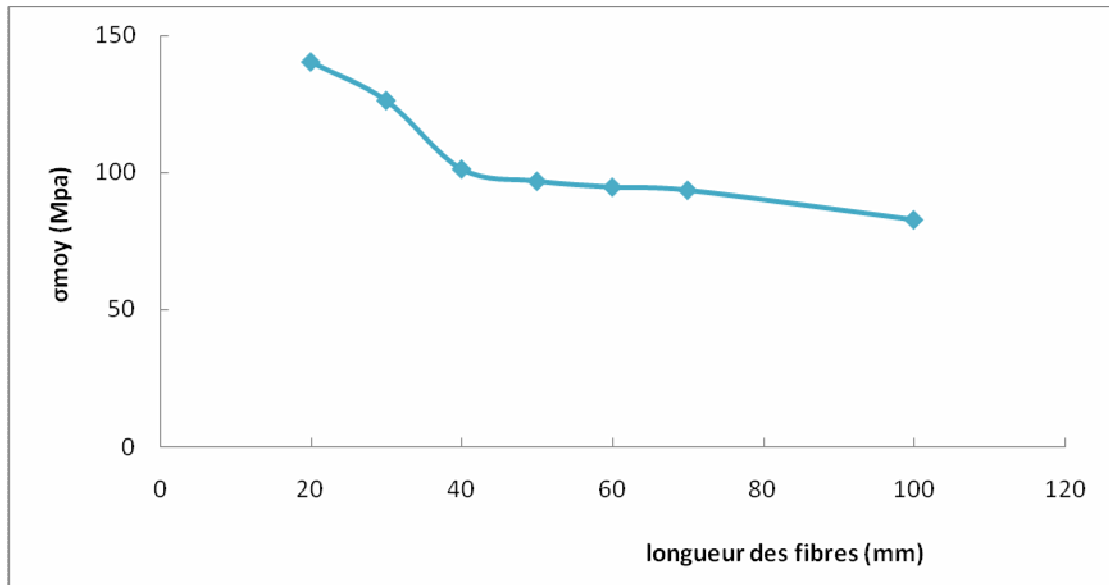


Fig. V. 9. : Variation de la résistance moyenne en fonction de la longueur des fibres testée.

Donc toute présentation des résultats n'est significative que par une par une statistique de la résistance à la rupture.

V. 2. 4. 1. 2. Aspect statistiques

Le tableau V.4 rapporte les valeurs de la contrainte à la rupture moyenne et l'écart – type des fibres de Diss brutes de différentes longueurs.

Longueur utile L_u (mm)	σ_{moy} à la rupture (Mpa)	Ecart –type
20	140.23	82.92
30	126.23	75.12
40	101.36	33.41
50	96.96	23.53
60	94.80	35.72
70	93.68	32.11
100	82.96	24.61

Tab. V. 4. : Contrainte à la rupture moyenne et écart-type des fibres de Diss brutes de différentes longueurs.

L'écart type important observé dans le tableau V. 4 est dû à la présence de défauts présentant des caractéristiques différentes (localisation, taille, sévérités.) on constate que cet écart se rétrécit avec l'augmentation de la longueur utile.

Les causes de cette dispersion sont de deux types :

- causes intrinsèques : elles sont liées aux conditions de croissance des fibres, à la variété, à la situation de la fibre dans la plante, à l'hétérogénéité des fibres et à la différence de cristallinité de la cellulose d'une zone à une autre.
- causes extrinsèques : elles sont liées aux conditions des essais, on observe par exemple que le collage d'une fibre n'assure pas une détermination précise de la longueur de jauge, la colle enrobe parfois par capillarité une partie de la fibre. L'humidité ambiante modifie les propriétés de la fibre [BEN09].

L'approche probabiliste propose de décrire la rupture en termes d'homogénéité et de sévérité de ces défauts. Nous avons utilisé la loi de Weibull pour décrire le comportement fragile des fibres végétales de Diss. Concrètement les contraintes à la rupture obtenues pour une même longueur de jauge sont classées par ordre croissant et une probabilité de rupture leur est associée.

La figure V. 3 présente à titre d'exemple la probabilité de rupture de fibres de longueurs ($L_u = 40$ et 50 mm,) en forme linéarisée.

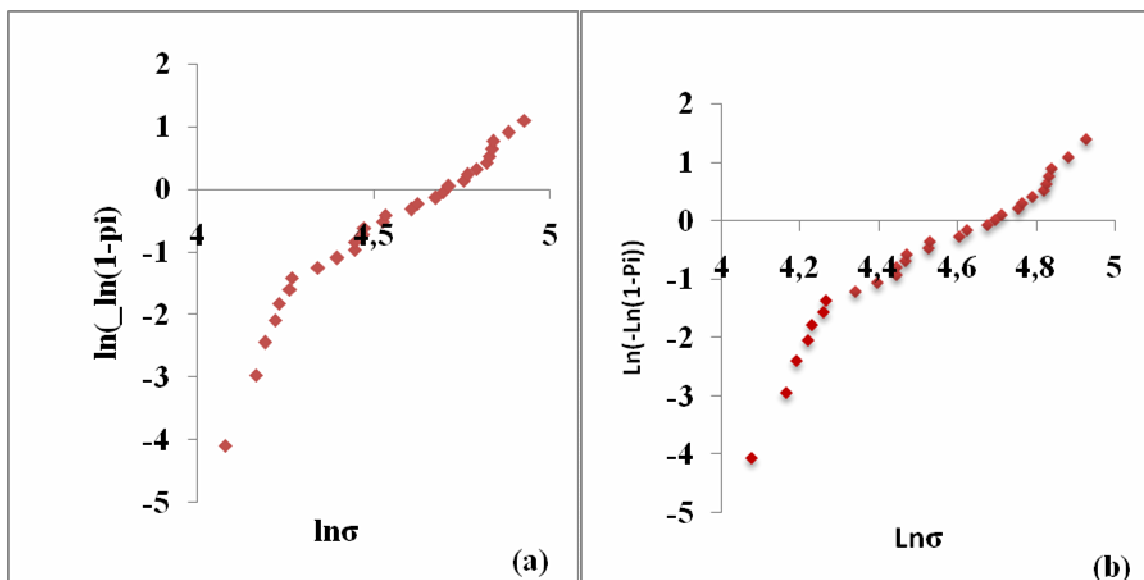


Fig. V. 10 : Probabilité de rupture des fibres brutes (a) : $L_u = 40$ mm, (b) $L_u = 50$ mm en forme linéaire

Lors des essais de traction sur des éprouvettes ayant pour des longueurs allant de 20 mm à 100 mm, nous avons constaté qu'il ya toujours deux pentes caractéristiques de courbes linéarisées. La figure V. 11 rassemble les différents résultats obtenus pour les différentes longueurs de jauges. On constate que le comportement des fibres brutes est identique pour les différentes longueurs et les distributions sont pratiquement superposées.

La seule différence réside dans la distribution ($l_u = 20$ mm). La courbe est translatée vers les contraintes les plus élevées.

On constate que la contrainte moyenne de la rupture est influencée par la longueur de jauge or que le module de Weibull n'est pas affecté. Cela peut être expliqué comme suit :

La contrainte moyenne est contrôlée par la taille moyenne de défaut. Par contre le nombre de défauts gouverne le module de Weibull. Dans le cas de notre étude, le nombre de défaut est fonction de la longueur et du volume [SIL 09].

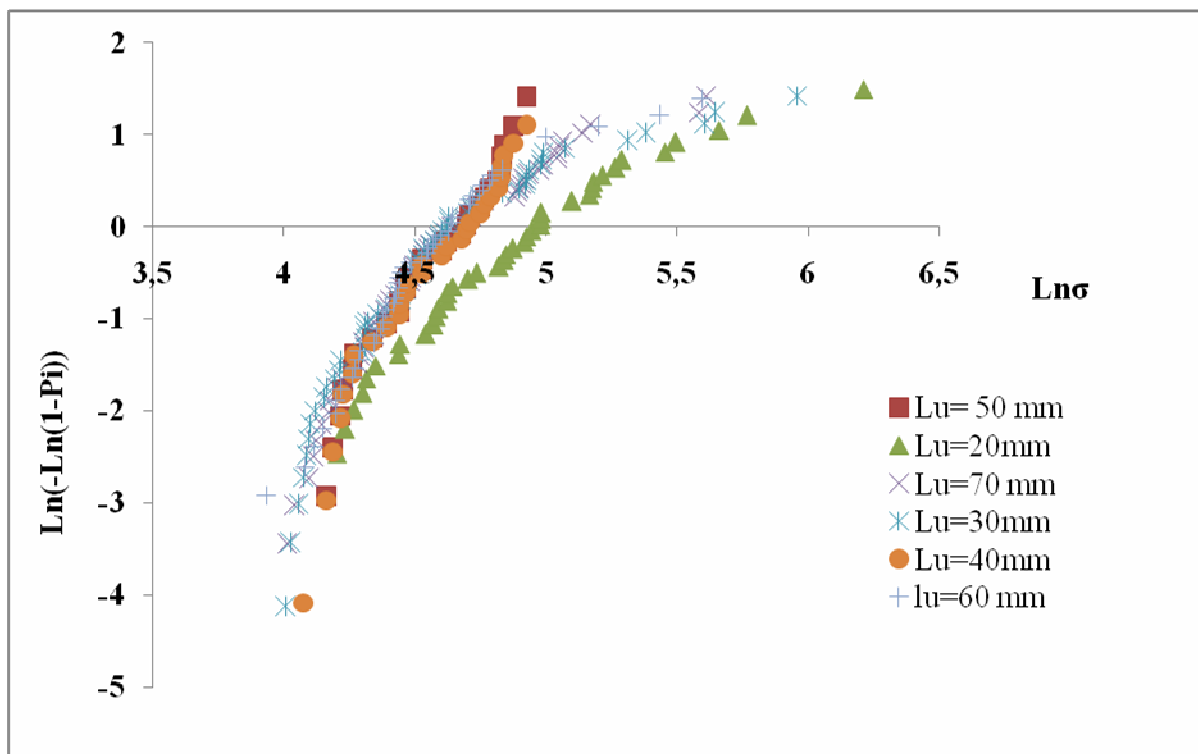


Fig. V. 11 : Probabilité de rupture des fibres brutes pour les différentes longueurs testées

➤ Modélisation par la fonction de distribution de Weibull à deux paramètres (m, σ_0)

On considère qu'il existe un seul type de défauts et que $\sigma_{u=0}$. L'ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode des moindres carrés.

Les valeurs de différents paramètres obtenus sont présentées sur le tableau V. 5.

Le tableau .V.5 montre que la croissante de m en fonction de la longueur utile n'est pas linéaire. Les valeurs de la contrainte seuil sont décroissantes avec l'augmentation de la longueur utile. La série des jauges de 50 mm présente la dispersion la plus étroite avec un module $m \approx 5$.

Lu (mm)	m	σ_0 (Mpa)	χ^2
20	2.54	154.09	0.05%
30	2.18	139.87	0.45%
40	4.35	110.24	0.16%
50	4.93	105.31	0.04%
60	2.64	111.06	1.32%
70	3.75	106.52	0.13%
100	3.30	89.60	0.16%

Tab. V. 5 : Paramètres de Weibull (2 paramètres) issus de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs.

La figure V.12 présente la droite d'ajustement par la méthode des moindres carrés pour des éprouvettes de 50 mm de longueur de jauges. On constate qu'il y a un certain écartement entre la droite et les points de la courbe des résultats expérimentaux.

La densité de probabilité quant à elle présente une certaine commodité avec la simulation de la fonction de densité de Weibull. On signale la présente de deux pics de l'histogramme qui dépasse largement la courbe enveloppe de la distribution d'un coté et de l'autre de la valeur moyenne (Fig. V. 13.). Cette constatation, nous conduit à étudier l'hypothèse de l'existence de deux populations de défauts.

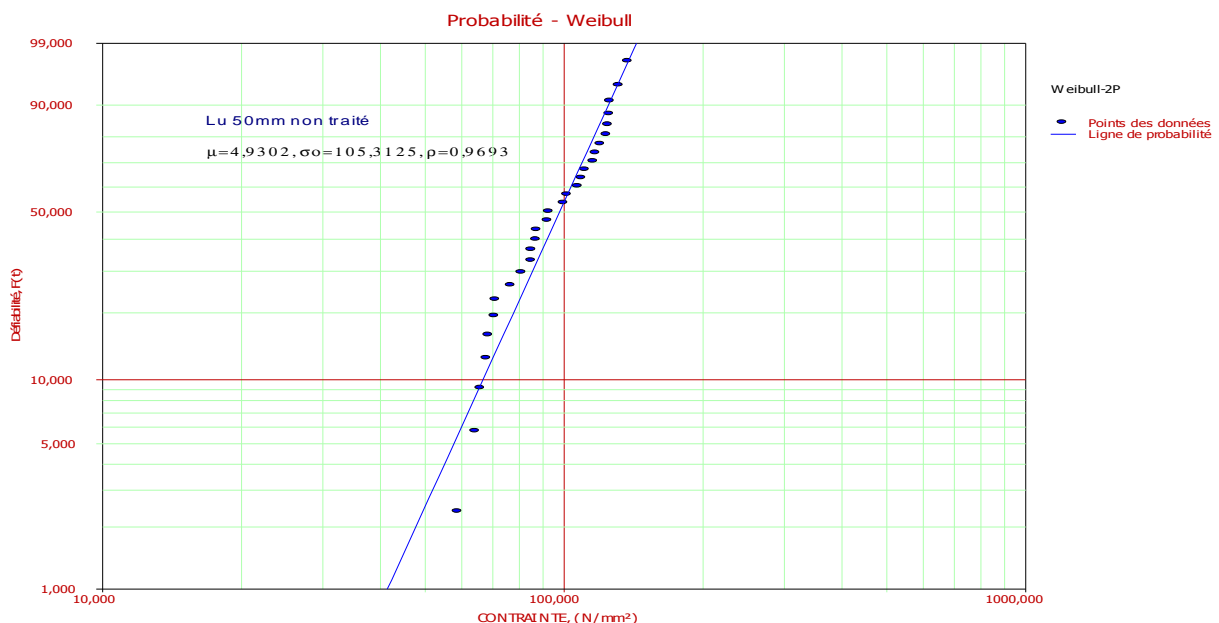


Fig. V. 12 : Défiabilité de rupture de fibres brutes pour Lu=50mm (Weibull à deux paramètres)

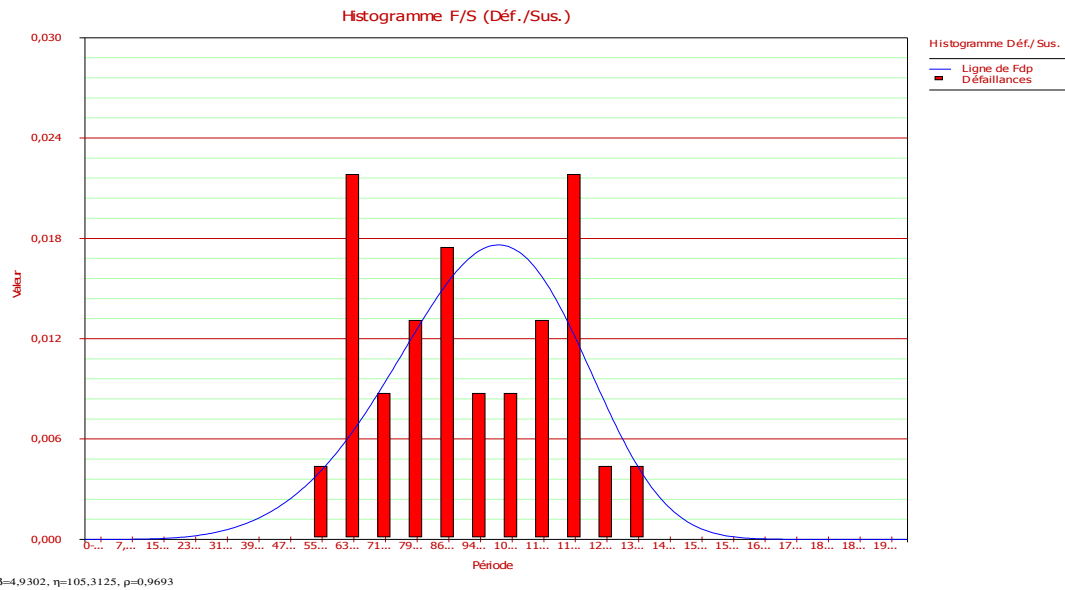


Fig. V. 13 : Densité de probabilité pour Lu = 50 mm (Weibull à deux paramètres)

➤ **Modélisation des résultats par la fonction de distribution de Weibull à 3 paramètres (m, σ_0 , σ_u)**

Dans le cas où on considère l'existence d'une seule population de défauts avec une contrainte ultime non nulle ($\sigma_u \neq 0$). L'ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode de moindres carrés. Les valeurs de différents paramètres obtenus sont présentées sur le tableau V.4. On constate que le module de Weibull prend des valeurs nettement inférieures par rapport au cas précédent. Le paramètre d'échelle σ_0 diminue avec l'augmentation de la longueur de la jauge.

Lu (mm)	m	σ_0 (Mpa)	σ_u (Mpa)	χ^2
20	1.71	129.54	24.32	0.10%
30	1.99	141.89	0.818	0.31%
40	1.47	51.90	54.94	0.26%
50	1.65	49.40	53.76	0.06%
60	1.93	101.92	10.33	0.68%
70	1.09	65.86	32.35	0.88%
80	2.47	85.33	21.72	0.49%
100	1.31	51.53	35.69	0.52%

Tab. V. 6 : paramètre de Weibull (3 paramètres) issu de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs

Les figures V.14, V.15 présentent respectivement la droite de Weibull pour une distribution à trois paramètres et la fonction de densité. On constate un léger décalage vers les plus faibles. Le module m et le facteur d'échelle σ_0 sont pratiquement identiques à ceux de l'hypothèse précédente.

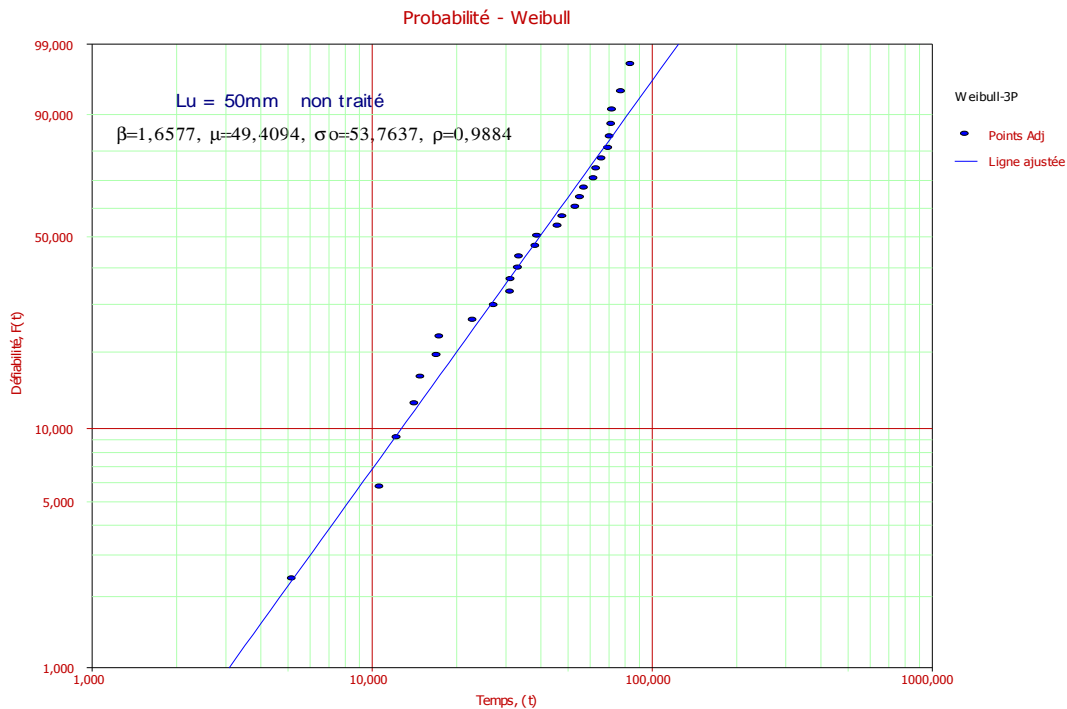


Fig. V.14 : Défaillance de rupture de fibre brutes (Lu=50mm) modélisation par la distribution de Weibull à trois paramètres

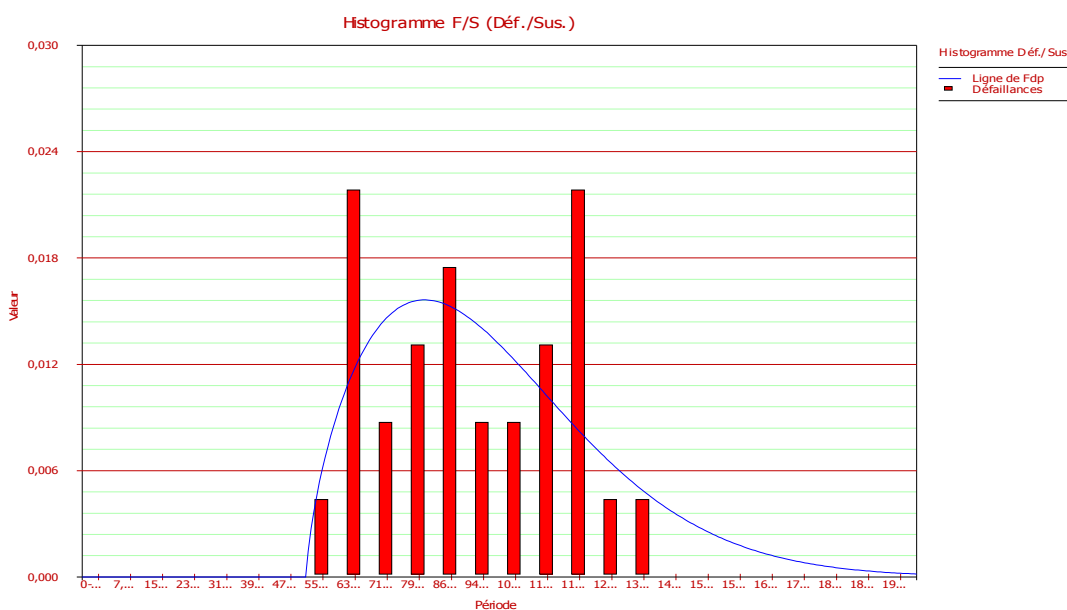


Fig. V. 15 : Fonction de densité pour une distribution à trois paramètres pour Lu = 50 mm

➤ **Modélisation la fonction de distribution bimodale de Weibull**

Le changement de pente observée implique que la rupture est due à deux catégories de défauts. Cela conduit à introduire la fonction de Weibull bimodale pour le traitement des données à ce stade. Néanmoins, un traitement adéquat des fibres peut permettre la distinction entre les deux types de populations et de confirmer l’existence ou non des deux populations de défauts. Sous l’hypothèse de l’existence de deux populations de défauts, nous avons introduit la notion de distribution bimodale. L’ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode des moindres carrés. Les valeurs des différents paramètres obtenus sont présentées dans le tableau V. 7.

Lu (mm)	m ₁	m ₂	S ₂	S ₂	P ₁	P ₂	χ ²
20	3,00	2,03	130,22	265,90	0,79%	0.21%	0%
30	3,047	2,314	250,943	250,94	0,76%	0.24%	0,02%
40	3.26	2.25	281.25	288	0.72	0.28	0.12
50	6,33	11,03	82,50	123,06	0,51%	0.49%	0,06%
60	4,207	0,991	98,178	162,540	0,77%	0,23 %	0,12%
70	2.43	2.40	82,575	176,781	0,74%	0.26%	0,79%
80	7.36	3.007	86.32	129.66	0.74%	0.26%	0.01%
100	5.09	2.79	72.16	157.51	0.77%	0.23%	0.02%

Tab. V. 7 : Paramètres de Weibull (bimodale) issus de la modélisation de la rupture des fibres brutes de différentes longueurs

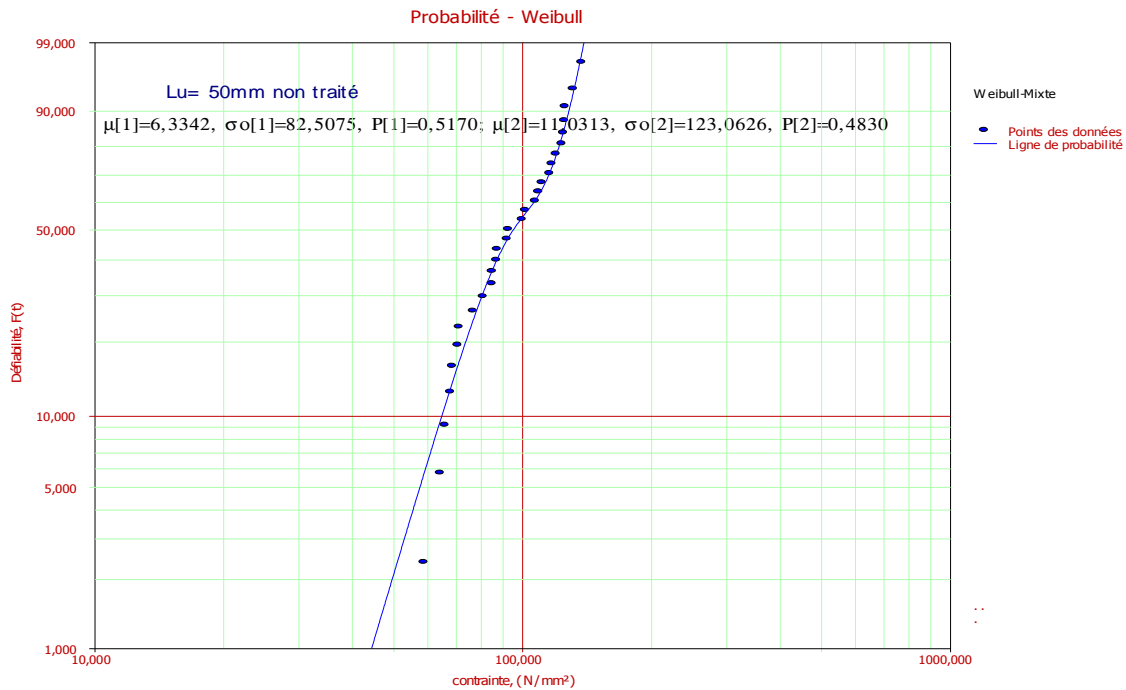


Fig. V. 16: défiabilité de rupture de fibre brutes de longueur Lu=50mm (distribution de Weibull bimodale)

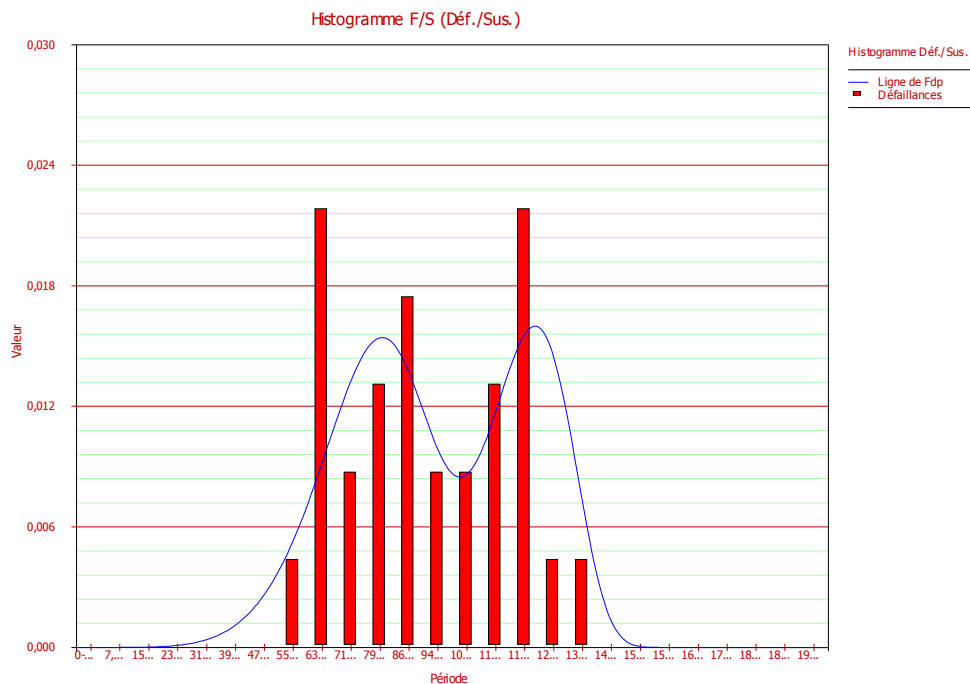


Fig V. 17 : Densité de probabilité pour Lu = 50 mm (distribution de Weibull bimodale)

➤ **Comparaison entre les trois types de modélisation**

La figure V 18 présente une comparaison entre les trois types de modélisations précédentes. On remarque que la distribution de Weibull bimodale est la plus proche des résultats expérimentaux. Cela nous conduit à prédire que la rupture des fibres végétales de

Diss brutes est due à deux catégories de défauts. La confirmation de ces résultats nécessite une sélection physique ou un traitement chimique pour dissocier les deux types de populations.

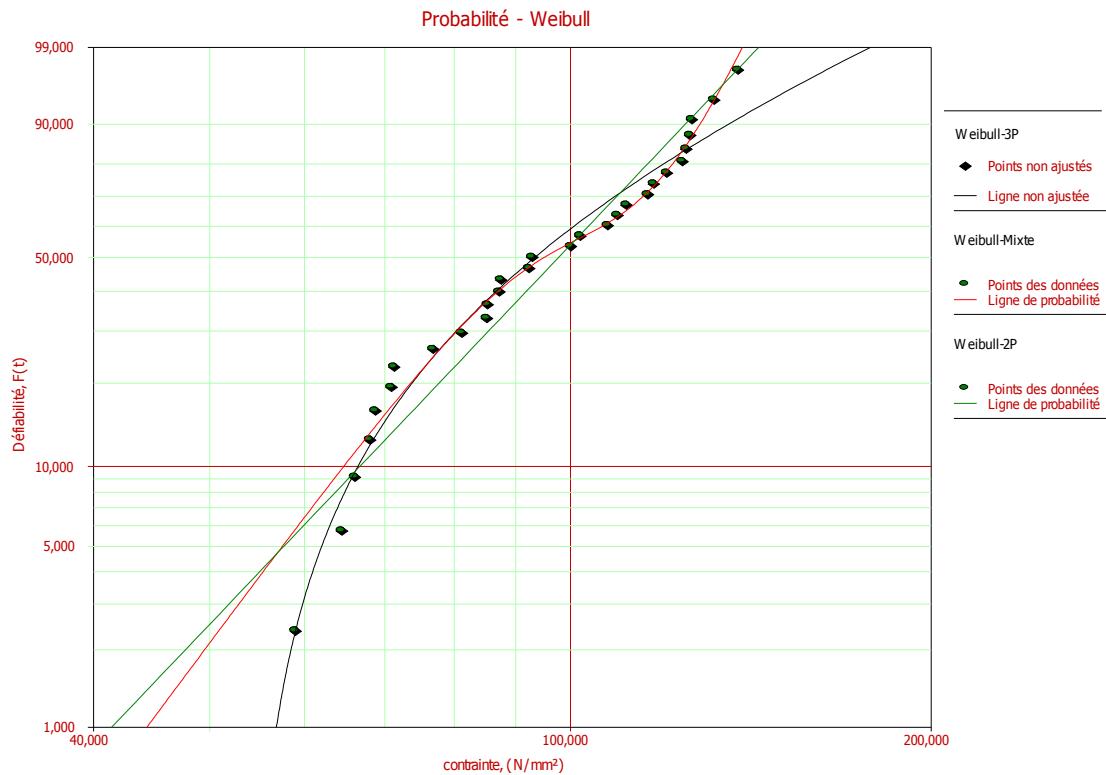


Fig. V. 18. : Comparaison entre les trois types de modélisation de la défiabilité de rupture (Lu=50 mm)

V. 2. 4. 2. Fibres de Diss traitées par la soude

Dans ce qui suit, la longueur adéquate pour la caractérisation des fibres traitées est fixée à 50 mm. Les résultats obtenus des essais sur les fibres traités présentent le même caractère que les fibres brutes avec une dispersion notable.

V. 2. 4. 2. 2 Effet du traitement sur la résistance à la rupture σ_R

La Figure V.19 présente l'évolution de la résistance à la rupture des fibres de Diss en fonction du temps de traitement alcalin (5% de NaOH).

On observe que la résistance moyenne à la rupture des fibres traitées est toujours supérieure à celle des fibres brutes. Des études comparables ont été menées par *Saha et al* [SAH 10]. Ces auteurs ont étudié l'influence des traitements alcalins sur la résistance à la traction des fibres de jute. Ils montrent qu'un traitement alcalin augmente la résistance à la traction jusqu'à 65 %.

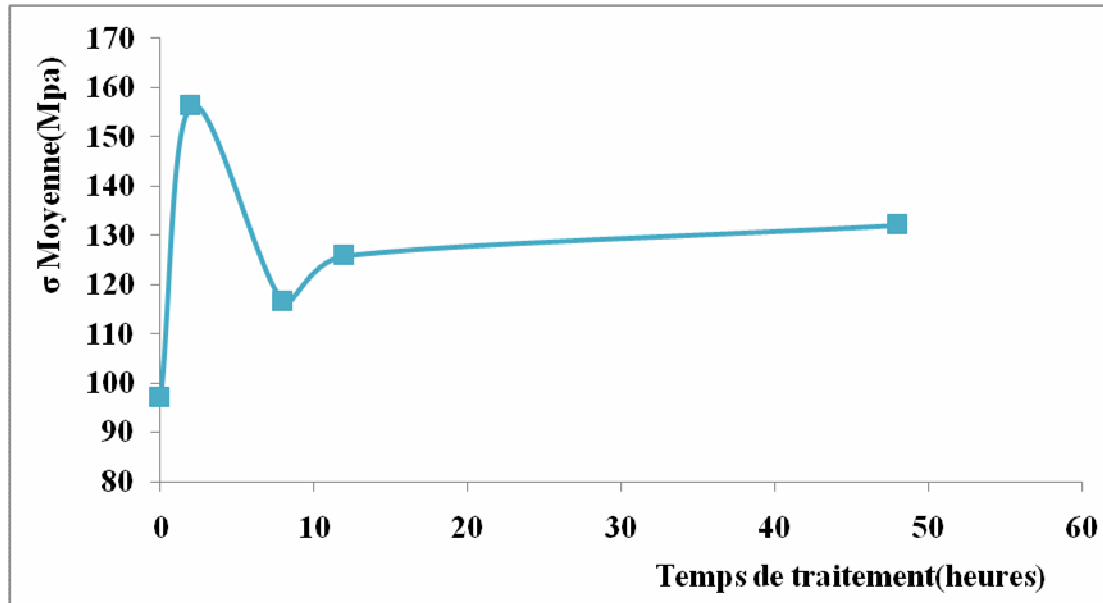


Fig. V. 19 : Variation de la contrainte à la rupture des fibres de Diss en fonction du temps de traitement alcalin (5% de NaOH).

La résistance moyenne à la rupture présente une augmentation de 61.08 % pour un temps de traitement de 2h. Cette augmentation est attribuée à la dissolution de l'hémicellulose de pectine et de lignine

L'extraction excessive de ces composants provoque une chute néfaste vis-à-vis du comportement mécanique de la fibre et la structure de cellulose est modifiée (transition de cellulose I en cellulose II) avec une augmentation des régions amorphes [BUS 06]

V. 2. 4. 2. 1 Aspect statistique

Nous avons utilisée la statistique de Weibull pour le traitement des résultats des essais sur les fibres traitée. Les contraintes à rupture obtenues pour chaque temps de traitement sont classées par ordre croissant et une probabilité de rupture leur est associée.

La Figure (V. 18) présente la linéarisation de la courbe de la fonction de distribution de Weibull pour des temps de traitement de 2 et 8H. On constate qu'il y a une rupture de pente de la droite de Weibull.

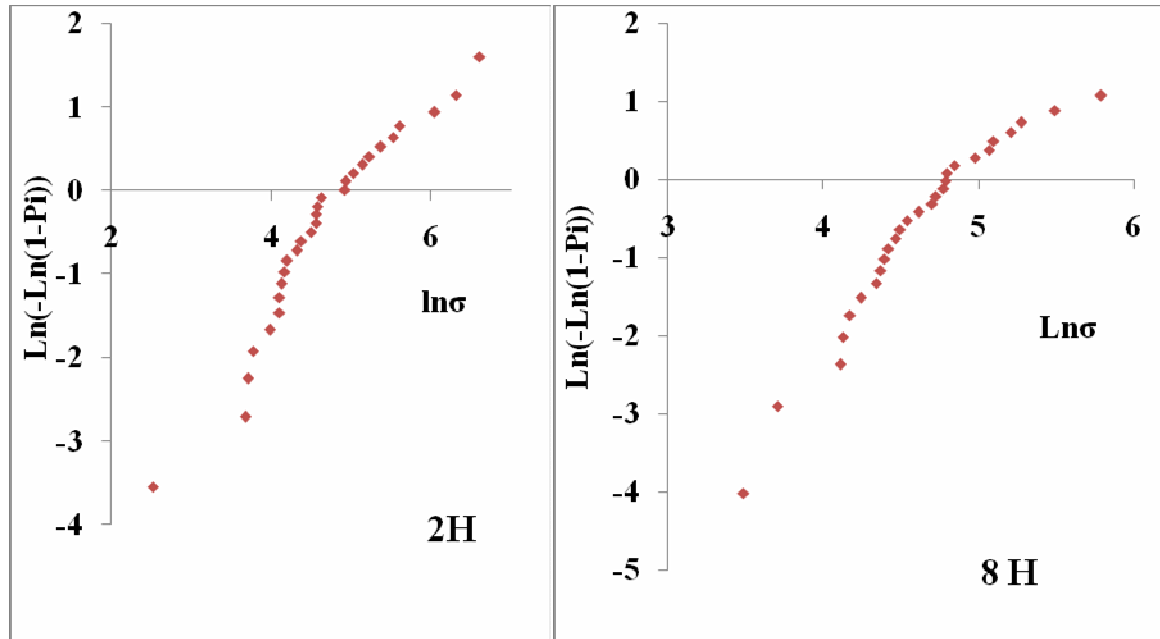


Fig. V. 20: Probabilité de rupture de fibre traité par la soude (Lu=50mm).

Le même raisonnement que pour les fibres brutes, est suivi pour le traitement des résultats.

➤ **Modélisation des résultats par la fonction de distribution de weibull à deux paramètres (m, σ_0)**

Premièrement on considère qu’il existe un seul type de défauts et que $\sigma_u=0$. L’ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode des moindres carrés. Les valeurs de différents paramètres obtenus sont présentées sur le tableau V.8

Temps de traitement (H)	m	σ_0 (Mpa)	χ^2
Fibre brute	4.93	105.31	0.04%
2	1,43	155,82	0.22%
8	2,30	145,77	0,52%
12	1,64	164,91	0,75%
48	1,12	151,20	4,20%

Tab. V. 8 : valeurs des deux paramètres de Weibull pour les fibres traitées (Lu=50mm).

La figure V. 21 permet d’apprécier la qualité d’ajustement on remarque que les points de la courbe des résultats sont très éloignés de la droite.

Pour La fonction de densité en remarque un décalage vers les petites valeurs. Le module de weibull des fibres brutes est supérieur à celle des fibres traité alors que la valeur de σ_0 des fibres traité augmente avec le temps de traitement jusqu'à 48 h.

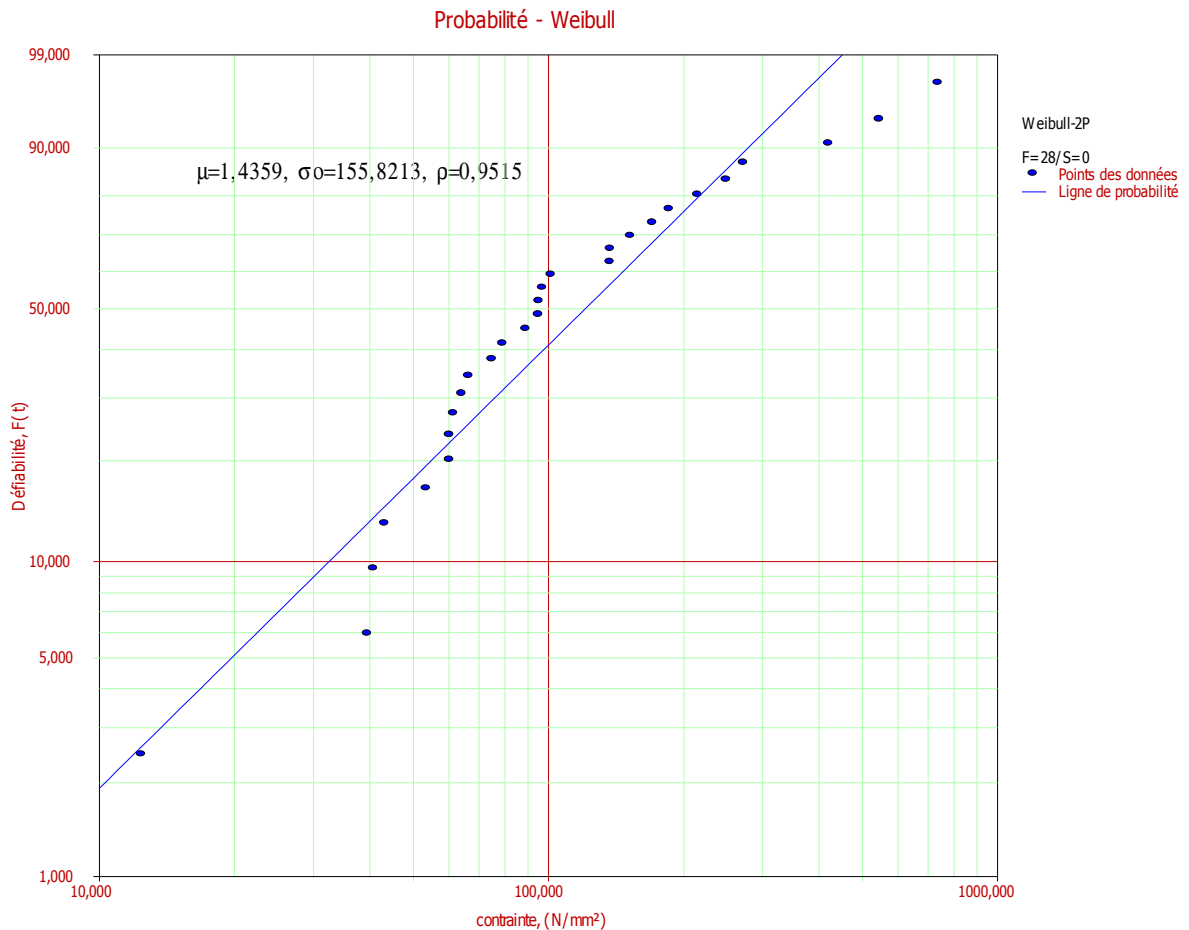


Fig. 21 : Défaillance de rupture de fibre traitées pendant 2 H avec $L_u=50\text{mm}$ (distribution unimodale)

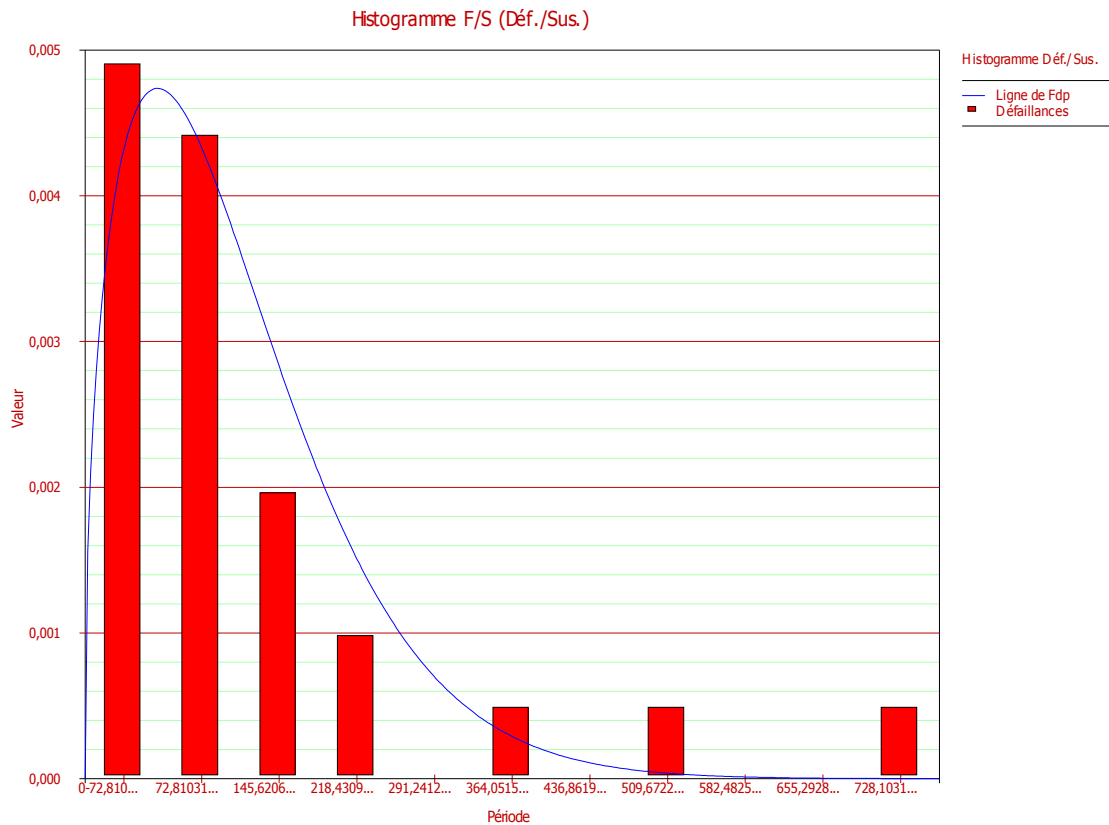


Fig. V. 22. : Défiabilité de rupture de fibres traitées Lu=50mm 2H (distribution uni modale)

➤ **Modélisation des résultat par la fonction de distribution de Weibull à 3 paramètres**
(m, σ_0, σ_u)

On considère qu’il existe une seule population de défaut avec $\sigma_u \neq 0$. L’ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode des moindres carrés. Les valeurs de différents paramètres obtenus sont présentées sur le tableau V.9

Temps de traitement (H)	m	σ_0 (Mpa)	σ_u (Mpa)	χ^2
2	1,18	154,56	5,82	4,20%
8	1.49	116.87	27.54	0.35%
12	1.4	163.20	5.45	0.30%
48	1.71	170.91	18.64	0.29%

Tab. V.9 : Paramètres de Weibull (3 paramètres) issu de la modélisation de la rupture des fibres traitées (Lu=50mm) pour différentes temps de traitement

La figure V.24 présente la modélisation des résultats expérimentale par la fonction de distribution de Weibull à 3 paramètres ; on constate qu’il ya un écartement entre les point de la courbe des résultats et la droite de modélisation .le modules de Weibull et le paramètre d’échelle est pratiquement identique à ceux de l’hypothèse à deux paramètres.

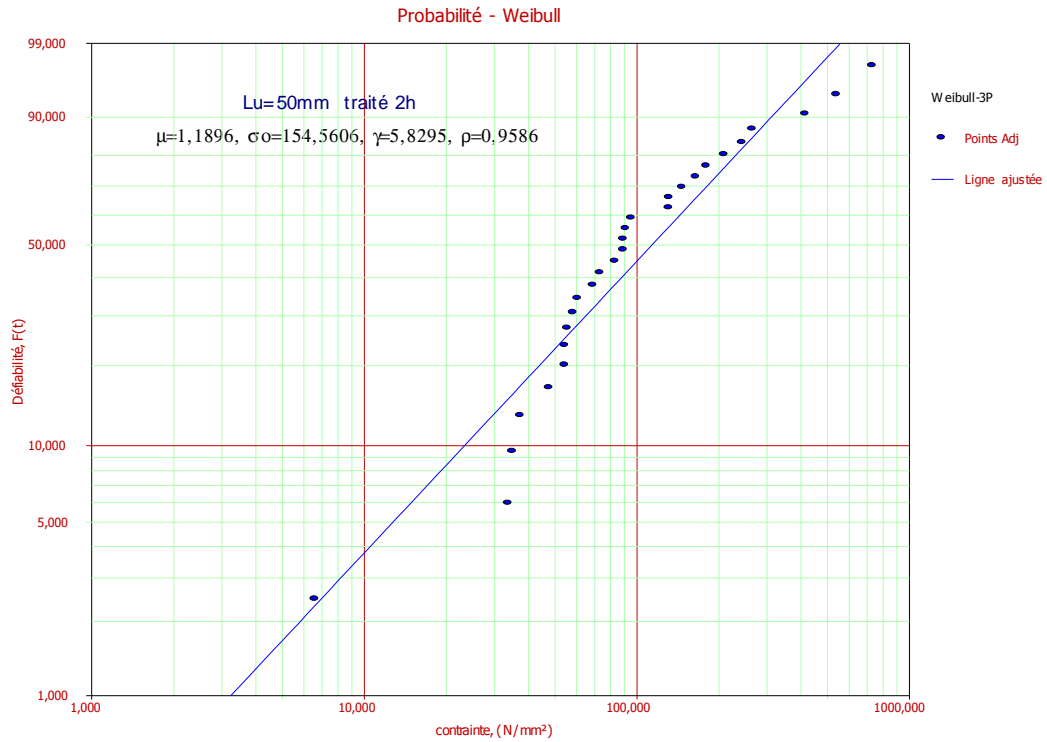


Fig. V. 23 : Défaillabilité de rupture de fibre traité (Lu=50mm) pendant 2H (modélisation par la distribution de Weibull à trois paramètres)

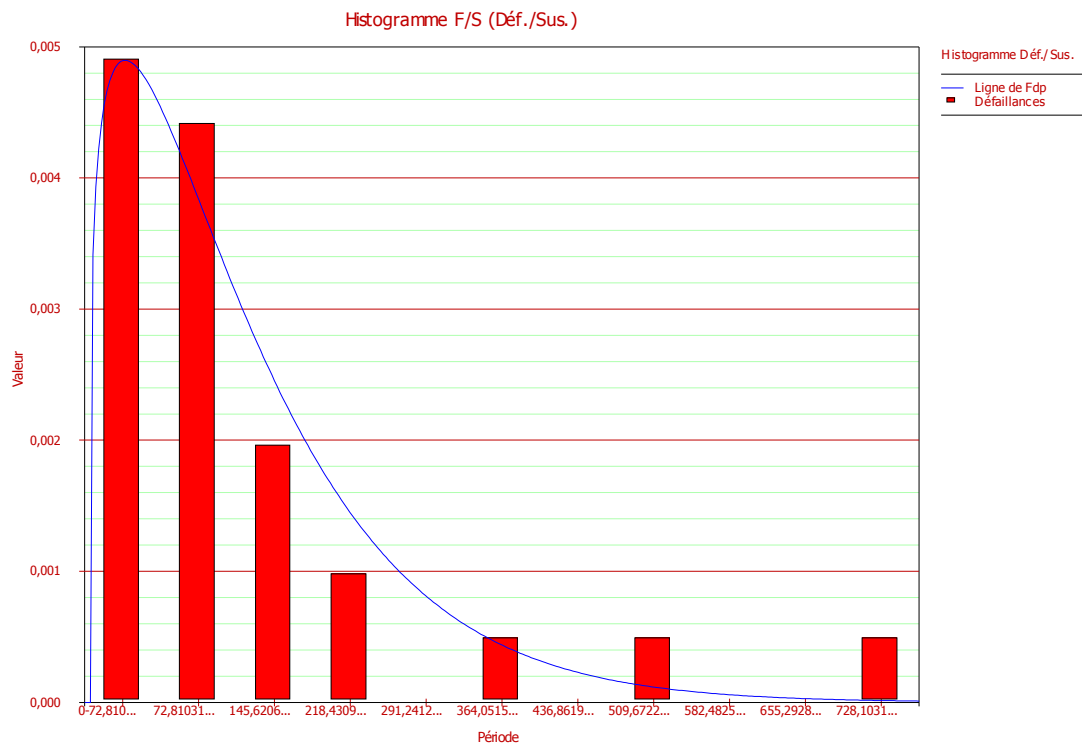


Fig. V. 24 : Fonction de densité pour une distribution à trois paramètres pour Lu = 50 mm traité pendant 2 H

➤ **Modélisation des résultats par la fonction de distribution de weibull bimodale (m_1, m_2, s_1, s_2)**

On considère qu'il existe deux populations de défaut L'ajustement des valeurs expérimentales est réalisé par la méthode de moindre carré .les valeurs de différentes paramètres obtenus sont présentés sur le tableau V.10

Temps de traitement (H)	m_1	m_2	S_2	S_2	P_1	P_2	χ^2
Fibres brutes	6,33	11,03	82,50	123,06	0,51%	0,49%	0,06%
2	3,29	1,30	78,98	221,11	0,42	0,58	0,06%
8	5,66	1,47	138,69	143,89	0,40	0,60	0,12%
12	2,77	3,03	110,26	343,62	0,75	0,25	0,09
48	1,35	1,72	4,30	156,78	0,045	0,95	0,04

Tab. V. 10 : paramètre de Weibull (bimodale) issu de la modélisation de la rupture des fibres brutes (LU=50m) de différents temps de traitement.

Le module de weibull des fibres vierge pour les deux populations est supérieur à celle de fibres traitées La figure V.25 présente la qualité d'ajustement

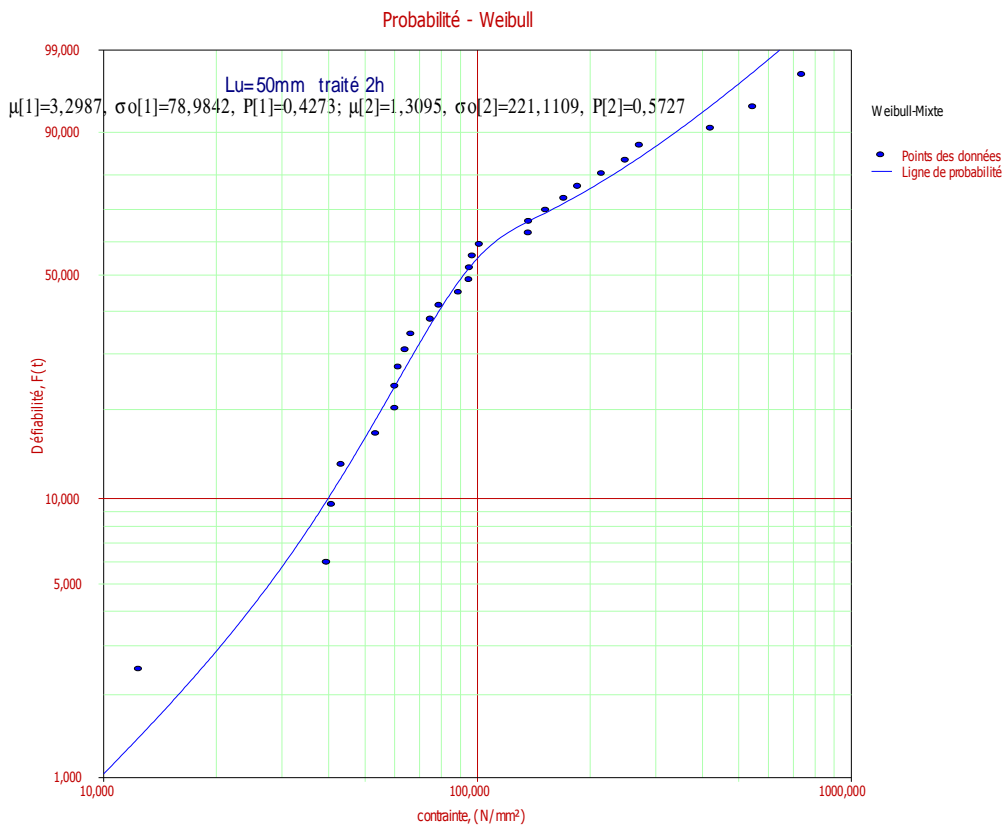


Fig. V. 25 : Défiabilité de rupture de fibre traités pendant 2 H de longueur Lu=50mm (distribution de Weibull bimodale)

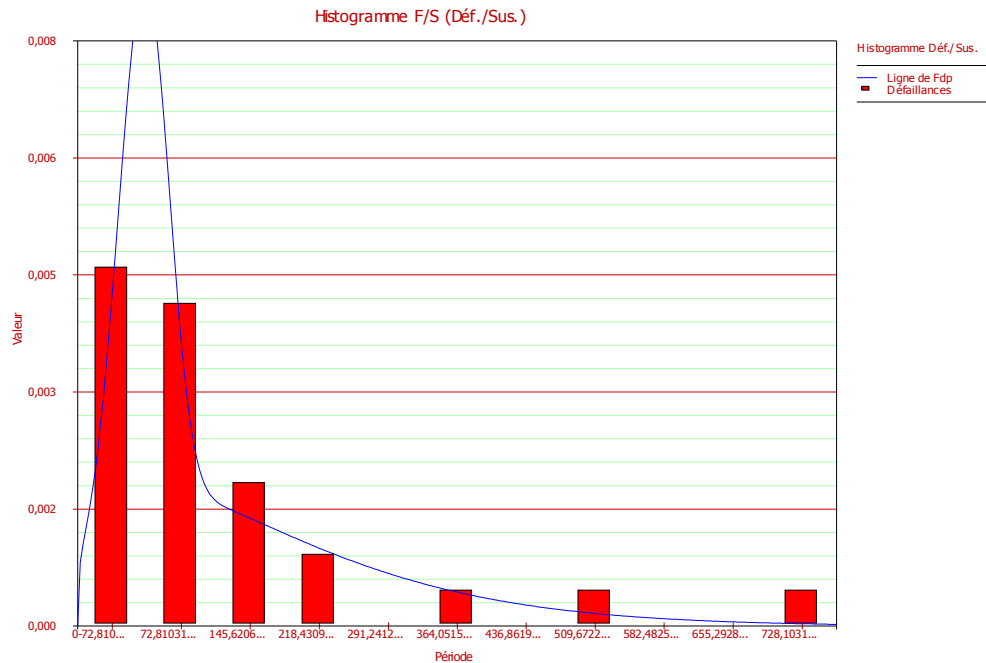


Fig. V. 26 : Densité de probabilité pour Lu = 50 mm traité pendant 2H (distribution de Weibull bimodale)

➤ **Comparaison entre les trois types de modélisation**

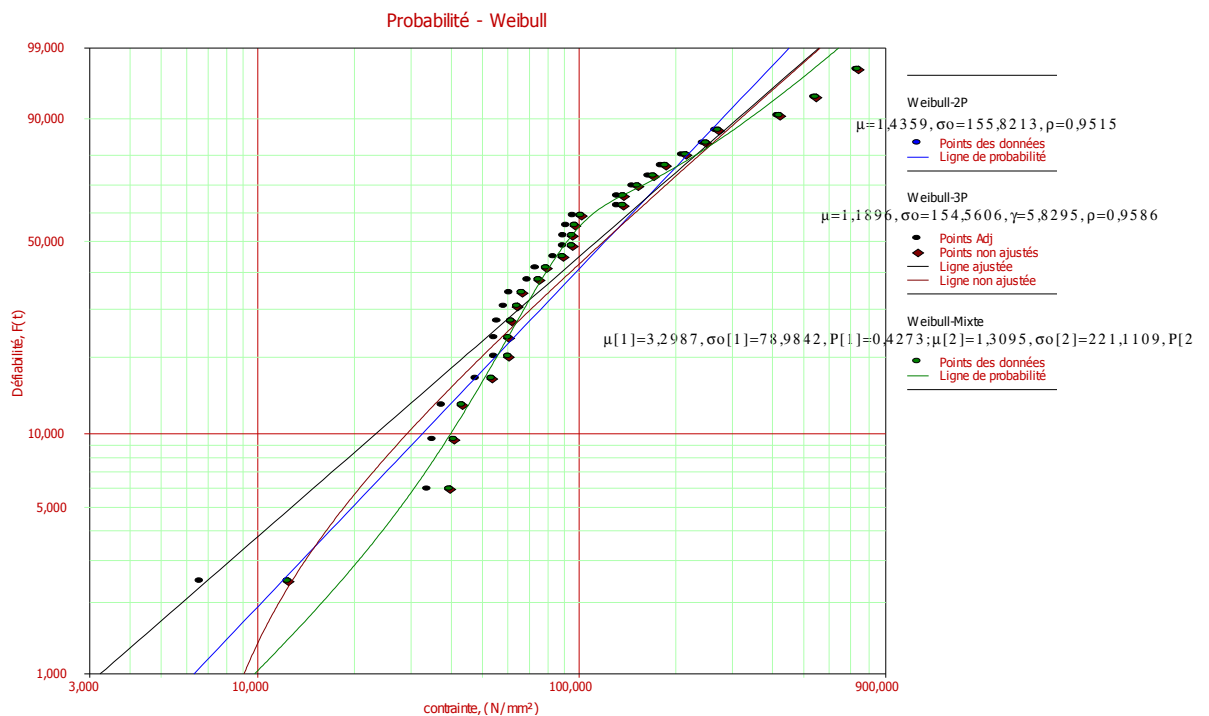


Fig. V. 27 : Comparaison entre les trois types de modélisation de la défiabilité de rupture de fibres traité pendant 2 H (Lu=50 mm)

La figure V. 27 présente la comparaison entre les trois types de modélisation. On remarque que l’approche bimodale est la plus adéquate. Les fibres vierges et les fibres traités ont des comportements similaires. Donc le traitement de surface par la soude appliqué

n'influe pas sur les défauts ou d'une manière négligeable. On peut dire du moins pour l'instant que le traitement chimique des fibres n'a pas permis la distinction entre les deux types de populations de défauts. Nous pouvons prédire que les défauts de surface ne sont pas affectés par le traitement ou les défauts sont des défauts en volume.

V. 3. Caractérisation des composites Ciment/fibre végétales (Diss)

V.3.1. Temps de prise

Un appareil d'essai Vicat est utilisé afin de déterminer les temps de début et de fin de prise des pâtes de ciment contenant ou non des fibres.

Le test de Vicat est réalisé sur des mélanges eau/ciment, mais également sur des mélanges eau/ciment/fibres ; dans ce cas, le pourcentage massique de fibres de Diss est de 5%, et le rapport massique Eau/Ciment est de 0,4.

Mélange	Ciment /eau	Ciment,/ eau / Fibres végétales de Diss
Début	330 min	420 min
Fin	360 min	540 min

Tab .V. 11 : Résultats de l'essai Vicat

Le tableau V. 11 présente les résultats de l'essai de Vicat; on remarque que l'introduction des fibres de Diss dans la pâte de ciment retarde le début de prise d'environ 90 minutes.

La durée totale de la prise est changée avec intervalle de 90 min. Une petite masse de fibres de Diss suffit donc à retarder le temps de prise. L'hémicellulose et les sucres contenus dans les fibres Diss sont en parties responsables des ces retard de prise .Des résultats semblables ont été présents dans la littérature avec d'autres essences de végétaux.

V. 3. 2. Etude du comportement mécanique des composite

V. 3. 2. 1. Essai de flexion trois points

Les propriétés mécaniques dans un composite dépendent principalement de la teneur en fibres, de leur orientation, mais aussi de la qualité du transfert de charge à l'interface fibre-matrice. La nature des interactions physico-chimiques au travers de la résistance de cette interface joue également un rôle important.

Ceci est particulièrement vérifié pour les composites renforcés par des fibres courtes du fait de la multiplication des interfaces. Le transfert d'efforts entre la fibre et la matrice a lieu au niveau de leur interface et joue un rôle essentiel dans le comportement du composite. Cet effet est amplifié par la répartition aléatoire des fibres dans le composite. L'adhésion interrassiale est une combinaison de trois phénomènes agissant simultanément à des degrés différents : [BRA 95]

- interpénétration mécanique entre la pâte de ciment et la surface des fibres,
- adhésion physique,
- adhésion chimique

V. 3. 2 .2. Effet de l'introduction de fibres

Un montage de flexion 3 points a été utilisé afin de caractériser le comportement mécanique des composites et notamment l'effet de la teneur en fibres sur les propriétés mécaniques mesurées à 28 jours

La figure V.10 présente l'évolution de la force appliquée en fonction du déplacement de traverse au centre de l'éprouvette pour un échantillon de ciment pur et pour une éprouvette à fraction massique de fibres bouilles égale à 5%.

Deux types de comportement sont observés. Le premier correspond à l'échantillon de ciment pur et se caractérise par un comportement linéaire et fragile avant rupture.

Le second (2), relatif au ciment renforcé se traduit par un comportement linéaire jusqu'à la reprise de charge, puis par l'apparition d'un non linéarité. Pour le composite, on distingue deux régions principales et un point caractéristique : F_{Max} qui correspond à la force maximale appliquée.

La phase I est celle où le comportement du matériau est quasi linéaire, elle s'apparente au comportement du ciment pur, ce qui traduit une charge supporté majoritairement par la matrice qui est progressivement transféré aux fibres

La phase II à partir de la force maximale caractérise le comportement de non linéarité suivant une reprise de la charge par les fibres. Le rôle des fibres dans cette partie consiste principalement à limiter la progression de la microfissure.

Le phénomène de pontage de la fissure principale est très marqué (Fig. V. 11). Ce pontage est très bénéfique pour la contribution au contrôle de la propagation de la fissure/. Donc un incrément de travail de rupture est ajouté et la rupture du composite est de type semi contrôlé. La partie de la décroissance de la courbe charge déplacement présente une rupture contrôlée. Cette dernière est associée aux mécanismes de décollement aux interfaces ; à la

rupture et à l'extraction des fibres rompues.

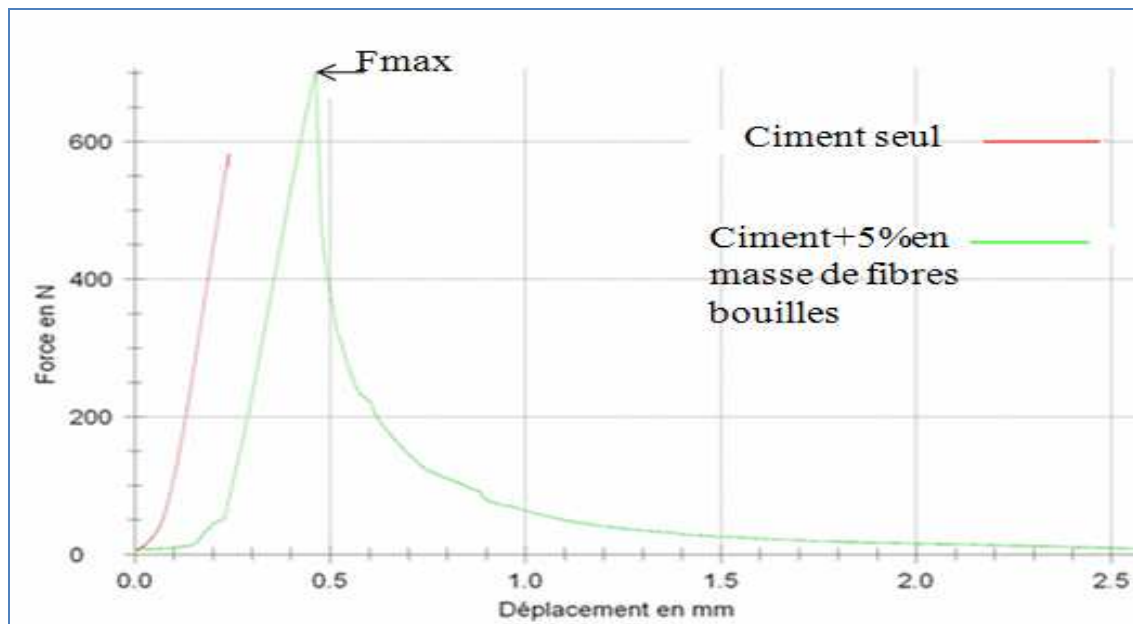


Fig. V. 28: Courbes charge déplacement de composites en flexion 3 points.

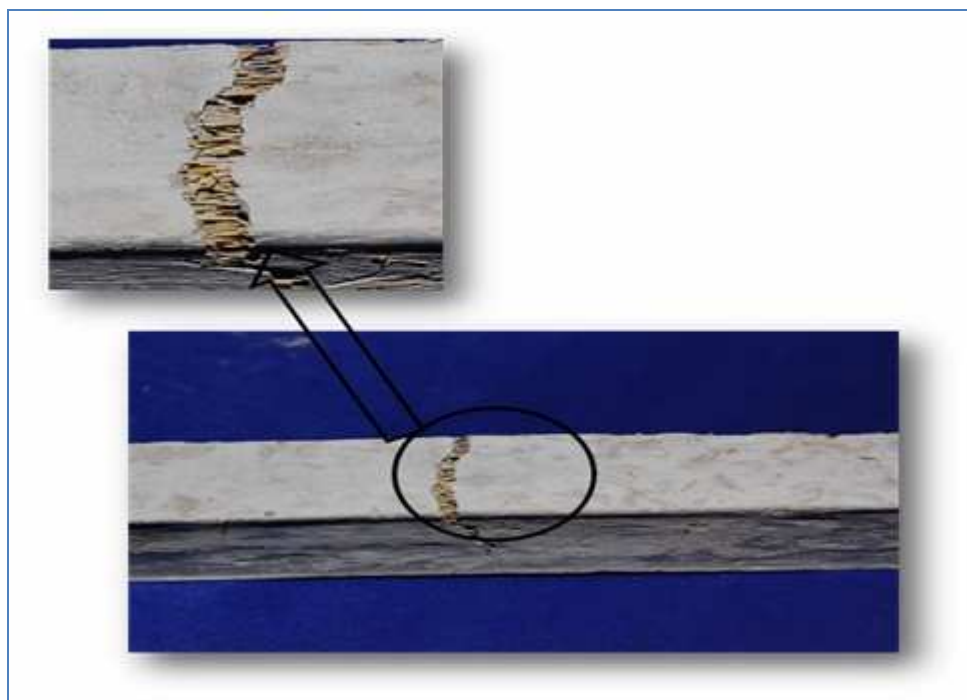


Fig. V. 29. Pontage de la fissure par les fibres végétales de Diss

La figure V. 30 résume les différentes étapes décrites ci-dessus

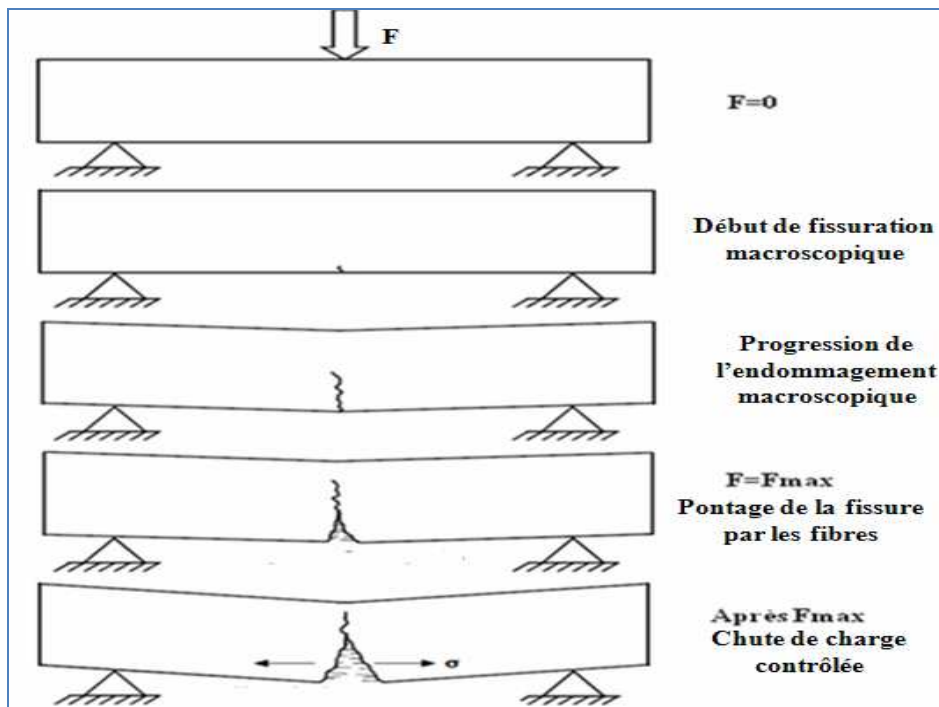


Fig. V. 30 : Evolution du comportement mécanique du composite Ciment-fibre en flexion 3 points.

V. 3. 2. 2. Effet du traitement des fibres

Afin d'améliorer l'adhésion entre les fibres et la matrice, les fibres sont soumises à différents traitements. Différents composites sont donc élaborés à partir des fibres traitées par la soude notées (**FIBNA**), des fibres bouillies notée (**FIBBO**) et des fibres brutes notées (**FIB**).

L'hydroxyde de sodium (NaOH) est le plus utilisé dans l'industrie de la papeterie. Il sert à nettoyer et à blanchir la surface des fibres. Ce traitement est choisi pour la modification de l'aspect morphologique des fibres ainsi que d'améliorer leurs propriétés mécaniques (module de résistance à la traction). De plus il est plus efficace et peu onéreux.

L'ébullition des fibres de Diss supprime complètement la présence de sucres hydrosolubles et offre au composite une hydratation et un durcissement comparable à un mortier ordinaire [MER 09].

Si l'on compare maintenant les propriétés mécaniques du composite à celles obtenues pour le ciment seul :

❖ les composites (**FIB**) :

Une diminution de la résistance à flexion est observée. La résistance diminue de 2.33 Mpa à 1.94 Mpa, Cette chute est de l'ordre de 16.73%. Cette diminution est relative aux

différents paramètres d'élaboration ; le taux du renfort fibreux et la nature du traitement physique ; mécanique; etc. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par DAY et al [DAY 08]. Ils examinent l'effet de la teneur des fibres de Lin sur les propriétés de composite à base cimentaire. Ils observent une diminution de la résistance à flexion de 4 Mpa à 2.3 Mpa pour de différentes fractions massiques des fibres.

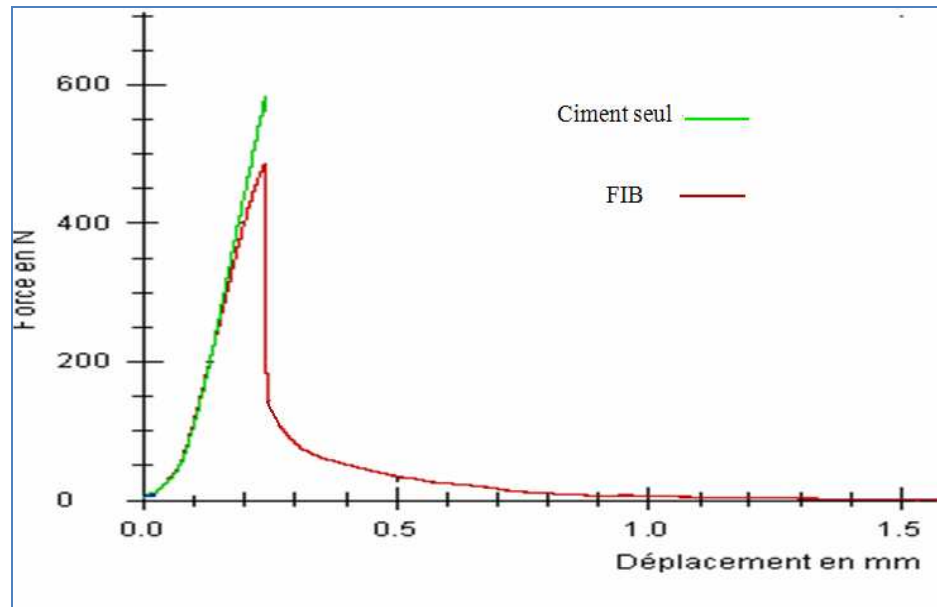


Fig. V. 31 : Courbe charge –déplacement de la matrice seul et des composites de type FIB

❖ Les composites (FIBNA) :

La résistance en flexion est améliorée d'environ 18.02 % par rapport au ciment seul et d'environ 41% par rapport au matériau contenant des fibres brutes, cela indique que le traitement par la soude entraîne une modification sur les propriétés mécaniques des composites pour un même teneur en fibre SED et al [SED 08] ont montré qu'un traitement avec la soude permet d'améliorer la résistance en flexion des composites par l'amélioration de l'adhésion à l'interface.

❖ Les composites (FIBBO) :

L'effet de l'ébullition des fibres de Diss sur les propriétés mécaniques des composites est plus fort que l'effet de traitement chimique. La résistance augmente d'environ 37 % par rapport au ciment seul et 64.94% par rapport au matériau renforcée par des fibres brutes. Donc ce type de traitement influe sur l'interface fibre – matrice. (Fig. V.32)

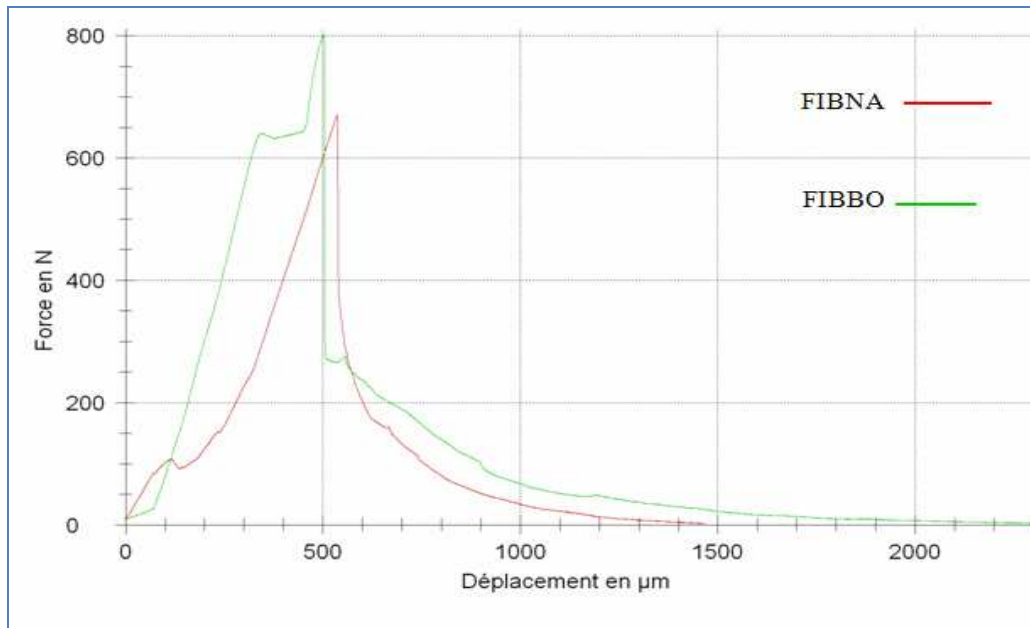


Fig. V. 32 : Courbes force-déplacement en flexion 3 points des composites de type FIBNA et des composites de types FIBBO

Le tableau V. : rapporte les valeurs de la résistance en flexion des différentes composites.

Matériaux	σ_R (Mpa)
Pâte de ciment	2.33
(FIB)	1.94
(FIBNA2)	2.75
(FIBBO)	3.20

Tab V. 12 : Influence du traitement des fibres sur les propriétés mécaniques de composite

BIBLIOGRAPHIE

-A-

[**ABD 06**]: M Abdelmouleh, S. Boufi, and M.N. Belgacem."Short natural-fiber reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibers loading ". Deferens Composites Science and Technology, 2006.

[**AKD 09**]: S.A. Akdag, A.Dinler," A new method to estimate Weibull parameters for wind energy applications", Energy Conversion and Management 50 1761–1766, 2009.

[**AND 79**]: R. Andonian, Y.W. Mai ET B. Cottrell, "Strength and fracture properties of cellulose fiber reinforced cement composites", Journal of Cement Composites, pp. 151-158, 1979.

[**ANI 01**]: N.Anil "composite get greener ", Material today, Vol 45, pp12, 2001.

[**ARS 01**]: M. Arsene, K. Bilba et A. Ouensanga, "Influence des constituants de la fibre de bagasse sur la prise du matériau composite bagasse/ciment ", Revue des composites et des matériaux avancés, pp. 7-20,2001.

[**AUV 03**]: J.M.Auvray,"Elaboration et caractérisation à haute température de bétons réfractaire à base d'alumine Spinelle" thèse de doctorat, université de Limoges Science et technologie de santé 2003

[**AYY 76**]: T.S.R Ayyar, P.K Mirihagalla. "Elephant grass fibers as reinforcing fiber", Magazine of concrete research, Vol, 28, N°96, 162-167, 1976.

-B-

[**BAR 09**]: A. Barbat," Extraction, caractérisation chimique valorisation biologique de glucironoxylane de bois de, CHATAIGNIER. Développement de nouveau procédé de délignification." Thèse doctorat, université de LIMOGES, Chimie appliquée – Chimie des Substances Naturelles, 2009.

[BAL 06] :C.Baley, E.Bodreos, "Biocomposite à matrice PLLA renforcée par des mats de lin" composite à fibres végétales, 16, 2006, pp 129-139

[BAH 09]: O. Bahloul, A. Bourzam, A. Bahloul, "Utilisation des fibres végétales dans le renforcement de ciment (Cas d'Alfa) " SBEIDCO – 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, 2009.

[BESS 07]

[BEL 99]: A.K. Bledzki, J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres", Prog. Polym. Sci. 24 221–274, 1999

[BEN 09]: A.Bendahou, Y.Habibi, H. Kaddafi et A, Duferesne "Composite Material based on lingo-cellulosique fiber and thermoplastic matrices (IPP and LDPE) " Revue Roumaine de Chimie, 54(7), 557–563,2009

[BEN 95]: A.Bentur, N .Bentia, J.D.Baggot, "Fiber-matrix interface pre –proceeding of international Workshop on high performance fiber reinforced composite " université Michigan USA Vol 2.416.1995

[BER 08]: S, Berlioze, "Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nano composites", thèse doctorat de l'université JOSEPH FOURIER, Sciences des Polymères, 2008

[BLA 99]: P.R. Blankenhorn, M.R. Silsbee, B.D. Blankenhorn et M. Dicola, "Temperature and moisture effect on selected properties of wood fiber-cement composites", Cement and Concrete Research, 1999, Vol. 29, pp. 737-741.

[BLE 96]. :

[BIB 89]:E.J. Biblis ET C.F. Lo, "Effect on the setting of southern pine-cement mixture", Forest Products Journal, pp. 28-34, 1989

[BOD 06]: E. BODROS, C. BALEY, " Etude des propriétés de biopolymère renforcés par des fibres de lin aléatoirement dispersées dans le plan de stratification", propriété aux interfaces et composites, Université de Bretagne-Sud, 2006

[BOU 02]: P. Boustingorry, "Élaboration d'un matériau composite à matrice gypse renforcé par bois fragmenté -amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqué en gypse," thèse de doctorat de l'école Nationale Supérieure des Mine de Saint Etienne, Génie des procédés, 2002

[BUS 06]: F.Busnel, B.Eric, C. Baley, Y.Grohens," Influence des traitements chimiques sur les propriétés des surface de fibres de lin –approche nano et macroscopiques" RCMA-16/2006.composites à fibres végétales, PP 75-87

-C-

[CAL 01]: W.D. Calliste Jr., " Science et Génie des matériaux ", Edition Dunod, Mont-Royal, Québec, p. 463..2001.

[CAO 06]: Y. Cao, S. Shibata, I. Fukumoto, "Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments", Composites: Part A 37 423–429 (2006).

[CHA 06]: K.Charle, C.morvan, J.Bréard, JP.Jernot, M.Gomina,"Etude morphologique d'un composite naturel la fibre de lin" revue des composites et des matériaux avancées, Vol16, pp11-24,2006.

[COU 07]: C Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse ligno-cellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse", Thèse de pour obtenir le de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique.2007.

-D-

[DAV 06]: P.Davies, C.Morvan, O.Sire, C.Baley,' propriétés de fibres extraites de phanérogames marines (ZOSTERA marina)", revue des composites et des matériaux avancées, Vol 16, pp41-48,2006.

[DAV 04]: I. J. DAVIES," Best estimate of Weibull modulus obtained using linear least squares analysis: An improved empirical correction factor", Journal of Material Science 39 (2004) 1441 – 1444.

[DAN 07]: R. Danzer, P. Supancic, J. Pascual, T. Lube, "Fracture statistics of ceramics Weibull statistics and deviations from Weibull statistics" *Engineering Fracture Mechanics* 74 ,2919–2932,2007.

[DAY 08]: E. Aamr-Daya , T. Langlet, A. Benazzouk, M. Quéneudec, "Feasibility study of lightweight cement composite containing flax by-product particles: Physico-mechanical properties", *Cement & Concrete Composites* 30 (2008) 957–963

[DOJ 09]: A.Djoudi, M.M, khenfer, A .Bali " Etude d'un nouveau composite en plâtre Renforcé avec les fibres" du SBEIDCO – 1st International Conférence on Sustainable Built Environnement Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, 2009.

-E-

[ELO 09]:A.Elouaer, Z.Aboura, R.Ayad, H.Sabhi et M.L Benzeggagh " Monitoring of fatigue damage in composites based fiber plant ", *Comptes Rendus des JNC 16* ¾ Toulouse, 2009.

-F-

[FAU 06] : J.M. Faulstich.de Paiva, E. Frollini. Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites *Macromol, Material and Engineering*, 291, 2006, 405-417

-G-

[GEI 85]: M.Geier, D.Duedal "Guide pratique des matériaux composites», TEC & DOC (Lavoisier)", Paris, 349P.1985.

[GHA 08]: M. J. Ghazali, C.H.Azhari, S. Abdullah & M. Z. Omar "Characterization of natural fibers (Sugarcane Bagasse) in Cement Composites" *Proceedings of the World Congress on Engineering* , London, Vol II July 2 - 4, 2008.

[GOV 04]: A, Govin,"Aspects Physico -Chimique de l'interaction bois-ciment-modification de l'hydratation du ciment par le bois" thèse de Doctorat de l'université de Limoges ,2004.

[**GOU 06**]: F.Gouanvé, S.Marais, M. Métayer,' composites polyester insaturé renforcés par des fibres de lin'', composites et matériaux avancées, Vol.16, pp.117.128 ,2006.

[**GRO 89**]: A. Grobe, ' Polymer Handbook'', Editions J. Bandrup et E.H. Immergut, New York
, 1989, pp. 117-170.

-H-

[**HAT 04**]: D, Hatsch, ''Interaction hôte/pathogène : étude du modèle Cumulus lupulus Fusarium graminearum. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène,'' thèse de doctorat de l'université de Louis Pasteur Strasbourg I, Sciences du Vivant – Aspects moléculaires et cellulaires de la biologie.2004.

[**HIM 02**] :D.S. Himmelsbach, S. Khalili et D.E. Akin, "The use of FT-IR microspectroscopic mapping to study the effects of enzymatic retting of flax stems", Journal of the science of food and agriculture'', 2002, Vol. 82, pp. 685-696

-J-

[**JOH 08**]: M.J. John, S. Thomas,'biofibre and biocomposite'', Carbohydrate polymer, 71, pp 343-364, 2008.

[**JUN 93**]: T. Jung, R. V. Subramanian, V. S. Manoranjan,' Prediction of fiber strength at the critical length: a simulation theory and experimental Verification for bimodalily distributed carbon fiber strengths''Journal of Matériel Science 284489-4496, 1993.

[**JOL 03**]:N.Joly, ''synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenues par acylation et réticulation de la cellulose'', thèse doctorat de l'université de Limoges, chimie des substances Naturelles, 2003.

-K-

[**KAA 05**] K. Al-Kaabi, A. Al-Khanbashi and A. Hammami, Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: DPF/Polyester Composite properties, Polymer Composites, 2005, 604-613

[KAD 06]

[KHA 05]

-L-

[LAU 06]: F.Laurans, A.Déjardin, J.Pilate, "Physiologie de la formation des parois de fibres de bois", composites et matériaux avancés, Vol.16, pp.27-39,2006.

[LEV 00]: M. Lévesque," L'essai de traction de matériaux composite à fibre continue", thèse de doctorat, université de Montréal, Génie mécanique, 2000.

-M-

[MAH 05]: T.Mahmoud," étude de matériaux renforcés par des fibres organique en vue de leur utilisation dans le renforcement et la réparation des ouvrages tels que les ponts " thèse de doctorat, Institut nationale des sciences appliqués de Lyon, Génie Mécanique, 2005.

[MWA 99]: L. Mwaikambo et E. Bisanda, "The performance of cotton/kapok fabric-polyester composites", Polymer Testing, 1999, pp. 181-198

[MEL 09]: F.Melo, d. Almeida, A.L.F.S. J.A., Toledo Filho, "Use of Curaua Fibers as Reinforcement in Cement Composites" Civil Engineering Département, Coppe/UFRJ, University de Federal do Rio de Janeiro- RJ-Brazil 2009

[MER 09] : M. Merzoud, M.F. Habita, A. Gouasmia," Influence d'un traitement Hygrothermique sur les caractéristiques Physico-mécaniques de composites cimentaire à base de Diss", 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, 2009

[MIC 03]:F. Michaud, "Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage" thèse Phd, univ Laval, 2003.

[MON 80]:B.Montiès, “Les polymères végétaux - Polymères pariétaux et alimentaires non azotés, Gauthier Villars (ed), Paris (1980).

[MOH 00] : A.K. Mohanty, M.A. Khan, G. Hinrichsen, Surface modification of jute and its influence on performance of biodegradable jute-fabric/Biopol composites, Composites Science and Technology, 60, 2000,1115-1124.

[MOU 08] :S.Mouhoubie, Caractérisation de l’interface d’un composite fibre végétale/polypropylène’’,thèse Majister ,Unviersité Farhat Abbas,Algérie,mécanique appliqué :2008.

[MOS 85]: Moselmi, Zientian, “influence of chemical additives on the hydration characteristics of western larch wood –cement -water mixture’’, 1985, Forest product journal 35(7)37-43.

-N-

[NAR 06]:M.Nardin,’’interface fibre-matrice dans les matériaux composites application aux fibres végétales’’, revue des composites et des matériaux avancés, Vol 16, pp 49-61, 2006.

[NET 96] : C. P. ; Seca, A. ; Fradinho, D. ; Coimbra, M.A. ; Domingues, F.; Evtuguin, D. ;Silvestre, A.; Cavaleiro, J.A.S.’’Chemical composition and structural featuresof the macromolecular components of Hibiscus cannabinus grown in Portugal. *Industrial Crops and Products* 5:189-196 1996

[NEN 09]: A. Y. Nenonene,’’Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d’os, de tannin ou de mucilage’’, thèse de doctorat de l’université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, 2009.

[NOI 00] : M.N. Noirfontaine, Étude structurale et cristallographie du composé majoritaire du ciment anhydre : le silicate tricalcique’’, thèse de doctorat, école polytechniques, 2000.

-P-

[PAL 84]: P.K. Pal, "Jute reinforced plastics: a low cost composite material", *Plastics and rubber processing and applications*, pp. 215-219.1984.

[PAN 07]: D, Panaitescu, Miroe, Z.Vuluga, D.Donescu, M.Dan, Serban, D.Florea "Effect of interaction in Natural fiber polymer composites, " *Revue Romaine de Chimie*, 52(4), 409–414, 2007.

[PEY 07] :C,S,Peyratou ,M,L,Troede,T,Chotard, J,P,Bonnet,A,Smith," *Modification Physico-chimique des interactions entre les fibres de la chanvre et la chaux: impact sur les propriétés mécaniques des mortiers*",18eme congrès français de mécanique, Grenoble,2007.

[PLA 04] : D.Platel,"impact de l'architecture macromoléculaire des polymères sur les propriétés physico-chimiques des coulis de ciment ", thèse de doctorat 'Université Pierre et Marie Curie, Physique et Chimie des Matériaux, 2004.

[PLA 09]: V, Placet "Effect of hydrothermal treatment on the mechanical properties of natural fibers composite", JNC 16, Toulouse, France (2009).

[PRO 09]: G. Promis¹, A. Gabor¹, P. Hamelin, "Behavior of beams made in textile reinforced mineral matrix composites" *Comptes Rendus des JNC 16* ¾ Toulouse, 2009.

-R-

[RAG09]: M.Ragoubi, S.Molina, G.Béatrice, M.andres "Evaluation of mechanical behavior of Hemp-PP composites materials under plasmatic surface modification" compte rendu des JNC 16- Toulouse 2009

[ROW 95]: R.M. Rowell' *Composite Materials from Agricultural Resources*" Olsen, Ole; Rexen, Finn; Larsen, Jorgen, eds. *Research in industrial application of non food crops*, I: plant fibers: Proceedings of a seminar; 1995 May; Copenhagen, Denmark.Linkboy, Denmark Academy of Technical Science: 27-41

-S-

[SAH 10]: P Saha, S Manna , S R Chowdhury , R Sen ,D Roy , B Adhikari, "Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment" Bioresource Technology 101 (2010) 3182–3187.

[SAT 02]: C.Satge,"Etude de nouvelles stratégies de valorisation de mono et polysaccharides", thèse doctorat de l'université de limoges, chimie des substances naturelles, 2002.

[SAT 09]: G.Satyanarayana, G.C.Arizaga, F.Wypych, "Biodegradable composite based on lignocellulosique Fibers- An overview ", progress in polymer Science, 34, pp 982-1021, 2009.

[SAV 00]:J.H. Savastano, P.G. Warden et R.S.P. Coutts, "Brazilian waste fibers as reinforcement for cement-based composites", Cement and Concrete Composites, pp. 379-384, 2000.

[SCE 04]: A .SCHEYER, "Développement d'une méthode d'analyse par CPG/MS/MS de 27 pesticides identifiés dans les phases gazeuse, particulaire et liquide de l'atmosphère. Application à l'étude des variations spatio-temporelles des Concentrations dans l'air et dans les eaux de pluie", thèse doctorat, université de LOUIS PASTEUR DE STRASBOURG, 2004.

[SCR 01]: K.L. Scrivener, « Historical and present day applications of calcium aluminate cements », Calcium Aluminate Cements, Edition R.J. Mangabhai et F.P. Glasser, pp. 3-23, 2001.

[SED 07]: D Sedan, "Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composites", thèse doctorat de l'université de limoges, matériaux céramiques et traitement de surface, 2007.

[SEI 80] : G. Seidel, H. Huckuf et J. Stark, « Technologie des ciments, chaux et plâtres, processus et installations de cuisson » Paris : septima, 1980.

[SHA 06]: B.R. Sharma, Naresh L., N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant and U.C. Merchant Lucid "Colloids Limited Jodhpur"-342005, Rajasthan, India,2006.

[SIL 09]: F.A. Silva, R.D.Filho; J.A.M.Filho, E.MR.Fairbairn, "Physical and mechanical properties of durable sisal fiber-cement composites", *Constructions and Building Materials*, 2009

[SRE 03]: M.S. Sreekala et S. Thomas, "Effect of fiber surface modification on water-sorption characteristics of oil palm fibers", *Composites Science and Technology*, 2003, Vol. 63, pp. 861-869.

[SYD 03]: H. D. Sydenstricker, S. M. Sandro, C. Amico "Pull-out and other evaluations in sisal-reinforced polyester biocomposites" *Polymer Testing* 22, 375–380, 2003.

-T-

[TAY 97]: H.F.W. Taylor, "Cement chemistry", 2nd edition, University of Aberdeen, 2007

[THI 95]: S. Thiebaud, "Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux", thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, Sciences des Agroressources, 1995.

[TON 09]: G.H.D. Tonoli, U.P. Rodriguez Filho b, H. Savastano Jr. c, J. Bras d, M.N. Belgacem d, F.A. Rocco Lahr "Cellulose modified fibres in cement based composites", *Composites: Part A* 40 2046–2053.2009.

[TRE 83]: D.Trembley "Béton de ciment", Modulo Editeur, 1983.

-V-

[VER 04]: C.Ververis, K.Georghiou, N.Christodoulakis, P. Santas, R.Santas. "Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their Suitability for paper production. *Industrial Crops and Products* 19: 245–254, 2004.

-W-

[WEA 67]: R.C. Weatherwax et H. Tarkow, “Effect of wood on the setting of Portland cement: decayed wood as an inhibitor”, Forest Products Journal, 1967, pp. 30-32.

[WIL 84]; C.R. Wilding, A. Walter et D.D. Double, “A classification of inorganic and organic admixtures by conduction calorimetry”, Cement and Concrete Research, 1984, pp. 185-194

-Z-

[ZAF 07]: N.E. Zafeiropoulos, C.A. Baillie, “ A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibers: Part II. Application of Weibull statistics”, Composites: Part A 38, 629–638, 2007.

[ZIN 99]: P. Zinck, M. F. PaysR. Rezakhanlou, J. F. Gerard, ‘ Mechanical characterization of glass fibers as an indirect analysis of the effect of surface treatment’’, Journal of Material Science 34, 2121 2133, 1999.

Conclusion générale

L'objectif de ce travail était la préparation et la caractérisation de nouveaux matériaux composites à base des fibres végétales locale (Diss) et à matrice cimentaire (Ciment portland)

Dans un premier temps nous avons étudié la fibre végétale de Diss. L'analyse chimique a révélé que les fibres de Diss sont constituées principalement de cellulose, Hémicellulose pectine et de lignine. Il est important de noter que des études antérieures ont souligné que les paramètres tels que la nature, le lieu de culture et les conditions de récolte des fibres végétales influencent de manière importante sur la composition chimique. On souligne que l'analyse chimique de la fibre de Diss révèle qu'elle est constituée de plus de 44 % de cellulose.

Ensuite nous avons testé des fibres brutes de différentes longueurs utiles (20, 30, 40, 50, 60, 70,80 et 100 mm) afin d'étudier le comportement mécanique de renforts. Ces derniers présentent un comportement fragile et que plus la longueur testées des fibres augmentent leur résistance diminue. Cela provient du fait que la rupture est due à la propagation des défauts préexistants et que le nombre et la sévérité de ces défauts augmente avec la longueur testée. Vu la dispersion observée des résultats, nous avons entamé une étude statistique de la résistance à la rupture, basée sur la théorie de Weibull. Les analyses sont faites sur la base des différentes formes de distributions (Weibull à 2 paramètres ; à 3 paramètres et bimodale). Nous avons constaté qu'il existe deux types de populations de défauts. Par conséquent la rupture des fibres est gouvernée par deux populations. Le traitement chimique des fibres n'a pas anéanti l'une des deux populations de défauts

Nous avons montré que le traitement par NaOH améliore les propriétés mécaniques des fibres. Nous avons optimisé le temps de traitement chimique et la concentration de cette dernière. Un temps de traitement de 2 heures donne un meilleur comportement mécanique par rapport aux autres temps. Or ce traitement n'a pas d'effet notable sur le module de Weibull.

L'analyse physique a permis de montrer que le traitement rend la fibre moins dense et plus poreuse.

La deuxième partie de notre travail présente les résultats de la caractérisation mécanique des composites élaborées à base du ciment, et de fibres de Diss brutes, et traitées..

Les essais mécaniques (flexion trois points) ont révélé, un comportement de semi fragile du composite. On constate que la partie décroissante de la courbe charge déplacement présente un aspect typique des composites. On voit clairement les mécanismes qui opèrent lors de la propagation des fissures pontées par des fibres (chute puis reprise de charge)

Une diminution de la résistance à flexion est observée, pour les composites Ciment/Fibres brutes. Cette réduction correspond à 16.73%. Elle est due à la porosité non contrôlée.

Les traitements chimiques réalisés sur les fibres améliorent l'adhésion inter-faciale fibre matrice (amélioration de 18.02 % de la résistance à flexion par rapport au ciment seul).

Le composite réalisé par un renfort traité thermiquement présente la contrainte à la rupture la plus élevée (amélioration de 37 % par rapport au ciment seul et 64.94 par rapport au composite ciment/fibres brutes.)

L'ensemble de travail montre que les fibres Diss peuvent être utilisées avec succès comme renfort biodégradable dans une matrice cimentaire.

Cette étude mérite d'être complétée par différentes fractions massiques de renforts dans l'objectif d'obtenir le taux des fibres idéale. Dans une optique d'envisager leur application industrielle, on préconise de mettre au point un procédé de traitement mécanique pour la mise en valeur de cette herbe relativement abondante dans notre pays. par exemple, la matrice serait constituée non plus exclusivement d'un ciment mais d'un béton contenant des granulats minéraux. Il faudrait examiner à nouveau cette nouvelle composition.

Résumé:

L'utilisation des fibres végétales dans une matrice cimentaire confère des propriétés intéressantes aux composites.

Le but de ce travail est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à matrice cimentaire renforcé par les fibres végétales de Diss. Vu la délicatesse des essais mécaniques et la dispersion du résultat, nous avons entamé une étude statistique de la résistance à la rupture, basé sur la théorie de Weibull.

Le traitement alcalin par la soude et le traitement thermique éliminent les sucres circulants à la surface des fibres et dégradent les hémicelluloses, ce qui permet d'augmenter la rugosité des fibres; cela résulte une amélioration des propriétés mécaniques du composite. Ces composites possèdent une grande souplesse ainsi qu'une plus grande résistance en flexion que le ciment seul, caractéristiques très intéressantes pour certaines applications du bâtiment.

Mots clés : Hydratation du ciment – fibres naturelles – composites a base cimentaire – propriétés mécaniques-Theorie de Weibull.

Abstract:

The use of vegetable fibres in a cement material gives interesting properties to composites. The aim of this work is the development and the characterization of a new composite material with cementing matrix reinforced by vegetable fibers of Diss. Considering the delicacy of mechanical tests and the dispersion of the result, we initiated a statistical study of the tensile strength, based on the theory of Weibull.

The alkaline treatment with sodium hydroxide and heat treatment degrades hemicellulose contained in the fibers and seems to roughen the surface, which results an improvement from the mechanical properties of the composite. So, an improvement of the mechanical properties of the composite is observed. The fibers network in composites permits an increase of the flexural strength associated to a rise of the displacement to rupture. Such composites could be consequently interesting in building applications.

Keywords: Cement hydration – natural fibers – cement based composites – mechanical properties- Theory of Weibull.