



Université de Batna 2 – Mostefa Ben Boulaïd
Faculté de Technologie
Département de Génie mécanique



Thèse

Préparée au sein du Laboratoire de Physique Energétique Appliquée (LPEA)
Université de Batna 1

Présentée pour l'obtention du titre de :
Docteur en Sciences en Génie Mécanique
Option : Science des matériaux

Sous le Thème :

**Durabilité et dégradation des composites bio-sourcés
à base de bois de palmier dattier**

Présentée par:

Abdelhak KARECHE

Devant les membres de jury:

Dr. Mourad BRIOUA	Prof.	Université de Batna 2	Président
Dr. Boudjemaa AGOUDJIL	Prof.	Université de Batna 1	Rapporteur
Dr. Salah MADANI	Prof.	Université de Batna 2	Examineur
Dr. Mosbah ZIDANI	Prof.	Université de Batna 2	Examineur
Dr. Fouad KHALDI	Prof.	Université de Batna 1	Examineur
Dr. Fethi BOURAS	Prof.	Université d'Eloued	Examineur

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé entre 2014 et 2018 au sein du Laboratoire de Physique Energétique Appliqué (LPEA) d'université Elahdj lakhdhar Batna 1.

Je tiens à remercier mon directeur de thèse Pr. Boudjemaa AGOUDJIL de l'université Batna 1, qui m'a tout d'abord permis de réaliser, au sein du LPEA, une thèse sur une thématique qui me tenait particulièrement à cœur, celle des matériaux locaux de construction à grand coefficient d'isolation thermique et à faible impact environnemental.

Je le remercie pour ses conseils éclairés, son enthousiasme et son encouragement tout au long de ma thèse ainsi que pour la liberté et l'autonomie qu'il m'a accordée dans la gestion de mes travaux de recherche.

Je tiens également à le remercier pour sa relecture, ses nombreuses remarques et corrections concernant mon manuscrit.

Une collaboration a notamment permis l'aboutissement de ce travail. Elle était, avec le Centre d'Études et de Recherche en Thermique, Environnement et Systèmes (CERTES) de l'Université Paris-Est Créteil Val de Marne, a été rendue possible grâce à l'investissement de Dr. Abderrahim BOUDENNE, enseignant chercheur, HDR.

Je tiens par ailleurs à remercier Dr. Nawal CHANNOUF de l'université Batna 1 pour les intérêts qu'elle a porté à mes travaux de recherche, le temps qu'elle a consacré à la lecture de mon manuscrit et ses précieuses remarques.

Mes remerciements vont également au Pr. Mourad BRIOUA qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse et aussi aux Pr. Salah MADANI, Pr. Fethi BOURAS, Pr. Fouad KHALDI et Pr. Mosbah ZIDANI, pour avoir accepté de participer au jury.

Table des matières

Liste d'abréviations et symboles.....	i
Liste des figures.....	iii
Liste des tableaux.....	x
Introduction générale.....	1

Chapitre I: Contexte et état de l'art

I. Introduction.....	4
I.1. Fibres végétales.....	4
I.2. Composition chimique.....	4
I.3. Propriétés du bois.....	5
I.3.1. La masse volumique.....	5
I.3.2. La dureté.....	6
I.3.3. La dilatation thermique.....	6
I.3.4. La conductivité thermique.....	6
I.3.5. Thermogravimétries TG des fibres végétales.....	7
I.3.6. Comportement de contrainte-déformation.....	7
I.3.7. Résistance à la propagation de fissures.....	8
I.4. Propriétés acoustiques des matériaux naturels.....	9
I.5. Contrôle d'humidité dans le bois.....	10
I.5.1. Effet d'humidité sur les propriétés mécaniques du bois.....	10
I.6. Bois de palmier dattier.....	11
I.6.1. Botanique du palmier dattier.....	11

I.6.2. Appareil végétatif de palmier dattier.....	11
I.7. Fibre de palmier dattier.....	13
I.7.1. Structure des fibres.....	13
I.8. Composites biosourcés.....	14
I.8.1. Définition.....	14
I.8.2. Biopolymères.....	14
I.8.3. Biominérales.....	14
I.8.4. Autres matériaux biosourcés.....	15
I.9. Effet du renfort végétal.....	17
I.9.1. Interface fibre/matrice	17
I.9.2. Rapport de renfort et dispersion des fibres végétales.....	19
I.9.3. Taux d'humidité.....	20
I.10. Composite de ciment/bois.....	20
I.10.1. Influence du bois sur l'hydratation du ciment.....	21
I.10.2. Compatibilité du bois avec le ciment.....	22
I.10.3. Effet de l'humidité sur les variations dimensionnelles du composite ciment/bois.....	22
I.10.4. Procédés d'amélioration de durabilité.....	23
I.10.4.1. Procédés physiques.....	23
I.10.4.2. Procédés thermiques.....	23

I.10.4.3. Procédés chimiques.....	24
I.10.4.4. Procédés mixtes.....	25
I.11 Synthèse bibliographique sur les matériaux bios-composites.....	25
I.12. Conclusion.....	34

Chapitre II: Etude expérimentale

II. Introduction.....	42
II.1. Matériaux et méthodes expérimentales.....	42
II.1.1. Matériaux.....	42
II.1.1.1. Fibres de bois de palmier dattier.....	43
II.1.1.2. Ciment.....	46
II.1.1.3. Sable.....	46
II.1.2. Préparation des composites.....	47
II.1.2.1. Concentrations et tailles des fibres DPF.....	47
II.1.2.2. Mise en œuvre des composites.....	48
II.2. Mesures des propriétés de composites.....	50
II.2.1. Propriétés physiques.....	50
II.2.1.1. Evolution de la masse.....	50

II.2.1.2. Retrait de séchage.....	51
III.2.1.3. Absorption totale des composites.....	52
II.2.1.4. Gonflement des composites.....	53
II.2.1.5. Porosité ouverte des composites.....	54
II.2.2. Propriétés thermiques.....	56
II.2.2.1 Conductivité thermique des composites.....	56
II.2.3. Propriétés mécanique des composites.....	57
II.2.3.1. Résistance à la compression des composites.....	57
II.2.3.2. Résistance à la flexion des composites.....	57
II.2.4. Propriétés acoustiques.....	58
II.2.4.1. Vitesse ultrason des composites.....	58
II.3. Durabilité et dégradation des composites.....	59
II.3.1. Immersion totales des composites dans différents milieux.....	59
II.3.2. Cycles d'humidifications et de séchages.....	60

II.4. Micro-analyse et caractérisation de la structure du bois de palmier dattier.....	61
II.4.1. Préparation des échantillons.....	61
II.4.2. Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage.....	61
II.5. Thermogravimétrie.....	65
II.5.1. Principe de mesure.....	66
II.6. Conclusion.....	67

Chapitre III: Caractérisation physique et mécanique des composites DPC

III. Introduction.....	69
III.1. Propriétés physiques des composites DPC.....	69
III.1.1. Fibres de bois de palmier dattier.....	69
III.1.1.1. Analyse de surface de fibre DPF.....	69
III.1.2. Thermogravimétrie.....	70
III.2. Caractéristiques physiques de composite DPC.....	72
III.2.1. Masse volumique.....	72
III.2.2. Porosité ouverte.....	74
III.2.3. Gonflement du composite DPC.....	77

III.2.4. Effet de température sur le composite DPC.....	80
III.2.5. Conductivité thermique.....	84
III.2.6. Propriétés acoustiques.....	87
III.3. Propriétés mécaniques.....	91
III.4.1. Résistance à la compression.....	91
III.4.2. Résistance à la flexion.....	94
III.5. Conclusion.....	98

Chapitre IV: Durabilité et dégradation des composites DPC

IV. Introduction.....	103
IV.1. Analyses thermogravimétriques et de rayons X de composite DPC.....	103
IV.1.1. Composite DPC non traité.....	103
IV.1.2. Composite DPC traité.....	105
IV.2. Effet des milieux agressifs sur le composite DPC.....	108
IV.2.1. Milieu acide.....	108
IV.3. Effet des traitements.....	111

IV.3.1. Résistance à la compression	111
IV.3.2. La masse des composites DPC.....	117
IV.3.3. Variation dimensionnelle.....	121
IV.3.4. Résistance à la flexion: Effet de cycles d'humidification et de séchage.....	123
IV.3.5. Résistance à la flexion: Effet des traitements	126
IV.4. Conductivité thermique.....	128
IV.5. Corrélation entre la résistance et la conductivité thermique.....	132
IV.6. Conclusion.....	133
Conclusion générale et perspectives.....	139
Annexes	142

Liste d'abréviations et symboles

L: Longitudinale

T: Transversal

R: Radial

λ, k : Conductivité thermique (W/m. °C ou W/m.k)

a: Diffusivité ($m^2.s^{-1}$)

C_p: Chaleur spécifique ($J.kg^{-1}.k^{-1}$)

α_t : Coefficient de dilatation thermique ($\mu m/m.°C$)

D, d : Diamètre (mm)

H: Humidité (%)

TG : Thermogravimétrie

ATG : Analyse Thermogravimétrie ou variation de masse de l'échantillon

ATD : Analyse Thermique Différentielle ou différence de température entre l'échantillon et la référence (inerte thermiquement)

DTG : Décalage de Thermogravimétrie

HDPE : polyéthylène haute densité

PP: Polypropylène

PLA: Acide polylactique

σ : Contrainte (MPa)

R_c : Résistance à la compression (MPa)

R_f: Résistance à la flexion (MPa)

MEEDM : Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement durable et de la Mer

PVC: Polychlorure de vinyle

E : Module élastique ou de Young (MPa)

NaOH: Hydroxyde de sodium

NaCl : Chlorure de sodium

H₂SO₄ : Acide sulfurique

SO₂ : Dioxyde de soufre

MDP ou DPC: Mortier en fibres de bois de palmier dattier; *Date Palm Concrete*

MDP₃, MFPD₃: Mortier en fibres fine de bois de palmier dattier

MDP₆, MFPD₆: Mortier en fibres grosse de bois de palmier dattier

MDP_{mix}, MFPD_{mix}: Mortier en fibres mixte de bois de palmier dattier

DPF: Fibre de bois de palmier dattier

DPF-A, DPF₃: Fibre de bois de palmier dattier (fine)

DPF-B, DPF_{mix}: Fibre de bois de palmier dattier (mélange)

DPF-C, DPF₆: Fibre de bois de palmier dattier (grosse)

ϕ: Concentration des fibres (%)

ρ: Masse volumique (kg/m³)

MHC: Béton de chanvre moulé

e/c : Rapport d'eau sur le ciment ou rapport d'hydratation

MR, M0: Mortier témoin (sans fibres) ou mortier de référence

DPC5: Mortier renforcé par 5% des fibres de bois de palmier dattier

DPC10: Mortier renforcé par 10% des fibres de bois de palmier dattier

DPC15: Mortier renforcé par 15% des fibres de bois de palmier dattier

MEB, SEM: Microscope électronique à balayage, *Scanning Electron Microscopy*

HG, GH: Gypse

C-S-H: Silicates de calcium hydrates

CPJ: Ciment portland avec ajout minéral

n_a: Porosité ouverte (%)

Wt, pds: weight, poids

DRX: Diffraction de rayons X

C.S.H: Silicates de Calcium Hydratés

C₂S: Silicates bi-calciques

C₃S: Silicates tri-calciques

Ca(OH)₂: Hydroxyde de calcium

SDE, EDS: Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie, Energy Dispersive X-ray

Spectroscopy

ASTM: American society for testing and materials

Liste des figures

Chapitre I: Contexte et état de l'art

Figure I.1: Directions principales du bois; L: Longitudinale, T:transversal et R: radial....	5
Figure I.2: Contrainte-déformation du bois.....	7
Figure I.3: Types de rupture à la compression aux fibres du bois; a) radiale, b) tangentielle et c) sous angle.....	8
Figure I.4: Propagation de fissure du bois: a) fracture des parois cellulaire; b) fissuration par la séparation des cellules adjacente.....	8
Figure I.5: Influence du taux d'humidité sur les propriétés mécaniques du bois: A) traction parallèle au grain ; B) flexion ; C) compression parallèle au grain ; D) compression perpendiculaire au grain ; E) traction perpendiculaire au grain.....	11
Figure I.6: Une palme.....	12
Figure I.7: Fibres de palmier dattier par MEB ; a) Une coupe longitudinale, b) Une coupe transversale.....	13
Figure I. 8: Chanvre en brique et chènevotte	15
Figure I.9: Laine de bois	16
Figure I.10: Laine biosourcée	16
Figure I.11: Liège expansé.....	16
Figure I.12 : Profil de cisaillement aux extrémités d'une fibre.....	17
Figure I.13: Les conductivités thermiques de composite (Mortier-fibres de palmier dattier) en fonction de la teneur en fibres et de la taille de fibres.....	19
Figure I.14: Résistance à la compression de composite (Mortier-fibres de palmier dattier) en fonction de la teneur en fibres et de la taille de fibres.....	25
Figure I.15: Résistance à la flexion et à la compression des composites Mortier/DPF.....	27
Figure I.16: Courbes de déplacement de charge à partir d'un essai de flexion: (a)	

Mortier; (b) Mortier + 21% fibres.....	27
Figure I.17: Masse volumique des matériaux composites (Mortier-DPF).....	28
Figure I.18: Conductivité thermique de composite de fibre de bois de palmier dattier et de mortier naturel en fonction de la teneur en eau.....	29
Figure I.19: Gonflement par immersion des blocs en fonction de la teneur en fibres (Pression de compactage =10 MPa).....	30
Figure I.20: Effet de concentrations des fibres de palmier sur le retrait des différentes mixes après 28 jours de séchage.....	31
Figure I.21: Pénétration des ions chlorure dans les mortiers chargés par des quantités de déchet de plastique.....	32
Figure I.22: Résistance à la compression de différents mortiers chargés par des quantités de déchet de plastique en fonction de la Température.....	32
Figure I.23: Des cristaux de sel dépôt.....	33
Figure I.24: Perte de poids:Plâtre/PP, Plâtre/Sisal, et Plâtre/Kénaf	34

Chapitre II : Etude expérimentale

Figure II.1: Parties essentielles du bois de palmier dattier.....	42
Figure II.2: Procédé du broyage du bois de palmier dattier (EPTR de Batna).....	43
Figure II.3: Différentes tailles des fibres de bois de palmier dattier A, B et C.....	44
Figure II.4: Appareil de tamisage (Retsch.).....	44
Figure II.5: Distribution de la taille (D) de différentes fibres de bois de palmier dattier.....	45
Figure II.6: Distribution de diamètre (D) de différentes graines de sable.....	47
Figure II.7: Malaxeur (ELE internationale).....	49

Figure II.8: Les éprouvettes et les moules; a (15x15x15) cm ³ et b (4x4x16) cm ³	50
Figure II.9: Balance électronique modèle Olivetti.....	50
Figure II.10: Appareil de mesure de retrait de séchage.....	51
Figure II.11: Etuve Memmert model 30-1060.....	52
Figure II.12: Dispositif d'absorption total; (a) DPF, (b) DPC.....	53
Figure II.13: Etuve permanente 24h/24h type JOUAN.....	54
Figure II.14: Opération de mise sous vide de l'échantillon dans le dessiccateur	54
Figure II.15: Dispositif d'imbibition.....	55
Figure II.16: Banc de pesée hydrostatique.....	55
Figure II.17: Dispositif de mesure la conductivité thermique(C-THERM), Model TCi-3-A.....	56
Figure II.18: Appareil d'essai de la résistance de compression (Controlab).....	57
Figure II.19: Appareil d'essai de la résistance de flexion (Toni Technik).....	58
Figure II.20: Appareil de mesure de la vitesse ultrason (ELE international- PUNDIT)...	59
Figure II.21: Définition de la longueur des cycles d'humidification et de séchage (DPC15).....	61
Figure II.22 : Microscope électronique à balayage (MEB).....	62
Figure II.23: Vue générale d'un MEB.....	63
Figure II.24: Emission d'électrons par un échantillon suite à un bombardement par un faisceau électronique.....	64
Figure II.25: Microscope électronique à balayage (MEB), MERLIN	64

Figure II.26: Appareil de désaération.....	65
Figure II.27: Thermo balance: Schéma de principe.....	67
 Chapitre III : Caractérisation physique et mécanique des composites DPC	
Figure III.1: Clichés MEB des fibres DPF.....	70
Figure III.2: Thermogravimétrie d'échantillon DPF à une température constante (200 °C).....	71
Figure III.3: Evolution de la masse volumique de la composite MDP en fonction de temps.....	72
Figure III.4: Les masses volumiques de la composite de gypse et de fibres.....	74
Figure III.5: Evolution de la porosité ouverte de composite DPC.....	75
Figure III.6: Clichés MEB de composite DPC.....	76
Figure III.7: Les taux d'eau absorbée et de gonflement de composite DPC.....	78
Figure III.8: Gonflement des blocs de soles compressées renforcé par des concentrations des fibres de bois de palmier et stabilisées par différentes pourcentages de ciment.....	80
Figure III.9: Variations de la masse perdue de DPC en fonction des concentrations des fibres et du temps.....	81
Figure III.10: Retrait naturel des composites DPC en fonction du temps.....	82
Figure III.11: Retrait naturel des composites en fonction du temps; Mix1 (0% Fibre), mix2 (0.5% Fibres), mix3 (1% Fibres), et mix4 (2% Fibres).....	83
Figure III.12: Conductivité thermique des bio-composites en fonction de la masse volumique.....	85

Figure III.13: Corrélation entre la conductivité thermique et la densité de composites renforcés de noix de coco et durian.....	86
Figure III.14: Conductivité thermique en fonction de la densité.....	86
Figure III.15: Vitesse acoustique de composite DPC en fonction de la teneur en fibres	87
Figure III.16: Vitesse acoustique et porosité ouverte de composite DPC en fonction de la teneur en fibres.....	90
Figure III.17: Résistance à la compression de composite DPC en fonction de la teneur en DPF.....	91
Figure III.18: Image de MEB de zone interfaciale entre la fibre et la matrice de composite DPC.....	92
Figure III.19: Résistance à la compression de composite Mortier/Fibres végétales en fonction de la teneur en fibres.....	93
Figure III.20: Résistance à la compression de composite Gypse/ Fibres végétales en fonction de la teneur en fibres	93
Figure III.21: Résistance à la compression en fonction de la porosité totale de composites	94
Figure III.22: Résistance à la flexion de composite DPC en fonction de la teneur en DPF	95
Figure III.23: Résistance à la flexion de composite Gypse/ Fibres végétales en fonction de la teneur en fibres.....	95
Figure III.24: Ductilité de mortier de ciment renforcé par différentes concentrations de fibres: (a) 0% ; (b) 21%; (c) 35%; (d) 51%.....	97

Chapitre IV: Durabilité et dégradation des composites DPC

Figure IV.1: Thermogravimétrie de composite DPC non traité.....	104
--	-----

Figure IV. 2: Diffractogrammes de rayons X de composite DPC.....	104
Figure IV.3: Thermogravimétries des composites DPC traité dans une solution 5% NaOH.....	106
Figure IV.4: Thermogravimétries des composites DPC traité dans une solution 5% NaCl.....	106
Figure IV.5: Diffractogrammes de rayons X de composite DPC traité dans une solution NaOH	107
Figure IV.6: Diffractogrammes de rayons X de composite DPC traité dans solution NaCl.	108
Figure IV.7: Matière attaquée de composite DPC en fonction de temps d’immersion et de concentration de fibres.....	109
Figure IV.8 : Résistance à la compression en fonction de la teneur en fibres DPF.....	112
Figure IV.9: Effet des traitements sur la résistance à la compression de composite Soil- DPF.....	113
Figure IV.10: Résistance à la flexion; (a) et module de flexion; (b) des composites après les traitements alkalis.....	115
Figure IV.11: Effet du traitement de NaOH sur le module de Young de fibre DPF.....	116
Figure IV.12: Image de MEB d’interface de DPF / mortier après le traitement alcalin.	116
Figure IV.13: Coté gauche; DPC non traité et coté droite; DPC traité dans une solution 5% NaOH.....	118
Figure IV.14: Différents composites traités dans NaCl: (a) plâtre-PP, (b) plâtre-sisal et (c) plâtre-kénaf	118
Figure IV.15: Evolution de poids de composite MDP en fonction de teneurs en DPF et de traitements.....	119
Figure IV.16: Différents composites traité dans NaCl: (a) plâtre-PP, (b) plâtre/sisal et	

(c) plâtre/ kénaf	120
Figure IV.17: Image (MEB) de composite DPC traité dans un milieu alcalin.....	120
Figure IV.18: Image MEB : Cristaux de NaCl sur le composite de chanvre-chaux.....	121
Figure IV.19: La variation dimensionnelle des composites DPC en fonction des concentrations des fibres et de cycles d’humidification et de séchage.....	122
Figure IV.20: Résistance à la flexion des composite DPC en fonction des nombre de cycles d’humidification et de séchage et des concentrations des fibres.....	124
Figure IV.21: Résistance à la flexion des composites de ciment de sisal (M1S2S1) et de ciment et des fibres de noix de coco et de sisal (M1C2S1) après plusieurs cycles d’humidification et de séchage.....	125
Figure IV.22: Images rétrodiffusées de sections transversales de composite (ciment et noix de coco) soumis aux cycles d'humidification et de séchage: (a) grossissement moyenne; (b) grossissement supérieur.....	126
Figure IV.23: Résistance à la flexion des composite DPC en fonction des traitements alcalis et des concentrations des fibres.....	127
Figure IV.24: Résistance à la traction des blocks de sol comprimé renforcés par des fibres de bois de palmier dattier.....	128
Figure IV.25: La conductivité thermique des composites DPC en fonction des traitements et de teneurs en fibres DPF.....	129
Figure IV.26: Eau stockée dans les composites DPC en fonction de nombre de cycles d’humidification et de séchage.....	130
Figure IV.27: La conductivité thermique de composite sol/DPF (traité et non traité)...	131

Liste des tableaux

Chapitre I: Contexte et état de l'art

Tableau I.1: Composition chimique de quelques fibres végétales naturelles.....	5
Tableau I.2 Prospérités thermiques des matériaux de constructions	6
Tableau I.3: Prospérités mécaniques de quelques composites biosourcés.....	14
Tableau I.4: Classification fonctionnelle de béton léger de RILEM.....	26

Chapitre II: Etude expérimentale

Tableau II.1: Résultats des tamisât cumulés de trois échantillons de bois.....	45
Tableau II.2: Composition chimique de ciment Portland d'Ain Touta.....	46
Tableau II.3: Composition massique de béton de bois pour 1m ³ de mélange.....	48
Tableau II.4: Composition massique en pourcentage des différents échantillons de mortier de fibres.....	48
Tableau II.5: Composition massique en kilogramme des différents échantillons de mortier de fibres.....	48

Chapitre III: Caractérisation physique et mécanique des composites DPC

Tableau III.1: La diminution de la masse volumique (kg/m ³) des composites DPC.....	73
Tableau III.2: Conductivité thermique des composites DPC.....	84
Tableau III.3: Vitesse longitudinale V _l et la vitesse transversale V _T des composites DPC.....	91
Tableau III.4: Propriétés acoustiques des matériaux de construction.....	89
Tableau III.5: Valeurs de la résistance à la compression et à la flexion des biocomposites.....	97

Chapitre IV: Durabilité et dégradation des composites DPC

Tableau IV.1: Résistance à la compression et conductivité thermique après et avant les traitements des composites DPC.....	132
Tableau IV.2: Classification fonctionnelle de béton léger.....	133

Introduction générale

L'Algérie est classée en première position aux niveaux africain et arabe en matière de protection de l'environnement, selon un classement établi par des chercheurs américains de l'Environnement en s'appuyant sur des mesures comme la qualité de l'air, de l'eau, de la biodiversité, des contraintes sur les écosystèmes, des traitements des déchets et de la gouvernance de l'environnement [1].

En ce sens, l'Algérie a lancé deux principaux programmes, le Schéma National d'Aménagement du Territoire (SNAT) et le Programme de Développement des Energies Renouvelables et l'Efficacité Energétique (PDEREE) qui couvrent la période 2010-2030. Ces projets sont la continuité des précédents programmes qui visent la réduction des émissions de carbone due à la combustion d'énergie fossile, le développement des énergies renouvelables et de l'efficacité énergétique, ainsi que la préservation des ressources naturelles.

Le bâtiment est l'un des principaux secteurs énergivore qui repose majoritairement sur les combustibles fossiles en pétrole et gaz (99%) constituent la source principale des rejets polluants en Algérie [2].

Le bâtiment apparaît comme un secteur clef des programmes d'économie d'énergie en Algérie. Il est possible de diminuer significativement cette consommation en renforçant l'isolation thermique des bâtiments existants et en utilisant des matériaux issus de matières premières renouvelables comme les matériaux végétaux.

En fait, les matériaux à fibres végétales sont une réponse parfaite au problème de l'impact environnemental des matériaux (énergie grise et émissions polluantes) et la réduction de la consommation énergétique du bâtiment.

En Algérie, parmi les matériaux à base de produits végétaux, le bois de palmier dattier qui a été le plus utilisé dans la construction des maisons grâce à ses principaux avantages: grande disponibilité [3], renouvellement permanent, bilan énergétique et écologique très favorable [4]. Cette réflexion conduit les chercheurs vers l'utilisation des nouveaux matériaux biosourcés pour constituer des systèmes économes en énergie tout en assurant le confort de l'habitat.

Les recherches effectuées jusqu'à ce jour, par exemple: Agoudjil *et al.* [4], Benmansour *et al.* [5], Chikhi *et al.* [6], Haba *et al.* [7] et Kareche *et al.* [8] ont pu déterminer les propriétés physiques, mécaniques et thermiques et d'évaluer les performances hygrothermiques d'un matériau composite en mortier de bois de palmier dattier.

Dans ce contexte, ce travail a pour objectif d'étudier et d'analyser la durabilité et la dégradation de ce matériau composite biosourcé.

La connaissance d'une telle réponse est importante, elle permet de connaître la durée de vie de ce composite quand il serait utilisé dans la construction, il peut être influencé et dégradé par les conditions environnementales.

De ce fait, il est nécessaire d'avoir d'autres propriétés de ces nouveaux biocomposites renforcés par des fibres naturelles de bois de palmier dattier afin de comprendre leurs performances sous des conditions agressives (les températures, les acides, les sels, les alcalins, les cycles d'humidification et de séchage) qui peuvent provoquer leur désintégration au cours de leur durée de vie.

Les travaux de cette thèse se scindent en quatre chapitres:

Le premier chapitre est consacré à la présentation des matériaux naturels; fibres végétales naturelles, leurs propriétés et utilisations, différents types de composites biosourcés, leurs utilisations et avantages.

La deuxième partie est consacrée à la présentation d'une synthèse sur la durabilité et la dégradation des matériaux composites biosourcés à base de matrice inorganique et de fibres naturelles. Ensuite, nous nous concentrerons sur les composites à base de liant hydraulique de ciment et de fibres fines de bois de palmier dattier en présentant l'état de l'art des propriétés physiques, thermiques et mécaniques de ce composite biosourcé.

Le deuxième chapitre est composé de deux parties, la première partie est dédiée aux matériaux utilisés et aux techniques de mise en œuvre des composites biosourcés à base de bois de palmier dattier.

La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des dispositifs de mesures et des méthodes de caractérisation des propriétés physiques, thermiques et mécaniques des composites étudiés.

Dans le troisième chapitre, on s'intéresse à la caractérisation physique et mécanique des composites biosourcés élaborés à base de mortier de ciment contenant des fibres fines de bois de palmier dattier (DPC). Les résultats obtenus ont été présentés et comparés à ceux existants dans la littérature pour une application d'isolation thermique et de construction de bâtiments.

Le quatrième chapitre est consacré à l'analyse des résultats de durabilité et de dégradation de mortier de ciment renforcé par les fibres de bois de palmier dattier (DPC). Dans ce chapitre on

s'intéresse à l'influence des conditions de vieillissement: Température, milieux agressives et les cycles d'humidifications et de séchages sur les propriétés physiques, thermiques et mécaniques de composite DPC.

Les résultats obtenus ont été présentés et comparés à ceux existants dans la littérature.

Références

- [1] <http://portail.cder.dz/spip.php?article2758>, "Extrait du Portail Algerien des ENERGIES RENOUVELABLES," 2019.
- [2] R. Y. Bouacida, "What integration of Algeria in sustainable development: An analytical test using statistics indicators," Université de Skikda; Algérie, CAE-CERGAM, AMU, France 2016.
- [3] F. Abdouche, "Communication from the Botanic unit development at the Ministry of Agriculture and Rural Development - Algeria," *Algerian Press Service, APS*. 30 March 2010: Algiers.
- [4] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, "Renewable materials to reduce buildings heat loss: characterization of date palm wood," *Energy and Buildings*, vol. 43, pp. 491-497, 2011.
- [5] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, A. Kareche, and A. Boudenne, "Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building," *Energy and Buildings*, vol. 81, pp. 98-104, 2014.
- [6] M. Chikhi, B. Agoudjil, A. Boudenne, and A. Gherabli, "Experimental investigation of new Bio-composite with low cost for thermal insulation," *Energy and Buildings*, vol. 66, pp. 267-273, 2013.
- [7] B. Haba, B. Agoudjil, A. Boudenne, and K. Benzarti, "Hygric properties and thermal conductivity of a new insulation material for building based on date palm concrete," *Construction and Building Materials*, vol. 154, pp. 963-971, 2017.
- [8] A. Kareche, B. Agoudjil, B. Haba, and A. Boudenne, "Study on the durability of new construction materials based on mortar reinforced with date palm fibers wastes," *Waste and Biomass Valorization*, vol. xxx-xxx, pp. xxx-xxx, 2019.

Chapitre I:

Contexte et état de l'art

I. Introduction

Ce chapitre de contexte et état de l'art est dans une première partie consacrée à la description des matériaux biosourcés. Il est scindé en quatre parties: La première partie est consacrée à la présentation de l'état de l'art des fibres végétales. Dans la deuxième partie on va déterminer les paramètres des fibres végétales qui influencent les bio-composites. La troisième partie est consacrée aux bio-composites à base de liant hydraulique de ciment et de fibres de bois de palmier dattier. Le dernier volet concernera la synthèse bibliographique sur les bio-composites. En se focalisant sur leurs propriétés physiques et mécaniques, ainsi que leurs résistances aux conditions de vieillissement.

I.1. Fibres végétales

Les fibres végétales sont plus en plus utilisées dans le domaine d'isolation grâce à leurs caractéristiques intéressantes (physiques, mécaniques, acoustiques...). Elles sont considérées des ressources abondantes, renouvelables, recyclables et durables. Les végétaux se renouvellent périodiquement et par conséquent assurent une ressource abondante sachant que les autres ressources (charbon, pétrole, gaz) vont épuiser d'ici quelques décennies. Les fibres végétales naturelles regroupent différentes catégories, selon leurs origines botaniques tel que les plantes ou les bois et leurs localisations dans la plante [1]. On peut classer les fibres végétales comme suite :

➤ Les fibres de bois

Les fibres de bois d'angiospermes (frêne, bouleau, chêne) et de gymnospermes (cèdre, pin, épicéa)

➤ Les fibres de plantes cultivées :

Ces fibres se classent en deux catégories principales: les fibres synthétiques et les fibres naturelles. Ces dernières, qui conduisent aux composites biosourcés, peuvent aussi être classées selon leur origine, végétale ou animale. La différence principale se trouve dans leur composition: les fibres végétales sont généralement composées de ligno-cellulose et les fibres d'origine animale sont généralement composées de protéines [2].

I.2. Composition chimique

Le bois est un matériau très hétérogène; sa composition chimique est donc complexe. On peut classer la composition du bois en trois catégories principales: la cellulose, les hémicelluloses

et les lignines. Le taux de ces compositions est différé d'une fibre à l'autre (voir le tableau I.1).

Tableau I.1: Composition chimique de quelques fibres végétales naturelles[3].

Fibres	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
Palmier	32-35.8	24.4-28.1	26.7-28.7

I.3. Propriétés du bois

Le bois est un matériau anisotrope. Car ses propriétés sont différentes dans les trois directions. Comme il est montré dans la figure I.1.

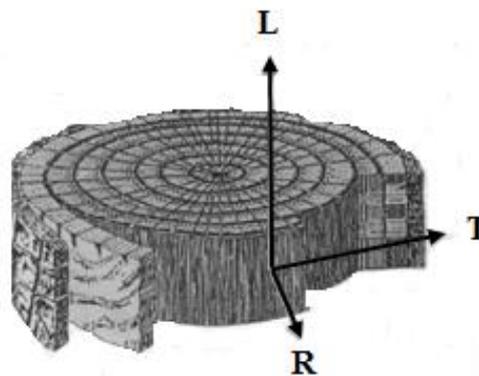


Figure I.1. Directions principales du bois; L: Longitudinale, T:transversal et R:radial [4].

Le bois est caractérisé par un certain nombre de propriétés physiques sont :

I.3.1. La masse volumique

La masse volumique du bois est généralement variée selon le type de bois, certains sont légers et d'autres sont lourds. Elle varie d'une essence à l'autre, mais aussi au sein d'une même

espèce. La masse volumique du bois diminue généralement avec sa porosité et sa résistance mécanique et vice versa. La caractérisation de la porosité du bois est indispensable, plus le bois est léger, il sera moins résistant, dur et stable.

I.3.2. La dureté

La dureté d'un bois est une mesure prise sur leur face radiale. Elle permet de tester sa résistance à la pénétration. Ce test est réalisé à l'aide d'une pointe métallique de plus de 20 mm et de 30 mm de diamètre, avec une force appliquée de 1960 Newton, selon la norme NF P63-202-1.

I.3.3. La dilatation thermique

La dilatation thermique du bois est définie par l'augmentation relative de sa longueur initiale en fonction de la température. Dans le cas du bois, la déformation contrairement à la dilatation est particulièrement formulée.

Le coefficient de dilatation thermique α_t reste dans tous les cas plus faible que le rétrécissement dû à la perte d'humidité, ce coefficient est compris entre 3 et 6 (voir le tableau I.2) dans la direction longitudinale du bois [5].

I.3.4. La conductivité thermique

La conductivité thermique λ du bois et leurs dérivatives sont très faible par rapport à la plupart des matériaux de construction utilisés. La conductivité thermique est dépendue au taux d'humidité et à la direction considérée (voir le tableau I.2).

Tableau I.2: Propriétés thermique des matériaux de constructions [5].

Matériau	α_t ($\mu\text{m}/\text{m}.\text{°C}$)	λ (W/m. C°)	
		H=12%	H=35%
Béton armé	12	1.5	
Acier	12	50	
Laine minérale	24	175	
Chêne (d = 0,65mm):Direction L	3 à 6	0.3	0.34
Direction R et T		0.2	0.16
Epicéa (d = 0,45mm):Direction L	3 à 6	0.2	0.25
Direction R et T		0.13	0.12
Panneaux de fibres de bois isolant		0.045	/

I.3.5. Thermogravimétries TG des fibres végétales

L'un des problèmes majeurs posés par les fibres végétales est leur résistance limitée à la température. La thermogravimétrie (TG) des fibres végétales varie d'un composant à l'autre. Par exemple, la cellulose se dégrade au-dessus de 300 °C, l'hémicelluloses dégrade au-dessus de 250 °C et la lignine se dégrade très significativement dès 180 °C [6].

I.3.6. Comportement contrainte-déformation

Le comportement mécanique du bois est influencé par divers facteurs: La masse volumique, l'humidité, la température et la durée de chargement. La figure I.2 montre des courbes typiques de contrainte-déformation dans les conditions humides de chargement[7].

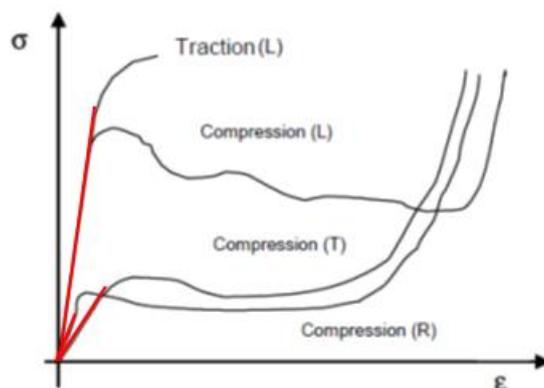


Figure I.2. *Contrainte-déformation du bois [5].*

D'après la figure I.2, l'allongement ε du bois à la rupture de traction est relativement faible dans la direction L, mais sa contrainte ultime (en couleur rouge) est très élevée. Cependant, la contrainte ultime à la rupture de compression était très faible dans les directions R et T, contrairement à la direction longitudinale, qu'est plus élevé.

Le comportement de contrainte à la compression dans les trois directions est similaire, avec un plateau qui correspond à la déformation des parois des cellules, suivie d'une augmentation de la contrainte lorsque les parois sont en contact. La limite d'élasticité longitudinale est beaucoup plus élevée que dans les directions radiales et tangentielles, et la région de plateau est dentelée [5].

D'après la figure I.3, il y a des systèmes basiques de la rupture à la compression qui dépendent de l'orientation des anneaux de croissance par rapport la direction du chargement. Une rupture radiale se produit dans la zone du bois de cœur (a).

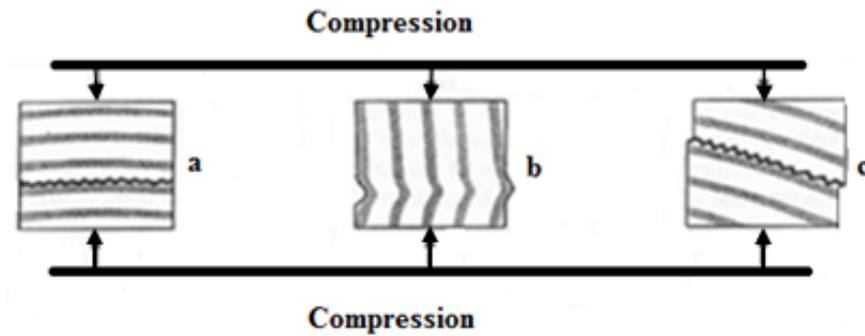


Figure I.3. Types de rupture à la compression aux fibres du bois; a) radiale, b) tangentielle et c) angulaire [5].

La compression tangentielle (b) résulte des boucles des anneaux de croissance. Les plis apparaissent généralement aux endroits où les cellules se courbent pour laisser place à un rayon ligneux, et la bande de flambement se forme à un angle de 45 à 60°. A cause de ce plissement, la résistance à la compression est plus faible de deux fois que la résistance à la traction. C'est une caractéristique des composites. Le cisaillement se produit souvent par un chargement sous l'angle des anneaux de croissance (c) [7].

I.3.7. Résistance à la propagation de fissures

La résistance à la propagation de fissures du bois est un facteur important: Il permet d'évaluer la susceptibilité de rompre soudainement et à l'improviste par la propagation rapide d'une fissure. Dans la structure du bois, le défaut initial peut être un nœud du bois, une coupure de scie ou des cellules endommagées par une manipulation trop brutale [5]. On distingue deux types de la propagation de fissure du bois (voir la figure I.4).

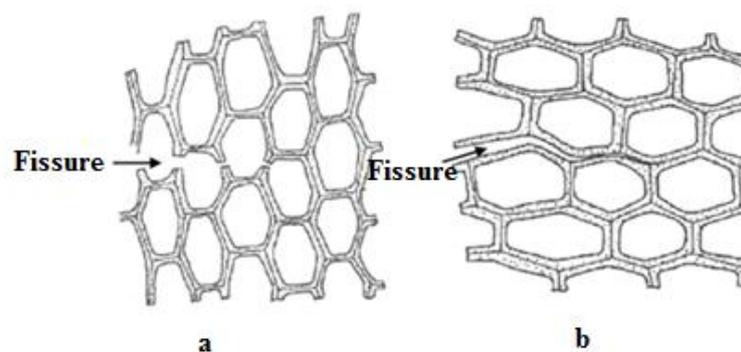


Figure I.4. Propagation de fissure du bois: a) fracture des parois cellulaire; b) fissuration par la séparation des cellules adjacentes [5].

I.4. Propriétés acoustiques des matériaux naturels

Les propriétés acoustiques des matériaux naturels dépendent de plusieurs facteurs; La résistance à la diffusion d'air, la masse volumique, la tailles des fibres et leurs diamètre, l'homogénéité des particules ou des fibres, le taux d'absorption, le dosage de renfort et la porosité.

Le comportement des fibres végétales dépend fortement de la résistance à la diffusion d'air dans les matériaux, elle-même étant contrôlée par la masse volumique apparente de ces matériaux.

Par exemple, les fibres et les particules de chanvre et de bois ayant des caractéristiques semblables. Ces matériaux bio-sourcés prévoient à la fois que les performances acoustiques des fibres, les particules et le béton de chanvre sont de haut niveau, et peuvent être contrôlées en amont par sa masse volumique [8].

D'autres facteurs sur les propriétés des matériaux acoustiques naturels, ont été mis en évidence par Oldham *et al.*[9]. Dans le cas des matériaux à base de fibres naturelles pour lesquels les propriétés sont contrôlées à la fois parla masse volumique des matériaux et le diamètre des fibres.

Les meilleurs absorbants de cette étude sont ceux réalisés avec des fibres de faible diamètre et peuvent atteindre d'importantes masses volumiques. Ensuite, dans leurs études, la configuration des tiges, créant des pores à la fois entre elles, et à l'intérieur de ces dernières confère au matériau d'une absorption très forte aux basses fréquences des ondes acoustiques.

Dans un autre cas, les matériaux recyclés à base de cellulose sont bien connus pour ses propriétés acoustiques. Philippe Glé [10] a caractérisé l'absorption de ce matériau en fonction du dosage, et pour trois types de renforts, sous forme de fibres, de paquets et d'un mélange des deux.

Le choix du type de renfort est considéré donc un levier d'action permettant d'améliorer sensiblement l'absorption, cela d'autant plus pour de forts dosages en renfort de cellulose et dans le cas où le renfort est sous forme de paquets.

Dans ce dernier cas, l'étude montre que la maîtrise de la réaction chimique à l'origine de ce matériau permet de contrôler la porosité, les tailles de pores du matériau, et l'ouverture des pores, afin de développer des produits dont les performances peuvent être visées aussi bien en absorption acoustique [10].

I.5. Contrôle d'humidité dans le bois

La détermination expérimentale de la teneur en eau dans le bois peut se faire de diverses manières :

➤ **Par pesée :**

Le taux d'humidité (H) d'un échantillon de bois s'exprime en pourcentage. Il est égal à la masse d'eau comprise dans l'échantillon (m_H) par rapport à la masse à l'état sec m_0 .

$$H(\%) = \frac{m_H - m_0}{m_0} \times 100 \quad (I.1)$$

Avec m_H la masse de l'échantillon à l'air ambiant, M_0 la masse de l'échantillon sec. La norme française, NF B 51-004, conseille de mesurer la masse à l'état sec d'un échantillon après séchage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'à obtention d'une masse constante [11].

➤ **Par les propriétés électriques du bois :**

Comme la résistivité du bois varie en fonction de sa teneur en eau, on peut estimer le taux d'humidité en déterminant sa résistance électrique ou sa conductivité [12].

➤ **Par adsorption d'un rayonnement X :**

Le système de mesure consiste à balayer par des rayons X la pièce en bois et à mesurer au moyen d'un détecteur le spectre de la face opposée [12].

➤ **Par sonde de l'humidité relative :**

La mesure est effectuée par une sonde enfoncée dans une cavité forée dans le bois qui détermine l'humidité relative de l'air emprisonné à l'intérieur [13].

I.5.1. Effet d'humidité sur les propriétés mécaniques du bois

La teneur en eau est un paramètre influant les propriétés mécaniques du bois comme la montre la figure I.5. Les propriétés mécaniques d'un échantillon de bois varient en fonction de sa teneur en eau et du sens de la sollicitation mécanique.

La diminution de la contrainte en traction parallèle au grain, la flexion et la compression parallèle au grain sont bien supérieure que la diminution de la contrainte en compression

perpendiculaire au grain et la traction perpendiculaire au grain lors d'une exposition aux différentes teneurs en eau.

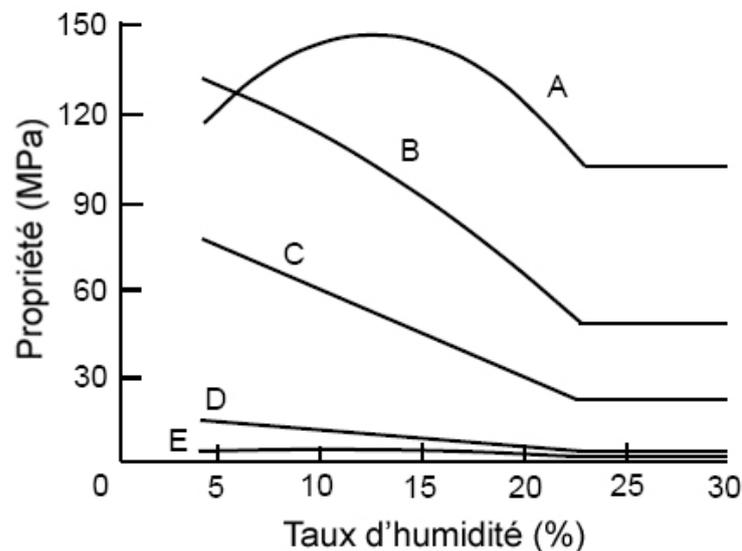


Figure I.5. Influence du taux d'humidité sur les propriétés mécaniques du bois : A) traction parallèle au grain ; B) flexion ; C) compression parallèle au grain ; D) compression perpendiculaire au grain ; E) traction perpendiculaire au grain [14].

Des raisons économiques, il est recommandé que le séchage du bois se réalise généralement par exposition prolongée à l'atmosphère ambiante. L'équilibre atteint est compris entre 10 et 15% en eau. Notons qu'au-delà du point de saturation de la fibre (voir la figure I.5), les propriétés mécaniques du bois ne varient plus et restent à leur plus bas niveau [14].

I.6. Bois de palmier dattier

I.6.1. Botanique du palmier dattier

Le nom scientifique (*Phoenix dactylifera* L.), du palmier dattier dénommé par Linné en 1734, provient du mot phénicien *Phoenix* qui signifie palmier, alors que *dactylifera* provient du mot grec "dactylos" qui signifie le doigt, illustrant la forme en doigt des dattes [15].

I.6.2. Appareil végétatif de palmier dattier

Il est composé des parties suivantes :

❖ Tronc ou stipe :

C'est un tronc non ramifié, monopodique et cylindrique, il a recouvert des bases des pétioles des anciennes palmes desséchées. La hauteur du stipe peut atteindre 30 m. Le tronc n'est composé que des fibres pétiolaires superposées de l'intérieur à l'extérieur. Ceci explique que le bois est plus dur à l'extérieur qu'à l'intérieur [16, 17].

❖ Bourgeon :

A l'axe de chaque palme, se trouve un bourgeon axillaire qui peut se développer pour donner naissance à un rejet, à la base du stipe ou aérien attaché au tronc. Le bourgeon permet au palmier de tolérer et de s'adapter à l'hostilité des conditions sahariennes [18].

❖ Palme :

Les feuilles réunies en un nombre de 20 à 30 maximums, forment une couronne apicale clairsemée.

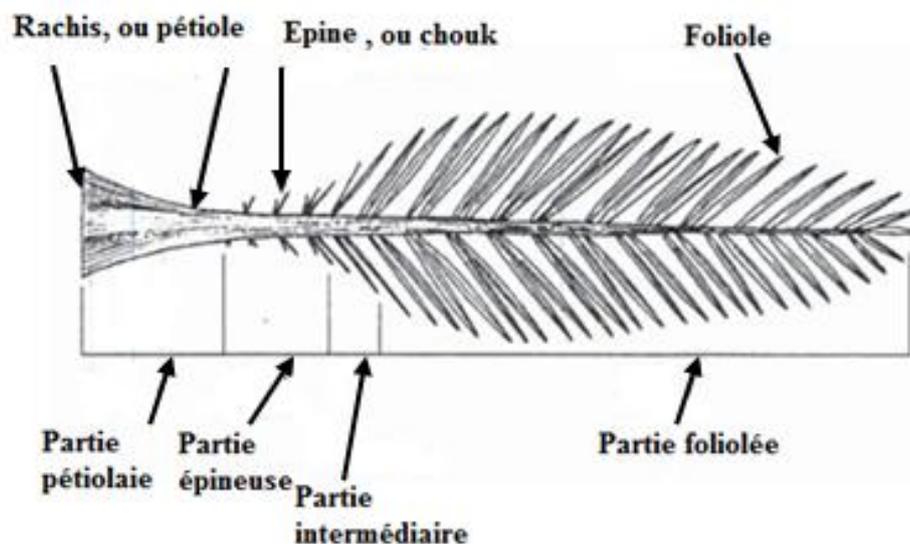


Figure I.6. Différentes composition d'une palme [19].

Elles sont composées, pennées, longues jusqu'à 6 m; les feuilles supérieures sont ascendantes, les basales recourbées vers le bas, avec des segments coriaces, linéaires, rigides et piquants, de couleur verte.

I.7. Fibre de palmier dattier

Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant cinq types de fibres [20].

- Fibres de bois de tronc.
- Fibres de feuilles au niveau des pédoncules.
- Fibres de tige au niveau des tiges des pédoncules et du support dattier (grappe).
- Fibres de surface autour de son tronc ou de bases de palmes (pétiole)
- Fibres de liffe, elles proviennent de recouvert d'une bourre fibreuse d'un tronc.

I.7.1. Structure des fibres

Les techniques microscopiques comme la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie électronique à transmission (MET), sont généralement utilisés pour l'analyse de la microstructure des fibres [20, 21]. La microstructure de fibre de palmier est aisément observable par microscopie électronique à balayage (voir la figure I.7).

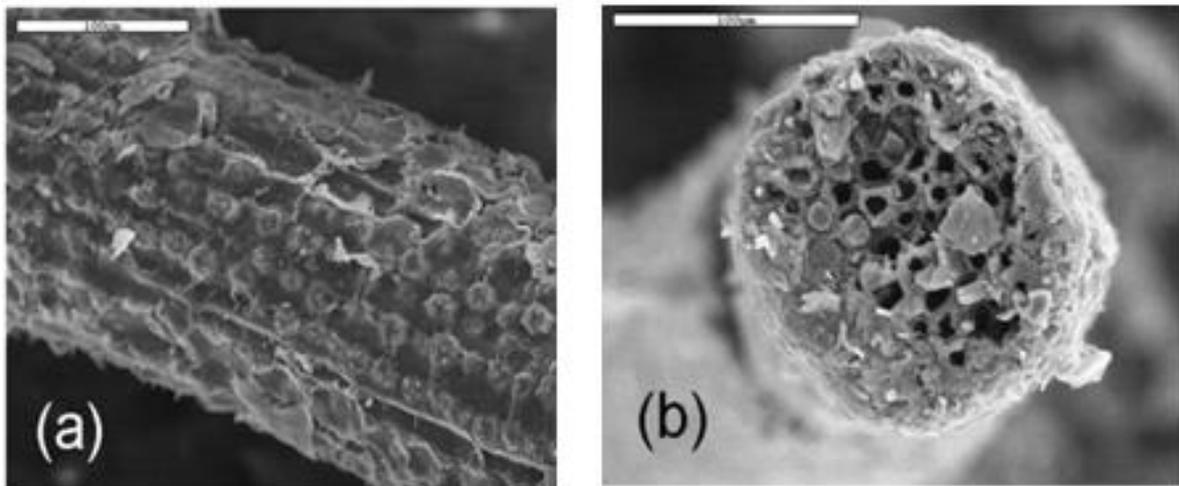


Figure I.7. *Fibres de palmier dattier par MEB (100 μm); a) Une coupe longitudinale, b) Une coupe transversale [22].*

La figure I.7, a et b montre que la surface des fibres de palmier est rugueuse, elle est irrégulière avec beaucoup de filaments, des impuretés, des cellules et des pores qui la permettent une bonne adhérence avec différentes matrices.

I.8. Composites biosourcés

I.8.1. Définition

Le composite biosourcé est l'ensemble de la matière vivante c'est-à-dire d'origine biologique, à l'exception des matières géologiques ou fossiles, ce qui s'applique à une large variété de produits organiques. Il est essentiellement composé du carbone (~50%), d'oxygène (~40%), d'hydrogène (~6%), d'une faible part d'azote (de 0,4 à 1,2%) et de matières minérales (Calcium, silicium, potassium) [23].

I.8.2. Biopolymères

Les propriétés mécaniques de composite biopolymère dépendent généralement à l'essence d'additives végétales de remplissage. Car, les composites biopolymères à base de lin ont des propriétés de résistance et de rigidité élevées deux fois plus que celles renforcés par le sisal et la farine (voir le tableau I.3).

Tableau I.3: *Propriétés mécaniques de quelques composites biosourcés [24].*

Composite	σ_t (Mpa)	E (Mpa)
Polypropylène/Farine en bois	25	2500
Polypropylène/Sisal non tissé	26	1900
Polypropylène/Sisal non tissé avec une surface traitée.	29	2300
Polypropylène/Lin non tissé	47	5100
Polypropylène/Lin non tissé avec une surface traitée	67	6700

I.8.3. Biominérales

L'ajout de fibres végétales pour le renforcement d'un matériau est une technique très ancienne. En effet, nos précurseurs faisaient des composites à base de mortiers et du plâtre renforcés par la paille, et le crin [25].

Les composites de ciment à base de fibre naturelles constituent une alternative intéressante dans le domaine de bâtiment au regard de son efficacité énergétique et économique et de leur faible impact environnemental. L'utilisation des composites à matrice minérale et des fibres naturelles accroît actuellement et touchent les structures porteuses primaires.

Des travaux de recherches réalisaient sur ce genre des matériaux composites ne suffit pas seulement à l'étude de comportement mécanique, mais ils ont également étudié le confort de ces matériaux composites [26-28].

I.8.4. Autres matériaux biosourcés

➤ **Fibres de bois denses**

Les fibres de bois sont particulièrement utilisées sous forme de panneaux denses pour assurer la fonction de pare-pluie en toiture ou en façade, ou pour assurer la fonction de support d'enduits dans le cas d'isolation par l'extérieur [29].

➤ **Chanvre**

Le chanvre devient un matériau de construction et d'isolation, à la fin des années 80, en France. Un maçon Italien, M. Rasettia eu l'idée de soumettre les particules issues de la partie centrale de la tige (la chènevotte) qui sont entourées par les fibres longues, a traitement d'imprégnation par les silicates. Il existe en granules de chènevotte et fibres longues ou en laines de chanvre [30].



Figure I.8. Chanvre en brique et chènevotte.

➤ **Laine de bois**

Les panneaux de laine de bois sont élaborés à partir de fibre de bois, le liant étant la lignine de bois. Ce matériau naturel possède une conductivité thermique similaire aux autres laines isolantes, une structure rigide à assemblage rainuré garantissant une très grande longévité [31].



Figure I.9.*Laine de bois*

➤ **Les laines biosourcées**

Les laines biosourcées sont constituées de fibres végétales ou animales, texturées sous forme de panneaux par l'ajout de fibres polymères auxquelles sont ajoutés des adjuvants pour assurer la résistance au feu et aux moisissures des produits [29].



Figure I.10.*Laine biosourcée.*

➤ **Le liège expansé**

Ce matériau est utilisé depuis plus de 150 ans en isolation thermique. A noter que c'est le seul isolant biosourcé qui soit imputrescible, ce qui permet son usage en milieu humide (isolation des soubassements enterrés, sous chape, pièces humides...) [29].



Figure I.11.*Liège expansé.*

I.9. Effet du renfort végétal

Pour tout matériau composite renforcé par des fibres végétales, trois paramètres concernant la fibre végétale peuvent être changés et influencés sur leurs propriétés mécaniques; (i) le facteur de forme (rapport longueur/diamètre) des fibres, (ii) le taux et la dispersion des fibres végétales et (iii) le taux d'humidité des fibres végétales.

I.9.1. Interface fibre/matrice

L'interface entre la fibre et la matrice peut subir des contraintes avant même les sollicitations mécaniques. Par exemple, si le modules élastique (E) et le coefficient de dilatation thermique (α_t) sont différents, le processus de la mise en forme du composite provoque l'apparition de contraintes locales.

Généralement, $E_{\text{fibre}} > E_{\text{matrice}}$ et $\alpha_{\text{fibre}} < \alpha_{\text{matrice}}$, ceci a pour conséquence, après refroidissement, une mise en compression de la fibre par la matrice. Lors des sollicitations mécaniques, le transfert de charge de la matrice vers la fibre s'effectue aux extrémités des fibres (voir la figure I.12).

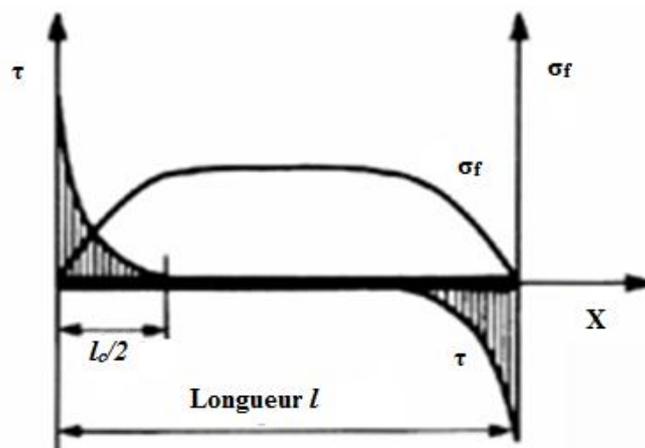


Figure I.12. Profil de cisaillement aux extrémités d'une fibre dans une matrice [32].

Les extrémités de la fibre subissent des forces de cisaillement τ qui diminuent le long de la fibre et disparaissent à une longueur notée $l_c/2$. Si la longueur l de la fibre est inférieure à la longueur critique l_c , ces contraintes de cisaillement ne peuvent s'annuler et une rupture du système fibre/matrice aura lieu à l'interface [32].

Au contraire, si la longueur de fibre est supérieure à l_c , cette dernière pourrait être sollicitée et jouer pleinement leur rôle de renfort et il y aura, finalement, rupture de la fibre et non de

l'interface. Plus la longueur de fibre sera importante, plus ce phénomène de chargement qui engendre la rupture de fibre pourra avoir lieu: les deux parties d'une fibre rompue pourront de nouveau être pleinement sollicitées si leur longueur est supérieure à la longueur critique et ainsi de suite. Le facteur de forme critique (rapport de la longueur critique sur le diamètre de la fibre) peut s'exprimer par la formule suivante:

$$\frac{lc}{D} = \frac{\sigma_{Tf, rupture}}{2 \cdot \tau_{interface}} \quad (I.2)$$

Avec $\sigma_{Tf, rupture}$: Contrainte de rupture de la fibre en traction (MPa) et $\tau_{interface}$: Contrainte de cisaillement de l'interface à la rupture (MPa).

D'après l'équation I.2, on remarque que plus la contrainte de cisaillement de l'interface à la rupture est importante, plus le facteur de forme critique est faible et par conséquent plus la possibilité d'utiliser des fibres de toute géométrie augmente.

L'intérêt du système fibre/matrice est donc porté sur l'augmentation de cisaillement de l'interface. Matuana *et al.* [33] ont mesuré la contrainte de cisaillement à l'interface du couple de matrice /fibre par décollement d'une couche de PVC sur une lamelle de fibre.

La contrainte de rupture à l'interface sans aucun traitement, est d'environ 2,2 MPa à pratiquement été doublée (3,9 MPa) lors du traitement du bois. Ainsi, l'ajout d'un agent de liaison ou de tout autre traitement permettant d'augmenter la contrainte de cisaillement à la rupture de l'interface fibre/matrice permet d'utiliser, en tant que renfort mécanique, des fibres de facteur de forme plus réduit.

D'autre part, des auteurs [34] ont déterminé l'effet de la taille de fibres sur les propriétés thermiques. Ils ont trouvé que la conductivité thermique de composites MFPD₆ (fibre grosse) est supérieure à celle de composites MFPD₃ (fibres courtes) et MFPD_{mix} (fibres mixtes) (voir la figure I.13).

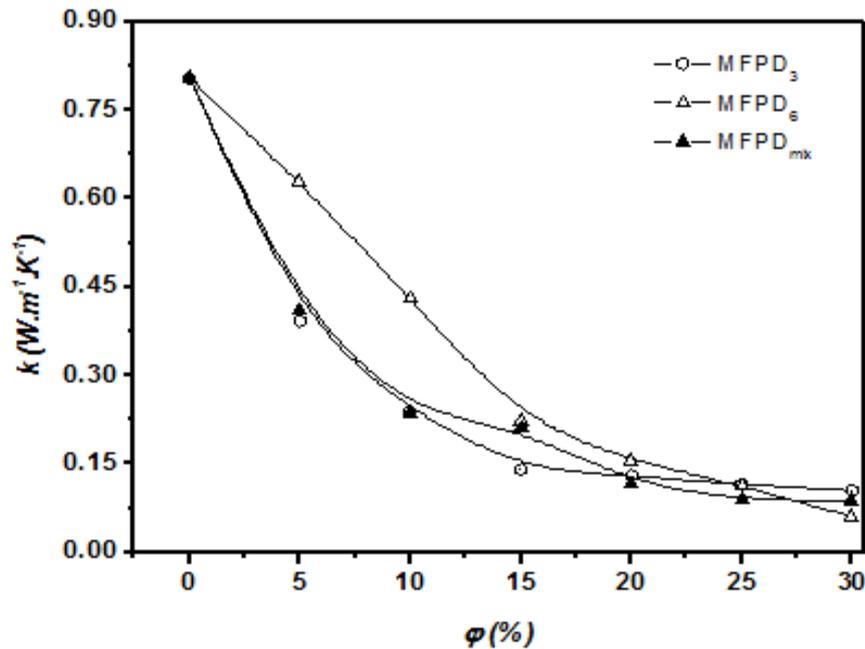


Figure I.13. Les conductivités thermiques de composite (Mortier-fibres de palmier dattier) en fonction de la teneur en fibres et de la taille de fibres [34].

I.9.2. Rapport de renfort et dispersion des fibres végétales

L'ajout de fibres végétales au sein d'une matrice présente plusieurs intérêts :

- Economique: les fibres végétales sont généralement moins chères par rapport à d'autres renforts ou charges [35];
- Mécanique: dans un système optimal, les fibres végétales augmentent de l'élasticité maximale du matériau [36];
- Physique: le matériau bio-composite est souvent plus léger [27, 34];
- Technologique: l'usure des machines de mise en forme est réduite ;
- Ecologique: la substitution d'une partie de la matrice d'origine pétrochimique, ou celle de renforts ou de charges d'origine minérale ou organique par des fibres d'origine végétale permet de diminuer l'empreinte écologique du matériau.

Il entraîne cependant quelques points négatifs comme :

- La diminution de la température de dégradation thermique du matériau [37].
- L'augmentation de la viscosité du matériau fondu rendant la mise en forme plus délicate [68].

- Une sensibilité accrue à l'eau et aux rayonnements UV.
- Une résistance à l'impact du matériau beaucoup plus faible.

La dispersion des fibres utilisées pour l'armature, elle est aussi mentionnée comme étant un paramètre essentiel pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques [38].

I.9.3. Taux d'humidité

L'humidité dans les composites à base de fibres végétales sont localisées au sein des fibres, à caractère hydrophile. En amont de la fabrication du composite, plus le taux d'humidité des fibres sera élevé, plus le module élastique, la contrainte maximale et la stabilité thermique du composite diminueront. Cela est due à la formation de bulles, de la dégradation thermique, de la mauvaise adhésion fibres/matrice, etc. Généralement, les fibres doivent être les plus sèches possibles avant de la mise en forme.

Dans la littérature, le taux d'humidité utilisée est généralement inférieur à 8% mais il est conseillé de travailler avec un taux inférieur à 5% [39]. En revanche, en extrusion, une ou deux zones de dégazage pour évaporer l'humidité résiduelle des fibres peuvent être prévues, ce qui permet d'utiliser ces fibres jusqu'à une humidité résiduelle de 10%.

Sombatsompop *et al.* [39] ont montré que les propriétés mécaniques du matériau varient de façon complexe selon le taux d'humidité des fibres et le taux de renfort. Pour un faible taux d'humidité (0,5-1% du composite), le module élastique en traction et la contrainte à la rupture chutent et l'allongement à la rupture augmente. Pour des taux d'humidité plus élevés (2-3% du composite), un effet inverse est observé.

De plus, ces variations dépendent du taux de renfort. Par exemple, la résistance à l'impact augmente si le taux d'humidité est faible et s'il est associé à un bas taux de renfort (16,7% du composite). Ceci s'explique, d'une part, par le gonflement des fibres pour un fort taux d'humidité ce qui augmenterait le module élastique et la contrainte à la rupture, et d'autre part, par la création de liaisons hydrogène entre l'eau et les fibres diminuant ainsi les interactions dipôle-dipôle des fibres avec la matrice [40].

I.10. Composite de ciment/bois

Ce composite est un matériau constitué de particules de bois ou de fibres de bois liées entre elles par un liant hydraulique (ciment). Comme, il existe également des composites à base de produits végétaux autres que le bois; tel la bagasse, le bambou, le sisal et le lin [41-43].

Les composites ciment/bois ont été largement étudiés depuis ces dernières années car les fibres de bois possèdent beaucoup d'avantages comparées aux fibres d'amiante; le faible coût, la faible masse volumique et de bon propriétés mécaniques que d'amiante [44].

Le renforcement des ciments par des fibres végétales est considéré un matériau composite au lieu d'amiante dans plusieurs applications telles que les lamelles de toit, la couverture de sol, le revêtement de murs et d'autres applications intérieures.

Malgré cela, les composites à base de bois exhibent généralement un inconvénient; c'est leur sensibilité aux milieux humidifiés, menant à des changements dimensionnelles et par conséquent, la baisse des propriétés du composite, notamment la propriété d'isolation [26]. Également, en marquant que l'avantage d'utiliser le déchet de bois des arbres sèches (Copeaux de palmier dattier) afin d'apporter un moyen de le valoriser [22].

I.10.1. Influence du bois sur l'hydratation du ciment

Au début des années 60, ils sont remarqués que le bois réagisse défavorablement aux matériaux minéraux et un rallongement très sensible des temps de prise du ciment, réellement même une inhibition totale de celle-ci, les mélanges restant longue à l'état pâteux. Ceci a été expliqué par les éléments de glucoses existés dans la cellulose qui peuvent influencer sur l'hydratation du ciment [45].

Néanmoins, les forts retards de prise ou d'hydratation du ciment sont produits par la présence de bois décomposé dans le mélange [46]. Toutes les espèces ne répondent pas favorablement aux matériaux minéraux.

Toutes les particules organiques considèrent comme des retards, mais que parmi elles, des adjuvants phénoliques avec des groupes hydroxyle voisins sont des retardateurs puissants. Ce fait est expliqué par la capacité de ces molécules à former des complexes avec les ions calcium. Cela peut s'expliquer par l'aptitude de ces molécules pour former des complexes avec les ions de calcium [47].

Certains acides existés dans le bois, tels que la citrique, le catéchol et la salicylique sont largement présentes dans les extractibles du bois, surtout du bois réifié. Les polyphénols, oligomères, sont également susceptibles de donner des complexes d'ions métalliques. Nous pouvons dire que la présence de différentes des particules organiques dans l'eau de mélange peut conduire les troubles dans l'hydratation de ciment, résultant dans quelques cas une

diminution de résistance mécanique du matériau. Le bois extractible aqueuse risquent d'avoir tels effets [48].

L'adhérence des fibres de bois avec la matrice de ciment, peut être affectée par plusieurs paramètres, tels que le rapport d'hydratation, la porosité, la morphologie de la fibre et le compactage. Cette adhérence peut également être de nature physique ou chimique ou une combinaison des deux, et cela en fonction de comportement de la matrice et des fibres de bois [44].

I.10.2. Compatibilité du bois avec le ciment

L'aspect important du composite ciment/bois est la compatibilité chimique et physique de fibres de bois avec le ciment. La compatibilité chimique, dans une grande mesure, dépend du type de forme de fibres. Il est bien entendu qu'avec l'addition de bois dans la matrice cimentaire, les temps de prise du ciment augmentent.

L'hémicellulose, l'amidon, les tanins, les sucres, certains phénols, ainsi que la ligno-sulfamide contenus dans le bois sont en partie responsables de ces retards de prise. La présence de champignons, même microscopiques, dans le bois, rends sa structure moins perméable et ne permet pas aux constituants du bois de se polymériser qu'à un faible degré.

Les propriétés de fibres de bois peuvent être améliorées si on utilise les fibres préalablement traitées et si l'interface fibres/matrice est traitée chimiquement, ce qui minimise l'effet hygroscopique et augmente la liaison interfaciale [49].

Par ailleurs, l'action de l'eau sur le ciment conduit à l'hydrolyse des atomes métalliques –Ca-OH, - Si-OH, Al-OH. Le bois possède des groupements hydroxyles –C-OH et des groupements carboxyliques. Il peut donc se produire des liaisons hydrogènes et des ponts hydroxyles entre une matrice cimentaire et des granulats de bois [50].

I.10.3. Effet de l'humidité sur les variations dimensionnelles du composite ciment/bois

L'humidité a un effet important sur la variation dimensionnelle du bois, surtout dans les directions transversales aux grains, selon le taux d'humidité, ce qui est changé fortement le comportement interfacial de composite [51-55].

Les isothermes d'adsorption-désorption des composites ciment-argile-bois, montre une hystérésis très prononcée entre eux; ce phénomène s'observe surtout dans le domaine d'humidité relatives allant de 0 à 75% [56, 57].

Il est donc très probable qu'une hystérésis sera présentée sur des mesures de variations dimensionnelles. Il est donc très probable qu'une hystérésis être consulté sur des mesures de changements dimensionnels.

I.10.4. Procédés d'amélioration de durabilité

I.10.4.1. Procédés physiques

Les procédés physiques sont considérés comme des traitements physiques, leur objectif principal est de limiter les transports d'eau avec le milieu extérieur tout en lâchant le granulat chimiquement semblable. On distingue trois types de traitement :

❖ Le gonflement

Il s'agit à remplir les pores du bois au moyen de la technique d'imprégnation vide-pression. De nombreux recherches ont montré une amélioration considérable du retrait en utilisant de polyéthylène glycol [58]. Cependant autres études de recherche ont utilisé des huiles. Les résultats de ces travaux ont permis de mettre en évidence le blocage de la libération des sucres, qui sont reste une inhibition totale à la prise du ciment [59].

❖ L'enrobage

C'est un revêtement superficiel a pour but d'isoler le bois en le remettant inerte vis à vis d'agents. Les agents utilisés dans ce cas sont des hydrofuges, des hydrocarbures saturés ou non mais aussi des particules siliceuses, du bitume et des polymères synthétiques [60].

❖ La minéralisation

L'objet de ce traitement a pour but d'affaiblit la capacité d'absorption et l'amélioration de la résistance au feu. Il se fait par imprégnation par des sels minéraux: chlorure de calcium ou de magnésium, sulfate d'aluminium, mélange d'une pâte de chaux et de silicate de sodium [61].

I.10.4.2. Procédés thermiques

Ils ont un rôle de modification de la structure chimique du bois par action de la chaleur, et ils vont particulièrement détériorer ou déraciner les hémicelluloses responsables du gonflement du bois.

❖ Torrification

La torrification est un traitement thermique, elle permet d'améliorer le comportement hygroscopique du bois. Ce qui conduit à la diminution de sa capacité d'absorption de

l'humidité de l'air ainsi son gonflement et son retrait, et contribue également à la diminution de sa résistance à la rupture [62, 63].

❖ Hydrolyse

Le but d'hydrolyse est de désintégrer les hémicelluloses existées dans le bois par un traitement thermique à 160 °C sous pression pendant 15 heures [64].

I.10.4.3. Procédés chimiques

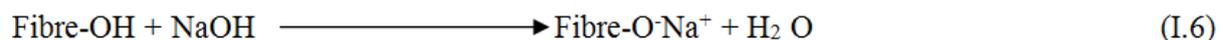
Parmi les traitements chimiques les plus utilisées;

❖ Traitement Alcalin

C'est l'un des traitements chimiques les plus utilisés aux fibres naturelles destinées pour le renforcement des plastiques [65]. Il est suivi par plusieurs modifications de fibres citées dans les points suivants :

- Augmenter la rugosité de la surface;
- Eliminer une certaine quantité de lignine, de cire et des huiles couvrants la paroi cellulaire de la fibre ;
- Séparer des liaisons hydrogène dans la structure du réseau des fibres ;
- Eliminer la polymérisation de cellulose ;

L'ajout des molécules d'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre naturelle favorise l'ionisation du groupe d'hydroxyle selon la réaction chimique suivante:



❖ Traitement de silane

Ce traitement consiste à l'utilisation d'agents de couplage de silane. Cette méthode est une pratique bien connue dans les composites à base de fibres de verre et de matrices polymères. Ces agents sont également utilisés dans le cas mixtes bois/ciment. Par conséquent, les chaînes d'hydrocarbure dues à l'application de silane conservent le gonflement de la fibre en produisant un réseau réticulé dû à la liaison covalente entre la matrice et la fibre [66].

I.10.4.4. Procédés mixtes

Certains auteurs ont proposé plusieurs techniques, comme par exemple l'association d'un traitement d'imprégnation suivi d'une compression [67] ou encore l'association de traitements thermiques et chimiques [68].

I.11. Synthèse bibliographie sur les matériaux bio-composites

Les fibres végétales sont récemment attirées l'attention des chercheurs scientifiques en raison des avantages qu'elles possèdent par rapport aux fibres de renforcement classiques comme les fibres de verre. Elles représentent un matériau de renforcement très efficace pour l'isolation thermique. En effet, l'incorporation des fibres végétales comme le palmier dattier dans les matrices cimentaires produit évidemment des matériaux similaires aux bétons cimentaires ordinaires mais avec des propriétés physique, mécaniques et thermiques spécifiques [34].

La matrice cimentaire peut être remplacé en plusieurs concentrations des fibres de palmier, elles peuvent atteindre jusqu'à 30% [69]. Le béton qui en résulte est connu dans les littératures internationales sous deux dénominations "Mortar date palm (MDP)" ou "Date palm concrète (DPC)" [28, 34, 70-74]. Ces bétons sont connus aussi dans les thèses de doctorat sous l'appellation des "béton de palmier" [71, 75]. D'après la figure I.14, il est clair

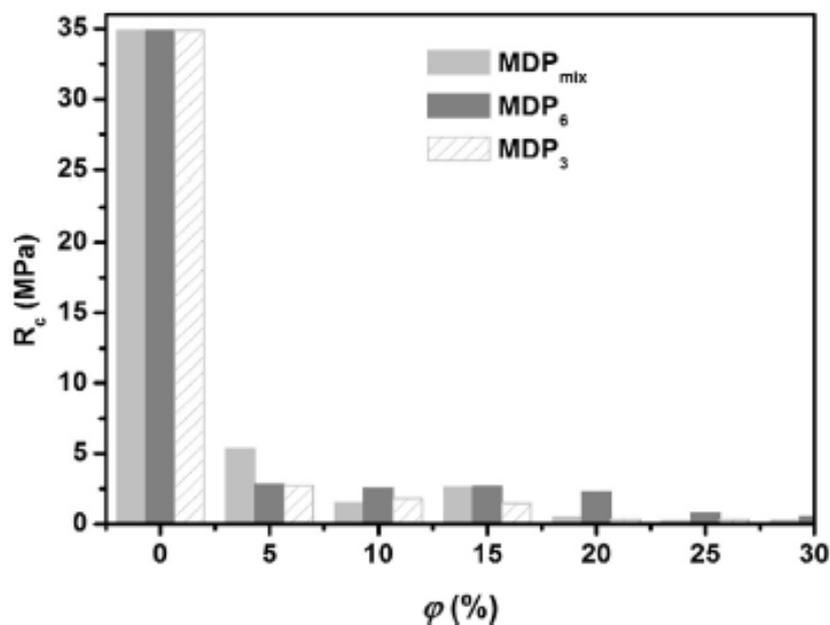


Figure I.14. Résistance à la compression de composite de mortier de ciment renforcée par de fibres de bois de palmier dattier [34].

que l'ajout des concentrations de fibres de palmier dans la matrice cimentaire, en plus que 15%, conduit à un effet défavorable sur les propriétés mécaniques des composites.

Cependant, des valeurs de résistance mécanique intéressante ont été obtenues à des concentrations faibles de fibres de palmier (5%, 10% et 15%), selon les recommandations de RILEM présentées dans le tableau I.4 [76].

Tableau I.4: Classification fonctionnelle de béton léger de RILEM [76].

	Béton de granulats légers		Bétons cellulaire autoclavé	
	Classe II	Classe III	Classe II	Classe III
	Structurel et isolant	Isolant	Structurel et isolant	Isolant
R_c (Mpa)	> 3.5	> 0.5	> 2.5	> 0.5
k (W.m ⁻¹ . K ⁻¹)	< 0.75	< 0.30	< 0.75	< 0.3

A partir des données présentées dans la figure I.15 et le tableau I.4, concernant les teneurs en fibres de 5%, 10%, 15%, dans le béton de palmier, leurs propriétés satisfont aux exigences mécaniques et thermiques de bétons autoclave, en tant que matériaux de structure et d'isolation ($R_c > 2.5\text{MPa}$, $k < 0.75\text{ W. m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

Les autres type de béton de palmier peuvent être utilisés comme isolants porteurs, avec les paramètres suivants; $R_c > 0.5\text{ Mpa}$ et $k < 0.3\text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Pour une concentration de fibres inférieures à 15%, les bétons de palmier satisfont les exigences thermiques et mécaniques des matériaux de construction. Par conséquent ils pourraient être utilisés comme béton de palmier pour l'efficacité énergétique dans les bâtiments.

Boumhaout *et al.* [36] ont montré l'avantage de l'incorporation des fibres végétales dans le mortier. Ils ont évalué les propriétés mécaniques d'un composite contient les fibres de bois de palmier et le mortier, afin d'utiliser à l'isolation thermique dans les bâtiments. Ils ont incorporé le mortier par six concentrations de fibres de bois de palmier (21%, 27%, 31%, 35%, 48% et 51%).

Ils ont remarqué une diminution de la résistance à la flexion de ces composites (voir la figure I.16). D'après leur explication, une grande plasticité se traduit par une remontée de la courbe si le mortier est sans fibres de bois de palmier dattier (voir la figure I.16, a).

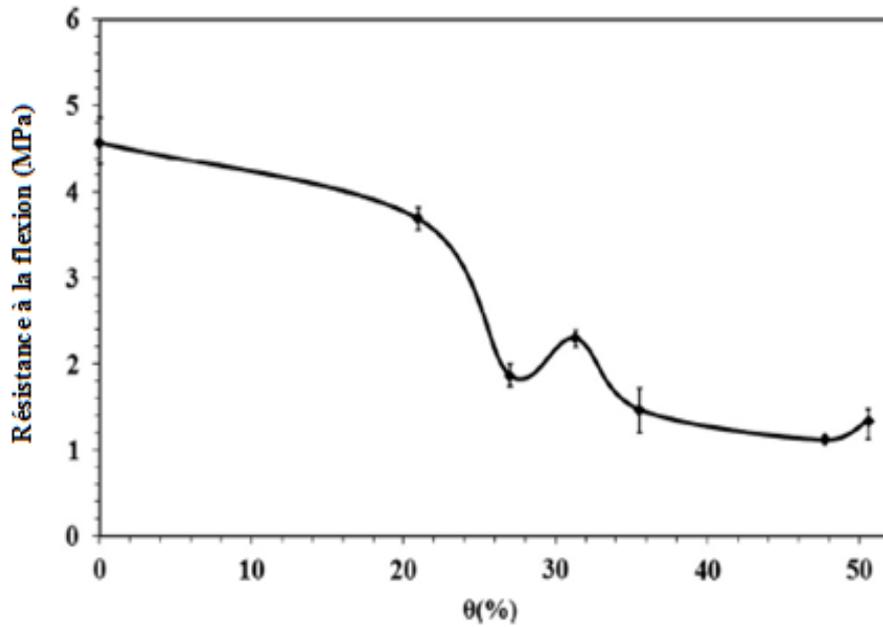


Figure I.15. Résistance à la flexion des composites (Mortier/DPF) [36].

Cependant la présence des fibres de bois de palmier dattier dans le mortier améliore la ductilité du composite (voir la figure I. 16, b) ainsi que ce type de fibres naturel rend le mortier plus léger (voir la figure I.17).

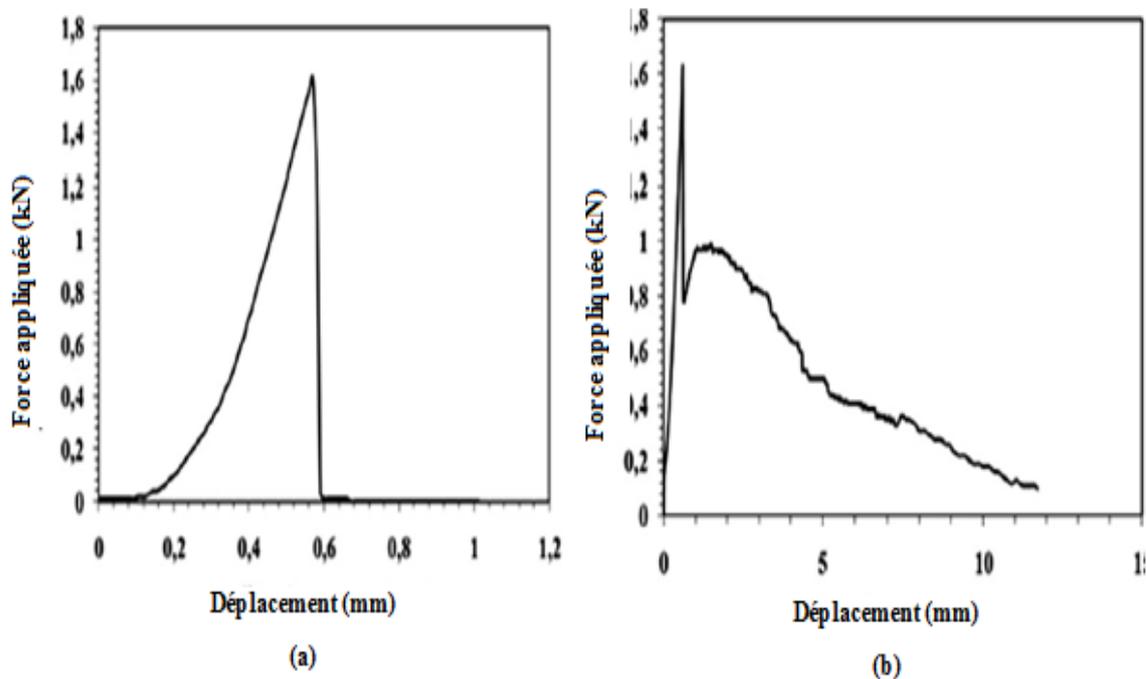


Figure I.16. Courbes de déplacement de charge à partir d'un essai de flexion: (a) Mortier; (b) Mortier+21% fibres [36].

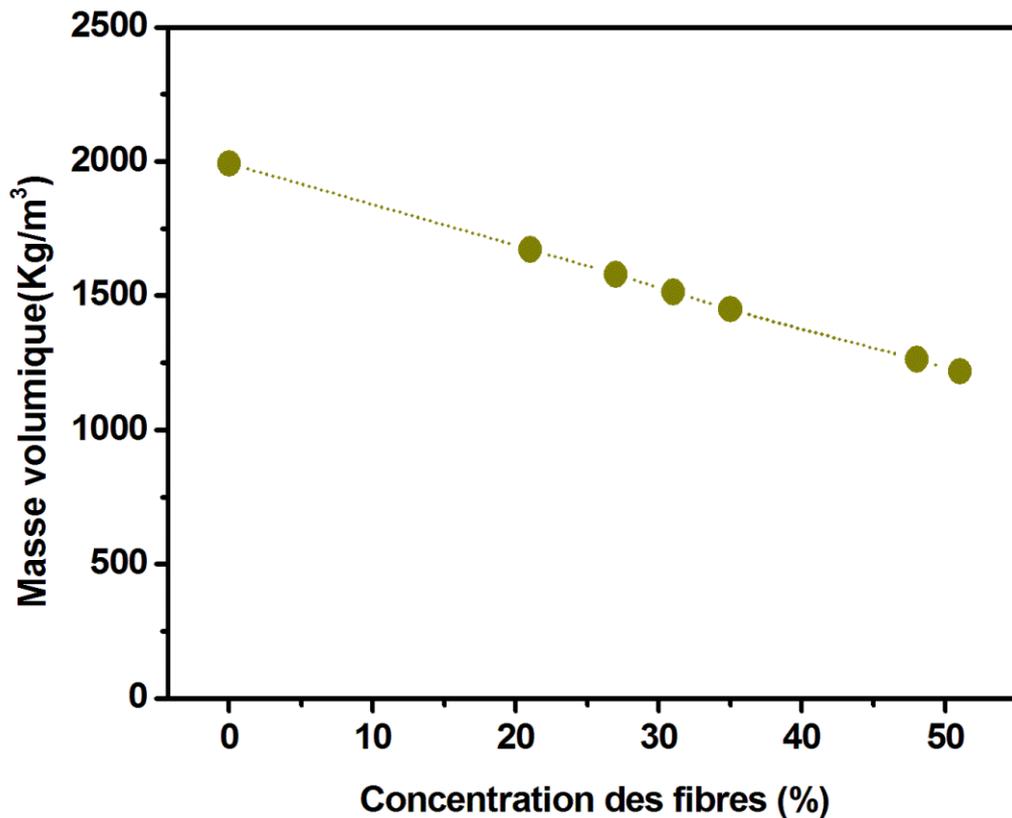


Figure I.17. Masse volumique des matériaux composites (Mortier-DPF)[36].

Même comportement a été remarqué par Chikhi *et al.* [27] qu'ont étudié l'utilisation d'un nouveau matériau composite de construction à base de gypse et les fibres de bois de palmier dattier, et Taoukil *et al.* [77], qui ont étudié les propriétés thermiques et mécaniques d'un composite de laine de bois et de mortier de sable.

Leurs résultats ont montré que la conductivité thermique et la masse volumique de composite sont diminuées considérablement. Les résultats commun entre ces travaux [27,77] montrent également une diminution de la conductivité thermique et la masse volumique, ainsi qu'un changement et de comportement mécanique du composite.

D'autre part, les auteurs [34, 77] ont remarqué que la conductivité thermique de ces composite sont fortement influencée par l'humidité du matériau. La conductivité augmente rapidement avec le taux d'humidité, comme il est illustré dans la figure I.18.

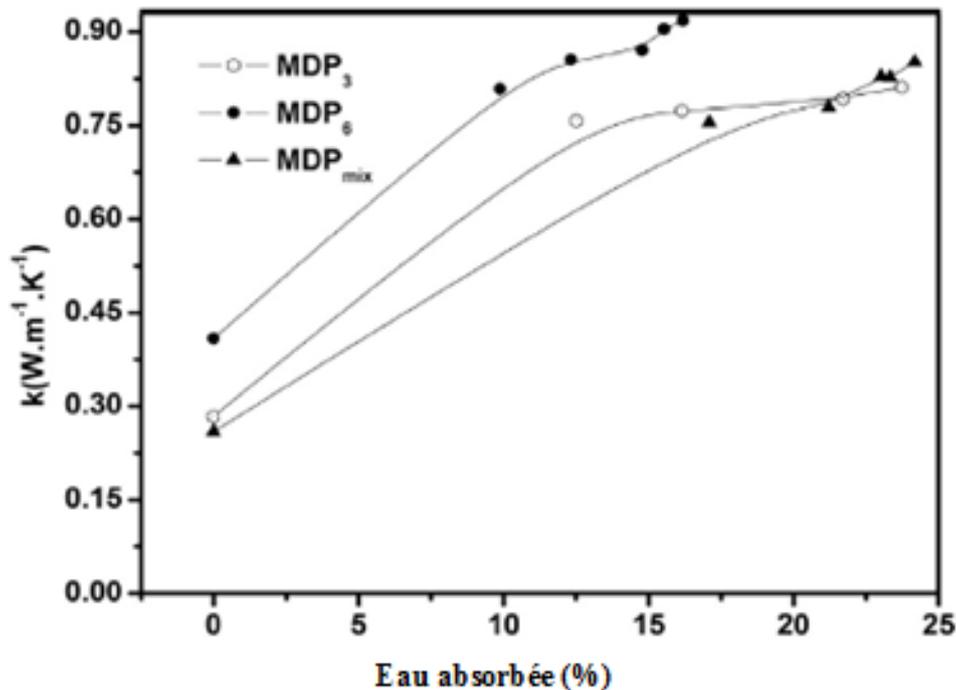


Figure I.18. Conductivité thermique de composite de fibre de bois de palmier dattier et de mortier naturel en fonction de la teneur en eau [34].

Une autre étude a été effectuée par Haba *et al.* [28]. Ils ont étudié les propriétés hydriques de béton de palmier DPC avec 15% de teneur en fibre (DPC15). Dans leurs recherches, ils ont mesuré la courbe isotherme de sorption (adsorption et désorption) et la perméabilité à la vapeur, puis ils ont calculé le coefficient de diffusion hydrique. Leurs résultats obtenus ont montré que le béton de palmier DPC15 présente une faible résistance à la diffusion de la vapeur d'eau.

En outre, la diffusivité hydrique du DPC15 est dans le même ordre de grandeur par rapport à des matériaux similaires comme le béton de chanvre. Donc le DPC15 peut amortir les fluctuations quotidiennes en humidité relative ainsi qu'en température. Le DPC15 donc a une bonne résistance aux facteurs de dégradation comme le gonflement.

L'humidité et la température ont un effet défavorable sur la durabilité des composites biosourcés. Premièrement, en commençant par l'humidité. Une étude a été effectuée par Taalah *et al.* [78], ils ont étudié l'effet d'humidité sur les blocs de terre comprimés (CEB) chargé par des fibres de palmier dattier afin de valoriser les matériaux de construction locaux et contribuer à la réduction de la consommation énergétiques. Une série de blocs a été fabriquée en utilisant un sol stabilisé avec trois teneurs en ciment (5, 6 et 8%), le sable broyé et les fibres, et compacté sous une charge statique de compactage (10 MPa).

Meilleur résultat de la résistance au gonflement a été observé avec 0.05% de la teneur en fibres, 8% de teneur en ciment. D'autre part, en augmentant la teneur en ciment et en diminuant la teneur en fibres de palmier, il y a une diminution d'effet de l'humidité sur la durabilité des blocs (voir la figure I.19).

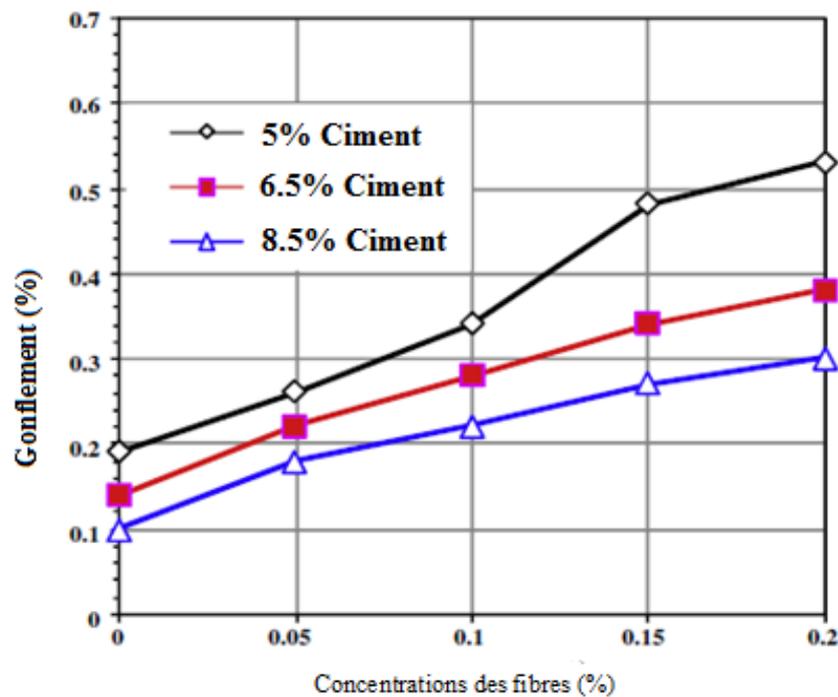


Figure I.19. Gonflement par immersion des blocs en fonction de la teneur en fibres (Pression de compactage=10 MPa)[78].

Deuxièmement, concernant l'effet de la température sur les composites bio-sourcés. Une recherche expérimentale a été réalisée par Ozerkan *et al.* [79], ils ont étudié la faisabilité d'un mortier de ciment stabilisé par une quantité de sable et renforcé par des pourcentages de fibres de palmier dattier. Ils ont préparé quatre de mélanges; 1, 2, 3 et 4 sont renforcé par 0,0%, 0,5%, 1,0% et 2,0% en fibres, respectivement, afin de les utiliser dans les applications structurelles et non structurelles.

D'après leurs résultats, ils ont révélé que les performances de durabilité des quatre composites étudiés suggèrent clairement que l'incorporation de 1,0 à 2,0% des fibres de palmier dattier permet au composite de tolérer à l'hostilité de retrait dimensionnelle (voir la figure I.20).

Donc, la présence des fibres végétales dans les mortiers de ciment rend les composites biosourcés les plus résistif à l'effet de température.

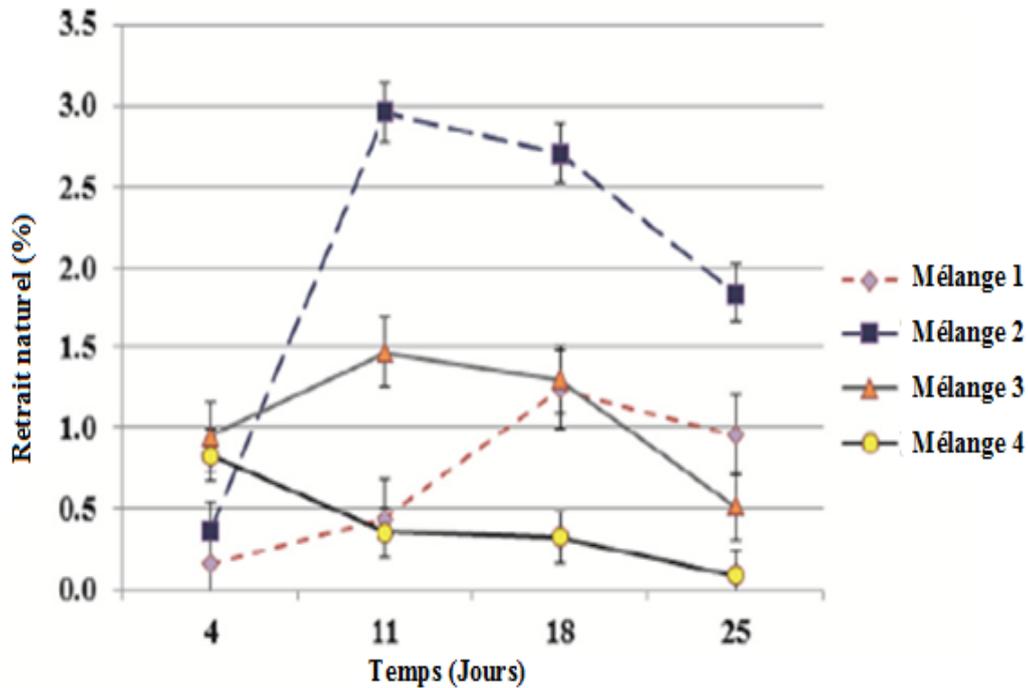


Figure I.20. Effet de concentrations des fibres de palier sur le retrait des différentes mixes après 28 jours de séchage [79].

D'un autre côté les propriétés mécaniques sont considérées l'une des paramètres pour déterminer la durabilité des matériaux de construction. A ce propos, y a des études sont examiné les propriétés mécaniques et les paramètres de durabilité des composites biosourcés. Dans cet aspect, une étude a été effectuée par Gharnouti *et al.* [80], qui ont étudié l'effet de l'ajout des déchets des sacs plastiques sur les propriétés mécaniques et la durabilité de composite, ceci est constitué de sable, de ciment et de différentes concentrations de déchets de plastique (0, 5, 10, 20, 30 et 40%).

Leur objectif était d'explorer la possibilité de recyclage des déchets de plastique, et d'améliorer les propriétés mécaniques et la durabilité du mortier. D'après leur testes, ils ont remarqué que les déchets de plastique améliore la sensibilité à la fissuration des bétons lorsqu'il est soumis au retrait prévenu.

En plus, ils ont montré que l'incorporation des déchets de plastique a ralenti la pénétration du chlorure d'ions dans le mortier et la perte de poids des mortiers conservés dans l'acide sulfurique, diminue en fonction de l'augmentation du pourcentage de déchet de plastique (voir la figure I.21). Dans la même étude de recherche, il y a une dégradation de la résistance mécanique avec l'augmentation du pourcentage de déchet de plastique.

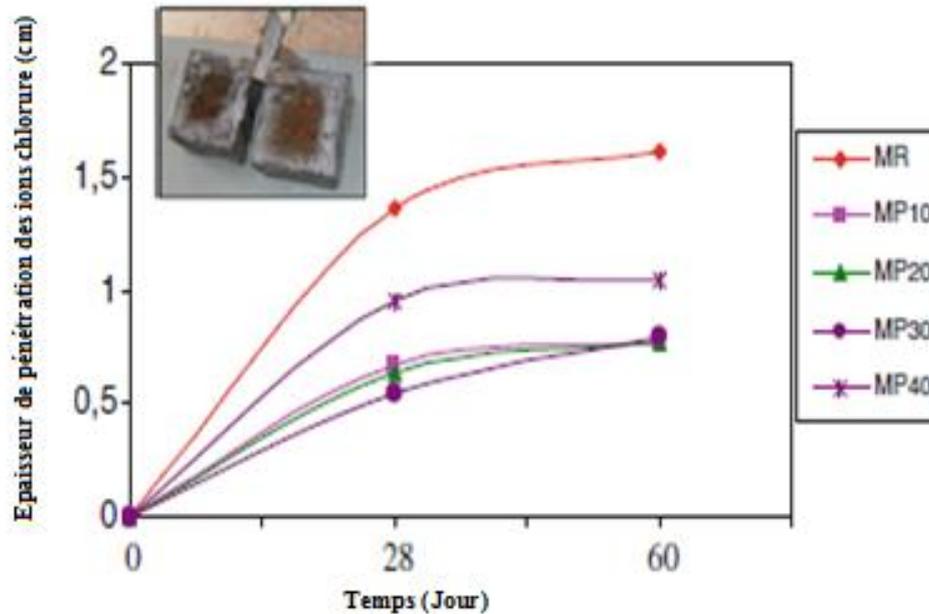


Figure I.21. Epaisseur de pénétration des ions chlorure dans les mortiers chargés par des quantités de déchet de plastique [80].

D'autre part, ils ont observé que la résistance des composites amplifiait avec le rang de température du 50 °C au 100 °C (voir la figure I.22).

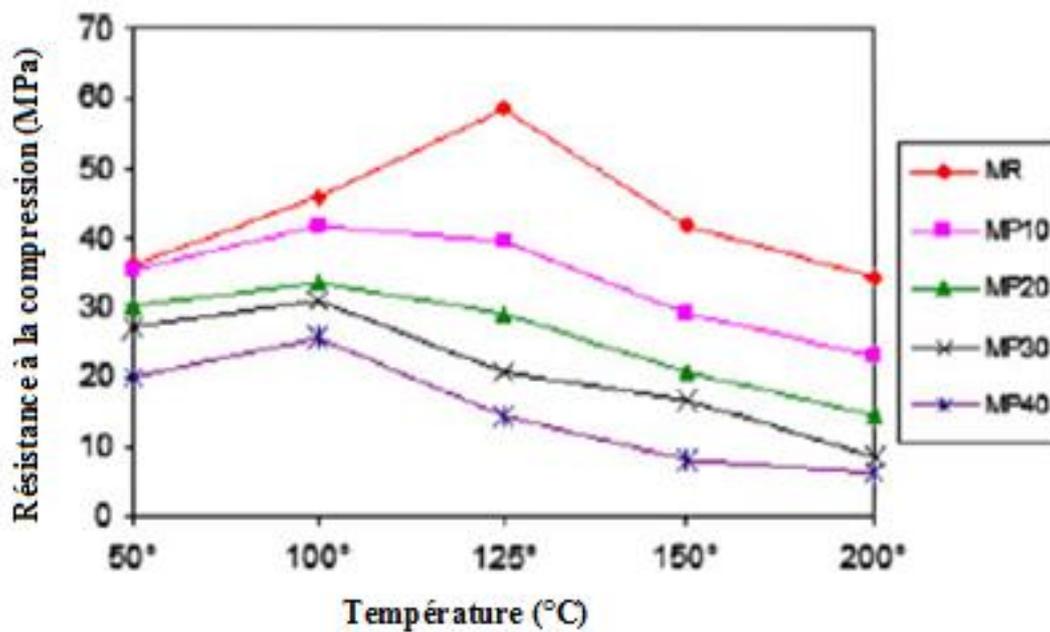


Figure I.22. Résistance à la compression de différents mortiers chargés par des quantités de déchet de plastique en fonction de la Température [80].

Walker *et al.* [81] ont étudié la durabilité de béton de chaux renforcé par le chanvre afin de l'utiliser comme un matériau de construction durable avec un faible impact environnemental. Dans cette étude, ce composite a été exposé au milieu alcalin. Les résultats obtenus montrent que l'exposition de composite au milieu alcalin pendant un mois ne conduit pas à un endommagement de leur résistance à la compression. En effet, ce composite a montré une augmentation de poids due à la cristallisation de sel dans leurs pores (voir la figure I.23). Cette augmentation est d'ordre du 6 au 16% en masse.

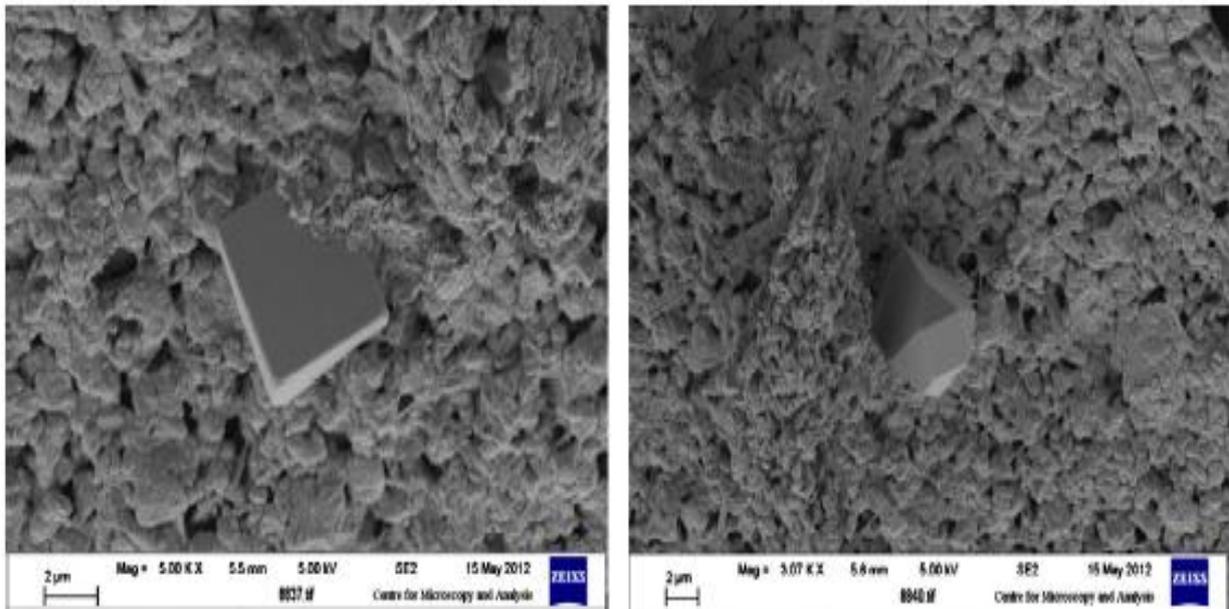


Figure I.23. Des cristaux de sel dépôt par MEB; 2 µm [81].

Di Bella *et al.* [82], ils ont étudié l'effet des conditions de l'environnement marin sur les composites biosourcés composés de plâtre et de trois types de fibre (Kénafe, sisal et polypropylène) afin de valoriser comme des matériaux respectueux de l'environnement et d'assurer un développement durable.

Ils ont remarqué que les composites renforcés par les fibres végétales présentent une faible perte de poids après leur vieillissement dans l'environnement marin que ceux-ci sont renforcés par les fibres polypropylène (voir la figure I.24).

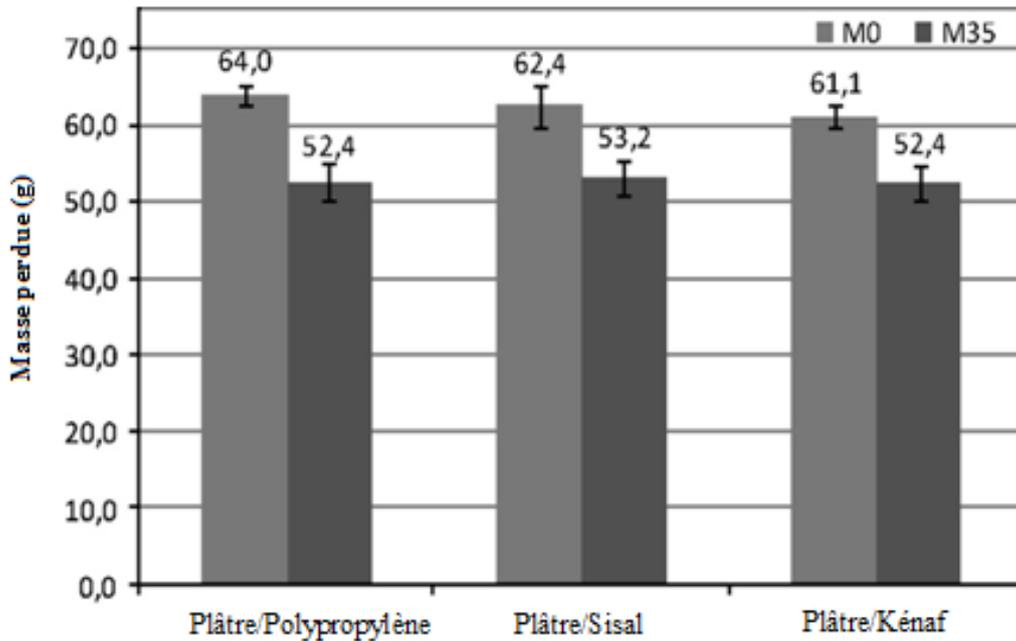


Figure I.24. Perte de poids: Plâtre/PP, Plâtre/Sisal, et Plâtre/Kénaf [82].

Ce nouveau genre de bio-composites montre les bonnes performances physiques, mécaniques et de durabilité qui lui permettent d'être utilisé en tant que matériau d'isolation thermique en comparaison avec les matériaux ordinaire utilisés.

I.12. Conclusion

Ce chapitre est dédié à l'étude bibliographique des différentes caractéristiques des matériaux naturels et leurs composites, on se basant surtout sur le béton de palmier qu'on va étudier par la suite, notamment sur les aspects non traités dans la littérature.

Le choix de béton de palmier pour l'isolation thermique est justifié par plusieurs critères physiques, mécaniques, thermiques, hygrothermique...etc. Par ailleurs, l'étude bibliographique présentée dans ce chapitre montre que ce matériau satisfait les exigences thermique et mécaniques des matériaux de construction comme les bétons structurels et isolants, selon la classification fonctionnelle de RILEM [76].

Le chapitre suivant est consacré à la présentation des différents dispositifs et méthodes de caractérisation des propriétés physiques, chimiques, mécaniques et thermiques de béton de palmier DPC.

Référence

- [1] T.-P. Nguyen, "A review: Polymer-based nanocomposites for organic optoelectronic devices, "*Surface and Coatings Technology*, vol. 206, pp. 742-752, 2011.
- [2] Source, "<http://www.pluscomposites.eu>."
- [3] A. Y. Nenonene, "Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kéraf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage," Institut National Polytechnique de Toulouse, Université de Toulouse, 2009.
- [4] B. Thibaut, J. Gril, and M. Fournier, Eds., *Mechanics of wood and trees: some new highlights for an old story* (Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, pp. xxx-xxx, 2001.
- [5] M. C. Trouy-Triboulot and P. Triboulot. (2001) Matériau bois-structure et caractéristiques. *Technique de l'Ingénieur*. 1-26.
- [6] N. Quievy, "Melt processing and characterization of cellulose fibres based composites and nanocomposites," Louvain-la-Neuve, 2010.
- [7] T. Mahmoud, "Étude de matériaux minéraux renforcés par des fibres organiques en vue de leur utilisation dans le renforcement et la réparation des ouvrages tels que les ponts, " Doctorat Institut National des Sciences Appliquées Lyon, 2005.
- [8] C. Wassilief, "Sound absorption of wood-based materials, "*Applied Acoustics*, vol. 48, pp. 339–356, 1996.
- [9] D. J. Oldham, C. A. Egan, and R. D. Cookson, "Sustainable acoustic absorbers from the biomass," *Applied Acoustics*, vol. 72, pp. 350–363, 2011.
- [10] P. Glé, "Acoustique des Matériaux du Bâtiment à base de Fibres et Particules Végétales - Outils de Caractérisation, Modélisation et Optimisation," Doctorat, INSA de Lyon, 2013.
- [11] A. Govin, "Aspects physico-chimiques d'interaction bois-ciment et Modification de l'hydratation du ciment par le bois, "Université Jean Monnet De Saint Etienne, 2004.
- [12] S. Merakeb, "modélisation des structures en bois en environnement variable," Université de Limoges, 2006.
- [13] E. Bousaid, "Contribution à la modélisation des effets différents du bois et du béton sous conditions climatiques variables application aux structures mixtes bois-béton," Université de Lyon, 2003.

- [14] D. W. Green, J. E. Winandy, and D. E. Kretschmann. Mechanical properties of wood. In *Wood handbook-Wood as an engineering material* U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory; (1999).
- [15] Source, "<http://palmierdattier.canalblog.com/archives/2013/10/22/28267412.html>," 2017.
- [16] H.L, "nouveaux éléments de botanique à l'usage des élèves qui suivent les cours du jardin des plantes " in 3, ed. Ecole de Médecine de Paris, 1809.
- [17] M. K. Jahromi, S. A. Jafari, S. Mohtasebi, and S. Rafiee, "Engineering Properties of Date Palm Trunk Applicable in Designing a Climber Machine, "*Agricultural Engineering International*, vol. x, pp. 2-8, 2008.
- [18] A. Al-Bakr. (1972) The date palm, a review of its past and present status and its culture. *Industry and trade*. 1405.
- [19] G. Peyron, Ed., *Cultiver le palmier dattier*. Montpelli, 1994, pp. 1-20, 2012.
- [20] A. Kriker, "Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec, "Ecole nationale supérieure polytechnique, 2005.
- [21] A. C. A. H. Longo. (2001) Valorisation des Sous-Produits du Palmier Dattier en Vue de leur Utilisation en Alimentation du Bétail. 59-64.
- [22] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, "Renewable materials to reduce buildings heat loss: characterization of date palm wood, "*Energy and Buildings*, vol. 43, pp. 491-497, 2011.
- [23] P. Thy, B. M. Jenkins, S. Grundvig, R. Shiraki, and C. E. Lesher, "High temperature elemental losses and mineralogical changes in common biomass ashes., "*Fuel*, vol. 85, pp. 783-795, 2006.
- [24] D. M. Panaitescu, M. Iorga, Z. Vuluga, D. Donescu, M. Dan, S. Serban, and D. Florea, "L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques, "*Revue Roumaine de Chimie*, vol. 52, pp. 409-414, 2007.
- [25] T. S. R. Ayyar and P. K. Mirihagalla, "Elephant grass fibers as reinforcing fiber," *Magazine of concrete research*, vol. 28, pp. 162-167, 1976.
- [26] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, A. Kareche, and A. Boudenne, "Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building," *Energy and Buildings*, vol. 81, pp. 98-104, 2014.

- [27] M. Chikhi, B. Agoudjil, A. Boudenne, and A. Gherabli, "Experimental investigation of new Bio-composite with low cost for thermal insulation," *Energy and Buildings*, vol. 66, pp. 267-273, 2013.
- [28] B. Haba, B. Agoudjil, A. Boudenne, and K. Benzarti, "Hygric properties and thermal conductivity of a new insulation material for building based on date palm concrete," *Construction and Building Materials*, vol. 154, pp. 963-971, 2017.
- [29] http://www.cg43.fr/sites/cg43/IMG/pdf/guide_des_materiaux_isolants.pdf.
- [30] J.-P. Oliva, "L'isolation écologique: conception, matériaux, mise en oeuvre: terre vivante, mens, france,2001,2007."
- [31] P. Meukam, "Valorisation des des briques de terre stabilisées en vue de l'isolation thermique de bâtiments," Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, 2004, pp. 157.
- [32] J.P.Favre, "Interface dans les composites fibreux. In Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites," *Techniques de l'Ingénieur*, vol. A7765, 1992.
- [33] L. M. Matuana, J. J. Balatinez, and C. B. Park, "Effect of surface properties on the adhesion between PVC and wood veneer laminates," *Polymer Engineering and Science*, vol. 38, pp. 765-773, 1998.
- [34] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, A. Kareche, and A. Boudenne, "Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building," *Energy and Buildings*, vol. 81, pp. 98-104, 2014.
- [35] M. Chikhi, "Metrologie et modelisation des transferts dans les composites naturels a faible cout pour l'isolation thermique dans les panneaux solaires," Thèse de doctorat en science, Laboratoire de Physique Energétique Appliquée (LPEA), Batna 1,2013.
- [36] M. Boumhaout, L. Boukhattem, H. Hamdi, B. Benhamou, and F. A. Nouh, "Thermomechanical characterization of a bio-composite building material: Mortar reinforced with date palm fibers mesh," *Construction and Building Materials*, vol. 135, pp. 241–250, 2017.
- [37] H. Djidjelli, J. J. Martinez-Vega, J. Farenc, and D. Benachour, "Effect of wood flour content on the thermal, mechanical and dielectric properties of poly(vinyl chloride)," *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 287, pp. 611-618, 2002.
- [38] B. V. Kokta, D. Maldas, C. Daneault, and P. B. P, "Composites of poly(vinyl chloride) and wood fibers. Part II: Effect of chemical treatment," *Polymer Composites*, vol. 11, pp. 84-89, 1990.

- [39] N. Sombatsompop, K. Chaochanchaikul, C. Phromchirasuk, and S. Thongsang, "Effect of wood sawdust content on rheological and structural changes, and thermo-mechanical properties of PVC/sawdust composites, " *Polymer International*, vol. 52, pp. 1847-1855, 2003.
- [40] H. Jiang and D. P. Kamdem, "Development of poly(vinyl chloride)/wood composites. A literature review," *Journal of Vinyl & Additive Technology*, vol. 10, pp. 59-69, 2004.
- [41] E. Aamr-Daya, T. Langlet, A. Benazzouk, and M. Quéneudec, "Feasibility study of Light weight cement composite containing flax by-product particles: Physico-mechanical properties, " *Cement & concrete composites*, vol. 30, pp. 1957-1963, 2008.
- [42] R. D Tolêdo Filho, K. Ghavami, G. L England, and K. Scrivener, "Development of vegetable fibre-mortar composites of improved durability, " *Cement and Concrete Composites*, vol. 25, pp. 185-196, 2003.
- [43] R. S. P. Coutts, "A review of Australian research into natural fiber cements composites," *Cement & concrete composites*, vol. 27, pp. 518-526, 2005.
- [44] M. Khenfer and P. morlier, "Caractérisation et microstructure de ciments renforcés de fibres de cellulose," *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, vol. 224, pp. 49-58, 2000.
- [45] E. J. Biblis and C. F. Lo, "Effect on the setting of southern pine-cement mixtures," *Forest Products Journal*, vol. 18, pp. 28-34, 1968.
- [46] R. C. Weatherwax and H. Tarkow, "Decayed wood as an inhibitor, " *Forest Products Journal*, vol. 17, pp. 30-32, 1967.
- [47] C. R. Wilding, A. Walter, and D. D. A. Double, "classification of inorganic and organic admixtures by conduction calorimetry, " *Cement and Concrete Research*, vol. 14, pp. 185-194, 1984.
- [48] M. M. Arsene, K. Bilba, and 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*, vol. 11, pp. 7-20, 2001.
- [49] P. R. Blankenhorn, M. R. Silsbee, B. D. Blankenhorn, and M. Dicola, "Temperature and moisture effect on selected properties of wood fiber-cement composites, " *Cement Concert Research*, vol. 29, pp. 737-741, 1999.

- [50] Parameswaran, N. Broker, F.W, and M. H. Simatupang, "Microtechnological studies on mineral-bonded wood composites: Interactions between binders and wood," *Holzforschung*, vol. 31, pp. 173-178, 1977.
- [51] R. S. P. Coutts, "High yield wood pumps reinforcement for cement products," *Appita Journal*, vol. 39, pp. 143-148, 1985.
- [52] R. S. P. Coutts and P. G. Warden, "Microstructures of wood-fiber-plaster composites," *Journal of Materials Science*, vol. 13, pp. 283-285, 1987.
- [53] A. A. Moslemi and L. Zhengtian, "Influence of chemical additives on the hydration characteristics of western larch wood-cement-water Mixtures," *Forest Products*, vol. 35, pp. 37-43, 1985.
- [54] A. A. I. Moslemi, "norganically bonded wood composite," *Chemical Technique*, pp. 505-510, 1988.
- [55] A. A. Moslemi and L. Zhengtian, "Influence of chemical additives on the hydration characteristics of western larch wood-cement-water Mixtures," *Forest Products Journal*, vol. 35, pp. 37-43, 1985.
- [56] A. Bouguerra, A. Ledhem, F. Barquin, R. M. Dheilily, and M. Queneudc, "Effect of microstructure on the mechanical and thermal properties of lightweight concrete prepared from clay, cement and wood aggregates," *Cement and Concrete Research*, vol. 28, pp. 1179-1190, 1998.
- [57] A. Bouguerra, H. Sallee, F. Barquin, R. M. Dheilily, and M. Queneudc, "Isothermal moisture properties of wood-cementitious composites," *Cement and Concrete Research*, vol. 29, pp. 339-347, 1999.
- [58] A. Govin, "Aspects physico-chimique de l'interaction bois-ciment. Modification de l'hydratation du ciment par le bois," ENSMSE, Saint-Etienne, 2003.
- [59] K. Yamagish, K. Komazawa, R. Kasai, and L. Nunomura, "Fabrication de panneaux de bois-ciment utilisant un bois de mauvaise prise, influence d'un prétraitement des particules de mélèze avec de l'huile et des produits chimiques," *Forest Products Journal*, pp. 7-10, 1980.
- [60] O. Wienhaus, "Influence des substances sur la prise du ciment," *Holztechnologie*, vol. 20, pp. 207-215, 1979.
- [61] H. Lange, H. Somatupangm, and A. Neubanuer, "Influence of latent hydraulic binders on the properties of wood cement composite," in *Proceeding of the International*

- Conference on fiber and Particle Boards bonded with Inorganic Binders*, University of Idaho, 1988.
- [62] www.thermowood.fi, "Thermowood. Finnish thermo wood handbook, "2003.
- [63] J. Bourgois and R. Guyonnet, "Characterisation and analysis of torrefied wood," *Wood science technology*, vol. 22, pp. 143-145, 1989.
- [64] A. Burmester, "Stabilité dimensionnelle de Wood, "*Holz als Roh Werkstoff*, vol. 33, pp. 333-335, 1975.
- [65] Y. Cao, S. Shibata, and I. Fukumoto, "Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments," *Composites: Part A*, vol. 37, pp. 423–429, 2006.
- [66] G. H. D. Tonoli, U. P. R. Filho, H. S. Jr., J. Bras, M. N. Belgacem, and F. A. R. Lahr, "Cellulose modified fibres in cement based composites, "*Composites: Part A*, vol. 40, pp. 2046–2053, 2009.
- [67] L. Daryanto, "Etude des caractéristiques physico-chimiques du bois imprégné et du bois densifié par imprégnation suivi d'une compression plastique," Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 1988.
- [68] K. Yougquist, M. Krzysik, and R. M. Rowell, "Dimensional stability of acetylated aspen flakeboard," *Wood and Fiber Science Journal*, vol. 18, pp. 90-98, 1986.
- [69] N. Benmansour, "Développement et caractérisation de composites naturels locaux adaptés à l'isolation thermique dans l'habitat," Département des sciences de la matière, Faculté des sciences, Laboratoire de Physique Energétique Appliquée (LPEA), Université Hadj Lakhdar de Batna, 2014.
- [70] A. Kareche, B. Agoudjil, B. Haba, and A. Boudenne, "Study on the Durability of New Construction Materials Based on Mortar Reinforced with Date Palm Fibers Wastes," *Waste and Biomass Valorization*, vol. xx, pp. xxx-xxx, 2019.
- [71] N. Chennouf, "Phénomènes de transfert de chaleur et de masse dans les composites du bois de palmier dattier: comportement sous sollicitations dynamiques " Doctorat Thèse en Co-tutelle, Université Echahid Hamma Lakhdar El Oued 2019.
- [72] N. Chennouf, B. Agoudjil, T. Alioua, A. Boudenne, and K. Benzarti, "Experimental investigation on hygrothermal performance of a bio-based wall made of cement mortar filled with date palm fibers, "*Energy & Buildings*, vol. 202, pp. xxx-xxx, 2019.

- [73] N. Chennouf, B. Agoudjil, A. Boudenne, K. Benzarti, and F. Bouras, "Hygrothermal characterization of a new bio-based construction material: Concrete reinforced with date palm fibers," *Construction and Building Materials*, vol. 192, pp. 348-356, 2019.
- [74] T. Alioua, B. Agoudjil, N. Chennouf, A. Boudenne, and K. Benzarti, "Investigation on heat and moisture transfer in bio-based building wall with consideration of the hysteresis effect," *Building and Environment*, vol. 163 pp. xxx-xxx, 2019.
- [75] B. Haba, "Etude in-situ des performances énergétiques et mécaniques des matériaux biosourcés et locaux," Doctorat Doctorat, Département de Physique, Université El-Hadj Lakhdar - Batna 1, 2017.
- [76] RILEM, "Functional classification of lightweight concrete, Recommendation of RILEM LC 2," vol. 281-283, 1978.
- [77] D. Taoukil, A. E. bouardi, T. Ajzoul, and H. Ezbakhe, "Effect of the Incorporation of Wood Wool on Thermo Physical Proprieties of Sand Mortars, KSCE," *Journal of Civil Engineering*, vol. 16, pp. 1003-1010, 2012.
- [78] B. Taallah, A. Guettala, S. Guettala, and A. Kriker, "Mechanical properties and hygroscopicity behavior of compressed earth block filled by date palm fibers," *Construction and Building Materials*, vol. 59, pp. 161-168, 2014.
- [79] N. G. Ozerkan, B. Ahsan, S. Mansour, and S. R. Iyengar, "Mechanical performance and durability of treated palm fiber reinforced mortars," *International Journal of Sustainable Built Environment*, vol. 2, pp. 131-142, 2013.
- [80] Y. Ghernouti and B. Rabehi, "Strength and durability of mortar made with plastics bag waste (MPBW)," *concrete structures and materials*, vol. 6, pp. 145-153, 2012.
- [81] R. Walker, S. Pavia, and R. Mitchell, "Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes," *Construction and Building Materials*, vol. 61, pp. 340-348, 2014.
- [82] G. D. Bella, V. Fiore, and A. Valenza, "Effect of areal weight and chemical treatment on the mechanical properties of bidirectional flax fabrics reinforced composites," *Materials & Design*, vol. 31, pp. 4098-4103, 2010.

Chapitre II:

Etude expérimentale

II. Introduction

Ce chapitre est composé de trois parties, la première partie est dédiée aux matériaux utilisés et aux techniques de mise en œuvre des composites biosourcés à base de bois de palmier dattier. La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des dispositifs de mesures et des méthodes de caractérisation des propriétés physiques, thermiques et mécaniques des composites étudiés. Dans la troisième partie on s'intéresse aux techniques et mécanismes de durabilité et de dégradation de ces composites.

II.1. Matériaux et méthodes expérimentales

II.1.1. Matériaux

II.1.1.1. Fibres de bois de palmier dattier

Le bois de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) récolté des oasis de Laghrou (Biskra-Algérie) a été utilisé comme un renfort dans cette étude. Les parties utilisées sont le pétiole, la grappe et le rachis, présentés dans la figure II.1.

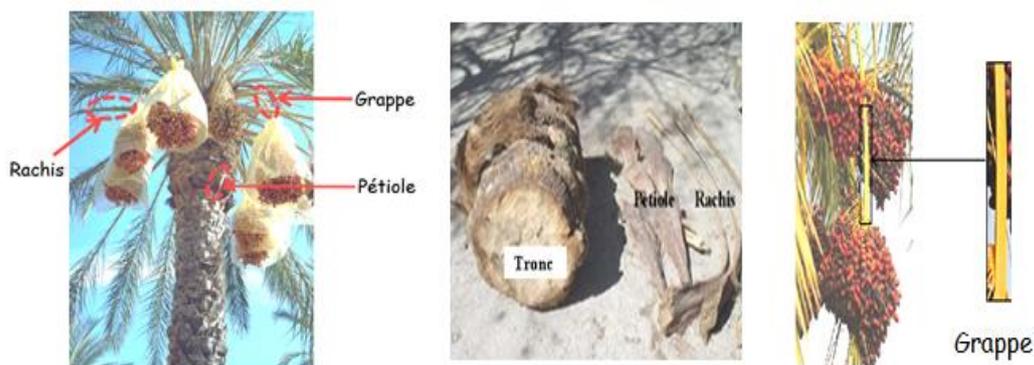


Figure II.1. Parties essentielles du bois de palmier dattier.

Suite aux recherches expérimentales effectuées sur le bois de palmier dattier par Agoudjil *et al.* [1], il a été constaté que les parties renouvelables de palmier dattier (le pétiole, le rachis, la grappe) possèdent une conductivité thermique plus faible que le tronc du palmier. Par conséquent, notre travail est porté sur l'utilisation des parties renouvelables de palmier dattier (les fibres de pétiole, de rachis et de la grappe) pour l'élaboration des composites à base de mortier et de ces fibres.

Le bois de palmier dattier a été séché dans des conditions naturelles, puis soumis à un broyage mécanique à l'aide d'un broyeur (voir la figure II.2) afin d'obtenir des petites dimensions. Il a subi deux niveaux de broyage ; le concassage qui permet d'obtenir des particules de taille inférieure au centimètre et le broyage grossier pour obtenir des particules de l'ordre du millimètre.



Figure II.2. Procédé du broyage du bois de palmier dattier (EPTR de Batna).

Le bois de palmier dattier est utilisé sous forme des fibres dans les composites. Ces fibres ont été broyées avec un broyeur mécanique afin d'obtenir des différentes tailles de fibres.

Les tailles des fibres des échantillons (A, B et C) sont distinguées de manière suivante :

- Echantillon A: les particules de taille fine.
- Echantillon B: Mélange de A et de B.
- Echantillon C: les particules de taille grosse.

La figure II.3 présente les échantillons (A, B, C) obtenus après le tamisage. L'analyse granulométrique permet de déterminer les différents diamètres des fibres qui constituent les échantillons. Dans ce travail nous avons utilisé les particules de taille fine (A) comme un renfort végétal.



Figure II.3. Différentes tailles des fibres de bois de palmier dattier A, B et C.

De ce fait, l'analyse consiste à séparer et à classer les fibres de bois selon leur diamètre à l'aide de la série des tamis suivante en (mm) : 2.5, 3.15, 4.5, 6.3, 8, 10, 12.5, 16, 20, 25 et 31.5. La figure II.4 représente l'appareil de tamisage utilisé pour le classement des tailles des fibres de bois de palmiers dattier (fine, grosse et mélange).

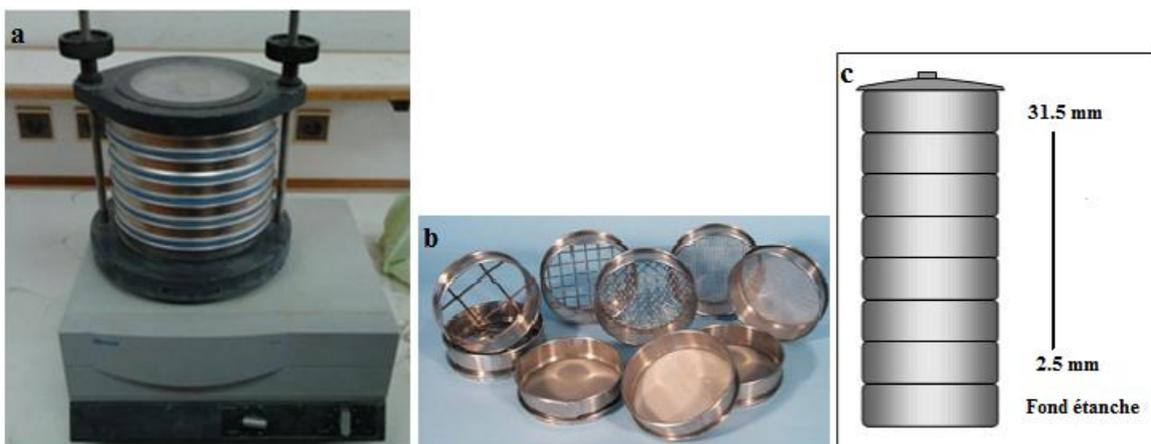


Figure II.4. a) Appareil de tamisage (Retsch.), b) tamis et c) leurs tailles.

Les résultats du tamisage sont présentés dans le tableau II.1.

Tableau III.1: Résultats des tamisât cumulés de trois échantillons de bois.

Tamis (mm)	Tamisât cumulés *(%)		
	Echantillons		
	Fine (DPF-A)	Mélange (DPF-B)	Grosse (DPF-C)
31.5	100	100	100
25	100	100	100
20	100	100	100
16	100	99.15	99.05
12.5	100	97.95	98.42
10	100	94.79	94.17
8	100	89.68	92.14
6.3	100	84.02	88.29
5	100	76.69	82.09
4	100	71.52	71.84
3.15	99.16	63.11	64.83
2.15	98.55	60.22	56.02

* (%) : Le pourcentage massique du matériau passant à travers un tamis.

La figure II. 5, présente la distribution de la granulométrie de ces trois tailles :

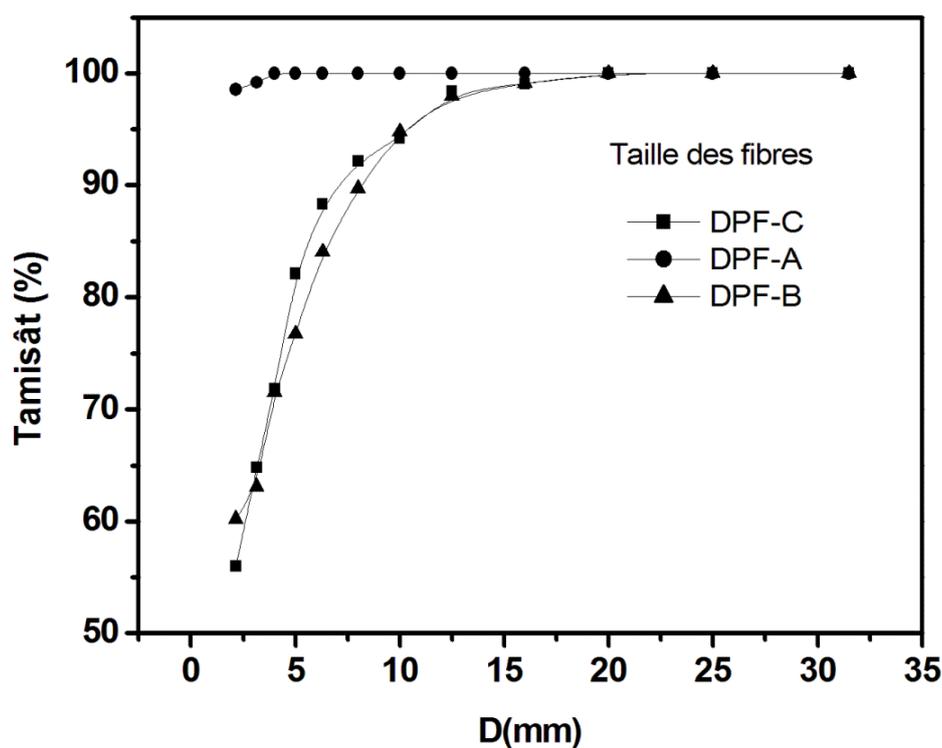


Figure II.5. Distribution de la taille (D) de différentes fibres de bois de palmier dattier.

II.1.1.2. Ciment

Le ciment utilisé est un ciment portland composé CPJ-CEM II/A 42.5 de provenance de la cimenterie d'Ain Touta en Algérie.

➤ Masse Volumique Apparente

La masse volumique apparente du ciment est la masse à l'état naturel du matériau rapportée à l'unité de volume, celui-ci intégrant à la fois les grains et les vides, elle est donnée par la formule suivante :

$$\rho_a = \frac{M_t}{V_t} \quad (\text{II.1})$$

M_t : Masse totale d'échantillon.

V_t : Volume total d'échantillon en tenant en compte des vides pouvant exister entre les grains d'un échantillon.

La masse volumique apparente du ciment utilisé est égale $\rho_a = 2120 \text{ kg/m}^3$.

➤ Masse Volumique Absolue

C'est la masse par unité de volume de la matière solide qui constitue le ciment sans tenir compte des vides pouvant exister entre les grains, elle est donnée par la formule suivante.

$$\rho_{ab} = \frac{M_t}{V_a} \quad (\text{II.2})$$

M_t : Masse totale d'échantillon.

V_a : Volume absolu sans tenir en compte des vides existant entre les grains d'un échantillon.

La masse volumique absolue du ciment utilisé est égale $\rho_{ab} = 3034 \text{ kg/m}^3$.

Les caractéristiques du ciment de portland sont citées dans le tableau suivant :

Tableau III.2: Composition chimique de ciment Portland d'Ain Touta.

Oxyde	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O
(%)	62-67	19-25	2-9	1-5	0-3	1-3	0.6	0.2

II.1.1.3. Sable

Le sable utilisé est de type artificiel concassé gris de taille compris entre 0.01mm et 5 mm (voir la figure II. 6), le rôle du sable dans notre composite est de stabiliser la pâte de ciment pour éviter les fissures de mortier de bois de palmier dattier.

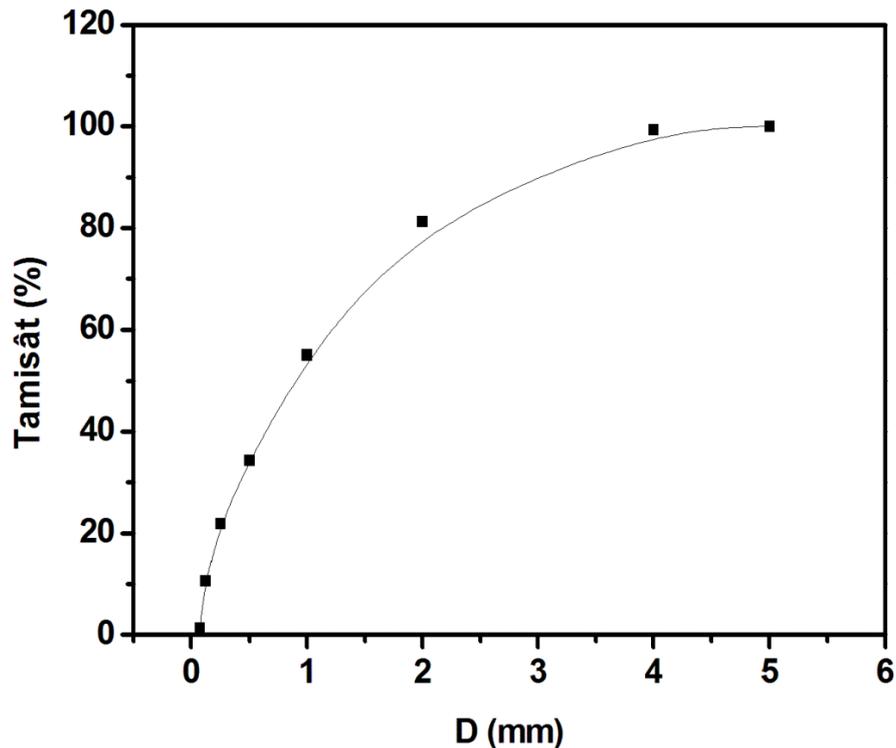


Figure II.6. Distribution de diamètre (D) de différents grains de sable.

II.1.2. Préparation des composites

II.1.2.1. Concentrations et tailles des fibres DPF

La préparation des éprouvettes des composites biosourcés à base de bois de palmier dattier et du mortier de ciment DPC est effectuée selon une méthodologie inspirée de la norme de béton traditionnelle (voir le tableau II.3) [2], et les travaux de recherche ont été effectués par Benmansour *et al.* [3]. Les composites élaborés répondent aux recommandations de RILEM [4] sur les bétons légers et leur utilisation comme isolant dans le bâtiment.

Cette règle prévoit ce qui suit; i) Les concentrations optimales des fibres de bois de palmier dattier satisfaisantes les exigences thermiques et mécaniques pour l'isolation thermique dans l'habitat. ii) Les concentrations massiques faibles de fibres (5%, 10% et 15%) et l'effet de la taille de fibres sur les propriétés thermiques sont moins significatif.

Par conséquent, les fibres seront utilisées dans la préparation de ces composites. Il s'agit de fibres de bois de palmier dattier fines (DPF-A ou DPF) et avec des concentrations massiques suivantes; 5%, 10% et 15%.

Tableau II.3: Composition massique de béton de bois pour 1 m³ de mélange.

Bois	Ciment	Sable	Eau
170 kg	350 kg	200 kg	250 kg

Les proportions des composants utilisés dans les mélanges sont présentées dans les tableaux II.4 et 5. Les tableaux 4 et 5 présentent la quantité (en pourcentage et en kilogramme) de mélange de quatre éprouvettes d'un volume cubique (150 mm × 150 mm × 150 mm) ou cinquante-deux éprouvettes d'un volume prismatique (40 mm × 40 mm × 160 mm).

Tableau II.4: Composition massique en pourcentage des différents échantillons.

Code d'échantillon	Ciment (%)	Sable (%)	DPF (%)	e/c
MR ou M0	72.52	27.48	0	0.35
DPC5	69	26	5	0.42
DPC10	66	24	10	0.54
DPC15	62	23	15	0.68

Tableau II.5: Composition massique en kilogramme pour quatre échantillons cubiques

Code d'échantillon	Ciment (kg)	Sable (kg)	DPF(kg)	e/c
MR ou M0	17.81	6.75	0	0.35
DPC5	16.81	2.205	1.228	0.42
DPC10	15.456	2.205	2.456	0.54
DPC15	14.126	2.205	3.684	0.68

II.1.2.2. Mise en œuvre des composites

La mise en œuvre des composites a été effectuée selon les étapes suivantes :

- Malaxage à l'état sec des matières premières (sable, ciment et fibres fines) dans un malaxeur de vitesse 40 tour/ minute (voir la figure II.7) pendant trois minutes à vitesse lente, pour bien homogénéiser ces matières.



Figure II.7. Malaxeur (ELE internationale).

- Gâchage des matières mélangées, en conservant le malaxage à vitesse lente pendant trois minutes. On ajoute progressivement de l'eau jusqu'à ce que le mélange devienne plus malléable.
- L'homogénéisation du mélange est assurée par un malaxage à vitesse lente pendant trois minutes puis une minute à vitesse rapide;
- Le moulage dans les moules cubiques (150 mm × 150 mm × 150 mm) et prismatiques (40 mm × 40 mm × 160 mm), ils sont remplis en trois couches, suivie d'un picage surfacique pour chaque couche.
- Les échantillons restants dans les moules et sont exposés aux conditions du laboratoire (T = 35 °C) et une humidité relative (HR) de (25%) durant 48 heures.
- Le démoulage a été effectué avec précaution pour éviter toute détérioration des échantillons
- Séchage, les échantillons sont conservés en même milieu pendant 28 jours.

Les éprouvettes et les moules sont illustrées dans la figure II.8.



Figure II.8. Les éprouvettes et les moules ; a ($150 \times 150 \times 150$) mm^3 et b ($40 \times 40 \times 160$) mm^3 .

II.2. Mesures des propriétés de composites

II.2.1. Propriétés physiques

II.2.1.1. Evolution de la masse

Après démoulage, les échantillons ont été pesés et après chaque semaine jusqu'à 28 jours à l'aide d'une balance électrique de précision de 10 mg, type Olivetti (voir la figure II.9), afin de suivre l'évolution de la masse des échantillons.

L'objectif de cette étude consiste à étudier la variation de la masse de ce composite quand il est exposé au séchage naturel et ainsi que l'effet de fibres sur sa légèreté. La variation de la masse des composites est calculée par la formule suivante:

$$\Delta m(\%) = (m_1 - m_t) \times \frac{100}{m_1} \quad (\text{II.4})$$

Où m_1 et m_t sont des masses des échantillons après démoulage et « t » est le temps de séchage (7, 14, 21, 28 jours) respectivement.



Figure II.9. Balance électronique modèle Olivetti.

II.2.1.2. Retrait de séchage

L'objectif de l'étude du retrait des échantillons est de connaître le changement dimensionnel de ces composites pendant un séchage naturel. La mesure a été effectuée à l'aide d'un dispositif composé d'un comparateur et d'un support, ayant une précision de 0.01 mm (voir la figure II.10), qui est constitué d'une tige mobile en translation. Le déplacement de cette dernière est transmis à un dispositif mécanique transformant la translation de la tige en rotation de l'aiguille. L'angle total de rotation est proportionnel au déplacement en translation de la tige.

Pour effectuer une mesure on met la jauge sur la surface d'échantillon et on fixe l'aiguille à zéro (voir la figure II.10). Si l'échantillon est soumis au retrait, la jauge se déplace et le système de contrôle indique automatiquement la valeur de retrait.

Le séchage des échantillons (40 mm × 40 mm × 160 mm) a été réalisé à l'air libre pendant 48 heures dans les moules et après démoulage dans un même milieu aux différents âges 7, 14, 21 et 28 jours. La première lecture a été effectuée 48 heures après le démoulage, cette longueur a été désignée (L_0). La longueur mesurée de l'échantillon pour t jours a été désigné (L_t).

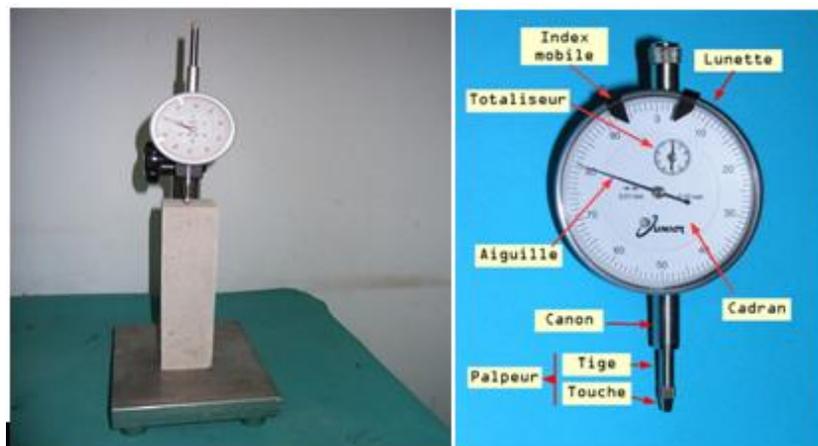


Figure II.10. Appareil de mesure de retrait de séchage.

Le retrait de séchage ε_{sh} des échantillons à tous les âges de test est calculé par l'équation suivante :

$$\varepsilon_{sh}(\%) = (L_0 - L_t) \times \frac{100}{L_0} \quad (\text{II.5})$$

II.2.1.3. Absorption totale des composites

L'objectif de cette partie consiste à connaître l'effet des fibres de DPF sur la capacité d'absorption des composites biosourcés étudiés dans ce travail, ainsi que la cinétique d'absorption. Pour cela, des mesures ont été effectués sur un échantillon de fibres fines de bois palmier dattier et quatre échantillons (voir le tableau II. 4) MR, DPC5, DPC10 et DPC15 entièrement sec. Ils ont été séchés au préalable dans une étuve Memmert, model 30-1060, à $T= 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'obtention d'un poids constant (voir la figure II.11).

Le choix de cette température est lié au séchage conventionnel des biomatériaux (température entre $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $100\text{ }^{\circ}\text{C}$).



Figure II.11. *Etuve Memmert model 30-1060.*

Dans le procédé d'absorption totale des fibres, l'eau est absorbée sous l'effet de capillarité avec le temps. L'échantillon de fibres fines de bois de palmier dattier est posé sur le dispositif qui se compose d'un papier filtré superposé sur un tamis de 0.05 mm d'ouverture, ce dernier est juste articulé au-dessus d'une surface libre de l'eau dans un récipient. Pour le peser directement et éviter la perte des particules fines, on ajoute une assiette perméable (voir la figure II.12, a).

Cependant, dans le procédé d'absorption totale des composites biosourcés, la teneur en eau absorbée est déterminée par immersion totale des échantillons pour différentes concentrations (0, 5, 10 et 15%) (Voir la figure II.12, b).

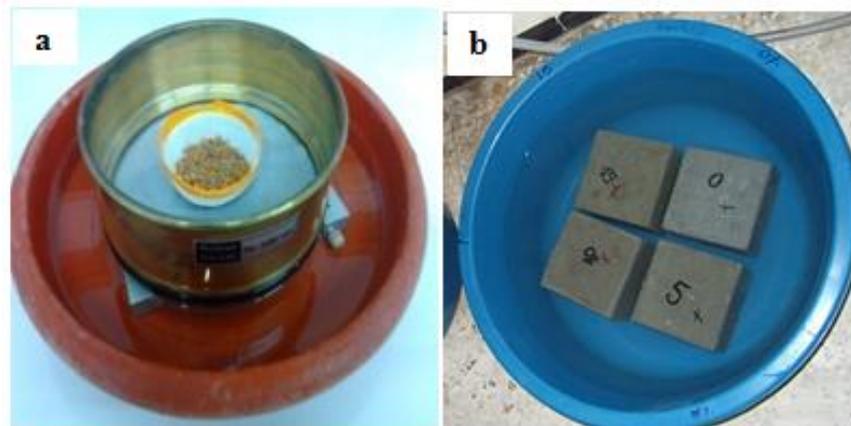


Figure II.12. Dispositif d'absorption totale; (a) DPF, (b) DPC.

L'absorption de l'eau représente le poids d'eau d'un échantillon qu'il peut absorber jusqu'à la saturation. Donc l'absorption est défini comme une quantité d'eau absorbée à l'instant (t) par rapport à la masse sec de l'échantillon [5].

Le pourcentage massique d'absorption d'eau est calculé par la formule :

$$\text{Taux d'absorption}(\%) = \frac{m(t) - m_s}{m_s} \times 100 \quad (\text{II.6})$$

Où

t : Instant où s'effectue la pesée d'échantillon en minute,

$m(t)$: La masse de l'échantillon à l'instant t après la saturation en gramme.

m_s : La masse sèche en gramme,

II.2.1.4. Gonflement des composites

Le test de gonflement des composites biosourcés est réalisé selon la norme XP P 13-901. Les échantillons sont placés dans un bain d'eau pendant 96 heures. Les échantillons sont égouttés pendant environ 10 minutes à la température ambiante, puis on a mesuré la distance à l'aide d'un pied à coulisse digitale (cette distance a été désignée par L_1). La distance avant l'immersion a été également mesuré (cette distance a été désigné par L_0). Le gonflement ΔL_S de chaque échantillon est donné par la formule suivante:

$$\Delta L_S(\%) = (l_1 - l_0) \times \frac{100}{l_0} \quad (\text{II.7})$$

II.2.1.5. Porosité ouverte des composites

Le principe de mesure de la porosité ouverte π_a des composites est reposé sur trois pesées selon la norme NF ISO 5017 :2013-05: La première est pour déterminer la masse m_1 de l'échantillon sèche, on place un échantillon (80 cm^3) dans une étuve (voir la figure II.13) jusqu'à ce que l'échantillon atteigne une valeur de masse constante. On note la valeur de masse apparente m_1 indiquée par la balance.



Figure II.13. *Etuve permanente 24h/24h type JOUAN.*

La deuxième et la troisième pesée ont pour objectif de mesurer les masses apparentes m_2 et m_3 respectivement. On passe l'échantillon chaud directement à un dessiccateur/saturateur sur un support tamisé. On met le dessiccateur sous vide pendant 1 heure et 30 minutes pour désaérer les pores de composite (voir la figure II.14).



Figure II.14. *Opération de mise sous vide de l'échantillon dans le dessiccateur.*

Puis on casse le vide par injection d'eau jusqu'à l'immersion complète de l'échantillon (voir la figure II.15).

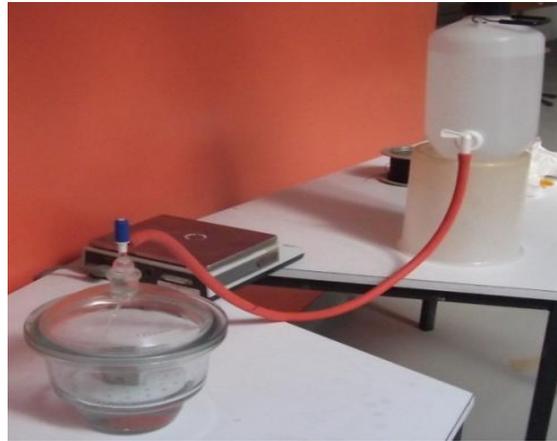


Figure II.15. *Dispositif d'imbibition.*

Une fois l'échantillon est complètement immergé, on l'agite pour éliminer les microbulles provenant du dégazage de l'eau et on le maintient en immersion pendant 2 heures. L'eau distillée est renouvelée à chaque essai. On pèse l'échantillon saturé et on note la valeur de masse apparente m_3 indiquée par la balance. Par la suite, on attache un fil au-dessous de la balance. La balance est initialement tarée (la mise en zéro). Puis on suspende l'échantillon dans ce fil. Ensuite, l'échantillon est immergé dans un récipient sans toucher le fond (voir la figure II.16). Enfin, on pèse l'échantillon ainsi immergé dans l'eau. On note la valeur de masse apparente m_2 de l'échantillon immergé.



Figure II.16. *Banc de pesée hydrostatique.*

On peut exprimer la porosité ouverte sous la forme suivante :

$$\pi_a = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \times 100 \quad (\text{II.8})$$

II.2.2. Propriétés thermiques

II.2.2.1. Conductivité thermique des composites

La mesure de la conductivité thermique des composites a été effectuée à l'état sec et à l'état humide en utilisant le dispositif de marque CI-THERM (TCi -3-A) de précision de $0.001 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ (figure II. 17), qui est basé sur le principe suivant: i) Un courant connu est appliqué à l'élément chauffant du capteur de la sonde pour fournir une petite quantité de chaleur.

Les résultats de la chaleur fournie par une température élevée à l'interface entre le capteur et l'échantillon. ii) Cette température est précisément moins de $2 \text{ }^\circ\text{C}$ et l'élévation de température à l'interface provoque une variation de la chute de tension de l'élément de capteur. Le taux d'augmentation de la tension du capteur est utilisé pour déterminer les propriétés thermo-physiques de l'échantillon de la tension du capteur. iii) Les résultats sont affichés sur l'ordinateur en temps réel. Pour garantir un bon contact entre l'échantillon et la sonde. Il doit utiliser un gel spécial sur la surface de la sonde.



Figure II.17. Dispositif de mesure de la conductivité thermique (C-THERM), Model TCi-3-A.

II.2.3. Propriétés mécaniques des composites

II.2.3.1. Résistance à la compression des composites

La résistance à la compression est mesurée par écrasement des composites cubique (150 mm × 150 mm × 150 mm), soient traité ou non traités. Les essais de compression ont été réalisés avec une machine de compression de la norme NFEN196-1, de type Controlab (voir la figure II.18) à une température de 23°C et un taux d'humidité de 38%, avec la vitesse de la charge 0.5 MPa/s et de précision de 0.001 MPa.

La mesure de la déformation est réalisée avec un vérin hydraulique d'une longueur nominale de 100 mm. Les résultats sont affichés directement sur l'écran de la machine.



Figure II.18. *Appareil d'essai de la résistance à la compression (Controlab).*

II.2.3.2. Résistance à la flexion des composites

La résistance à la flexion est mesurée par écrasement des échantillons cubiques (160 mm × 40 mm × 40 mm), soient traité ou non traités. Les essais de flexion ont été réalisés avec une machine de flexion de la norme EN196, de type Toni Technik (voir la figure II.19) à une

température de 23 °C et un taux d'humidité de 38%, avec une vitesse de la charge 0.05 kN/s et de précision de 0.001 kN.



Figure II.19. Appareil d'essai de la résistance à la flexion (Toni Technik).

II.2.4. Propriétés acoustiques

II.2.4.1. Vitesse ultrason des composites

La vitesse des ondes à ultrasons des composites est mesurée à l'aide d'un appareil d'un récepteur/pulsar ultrasons de la norme NF EN 12504-4, de type ELE international-PUNDIT (voir la figure II.20). Il est équipé de deux sondes de prélèvement, la première est pulsar et l'autre est un récepteur.

Cet appareil est accompagné d'un calibre des vitesses de 27 μ s pour étalonner la vitesse ultrason indiqué sur l'écran avant de l'exécution des essais.

Les ondes sonores ont été propagées le long des axes longitudinaux et transversaux des échantillons. Afin d'obtenir un bon contact entre les sondes de pulsar et de récepteur et la surface des échantillons, il doit enduire les surfaces des sondes par un film mince de graisse.

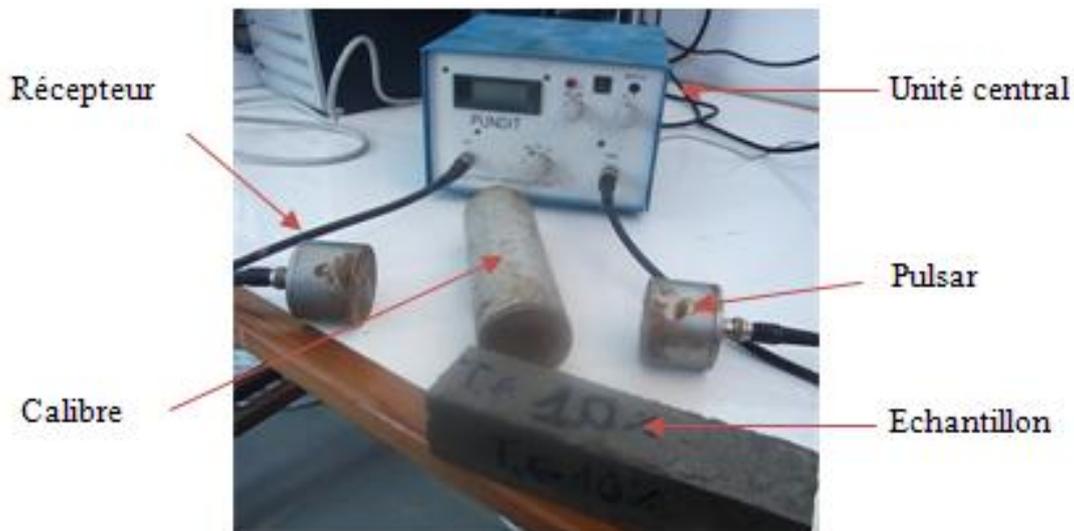


Figure II.20. Appareil de mesure de la vitesse ultrason (ELE international-PUNDIT).

II.3. Durabilité et dégradation des composites

II.3.1. Immersion totale des composites dans différents milieux

Pour évaluer la durabilité et la dégradation des composites biosourcé vis-à-vis différents milieux, des échantillons de mortier de ciment chargés par le bois de palmier dattier avec différentes concentrations. Les échantillons sont conservés dans l'eau à la température ambiante jusqu'au 28^{ème} jour. Après 28 jours d'immersion dans l'eau, les échantillons sont pesés pour déterminer leurs masses avant l'immersion dans des milieux puis ils sont immergés dans les différentes solutions (5% H₂SO₄, 5% NaOH et 5% NaCl).

Les effets de réactions chimiques dues aux attaques chimiques des échantillons immergés dans ces solutions sont évalués selon la Norme ASTM C 267-96. Les éprouvettes sont nettoyées 3 fois avec l'eau douce pour éliminer le mortier altéré puis les sécher pendant 30min. Ensuite on procède à la pesée des éprouvettes avec une balance Sertorius (Model PT150) de précision de 1 mg.

Cette opération est effectuée à 1, 2, 3 et 4 semaines après l'immersion dans la solution. Les solutions chimiques sont renouvelées chaque semaine, de façon à maintenir un pH constant et égale à un.

La variation de la masse vers les solutions chimiques est évaluée par la formule suivante :

$$\Delta m(\%) = (m_i - m_t) \times \frac{100}{m_i} \quad (\text{II.9})$$

Avec m_i : masse des échantillons avant immersion

Et m_t : masse des échantillons après immersion pendant un temps t

II.3.2. Cycles d'humidification et de séchage

Pour simuler le vieillissement naturel des composites bio-sourcés, les échantillons de mortier renforcés par le bois de palmier dattier sont exposés aux quatre cycles d'humidification et de séchage [6].

Cette méthode a été largement utilisée dans les recherches scientifiques précédentes pour étudier la dégradation des matériaux de construction [7-9].

Pour décrire les cycles d'humidification et de séchage utilisés dans cette étude expérimentale. Les échantillons de mortier chargés par des fibres de bois de palmier dattier ont été initialement séchés dans une étuve Memmert (Loading-Models 30-1060) à 60 ± 2 °C, puis ils sont immergés dans l'eau à une température ambiante (23 ± 2 °C).

Les lectures de gain et de perte de masse des échantillons ont été pondérées jusqu'à la masse constante.

L'évolution de la masse des échantillons au cours du temps pour les cycles d'humidification et de séchage est présentée par la figure II.21. Les cycles d'humidification et de séchage utilisés pour cette étude étaient de 3 jours de séchage dans une étuve airée à 60 ± 2 °C et 4 jours d'immersion totale dans l'eau à température ambiante.

Pour éviter le choc thermique des échantillons dans le procédé de séchage. Les échantillons doivent être sécher initialement à la température ambiante d'étuve. Pour le processus d'immersion totale, les échantillons sont initialement placés dans l'eau de température de 60 ± 2 °C, mais sans chauffage.

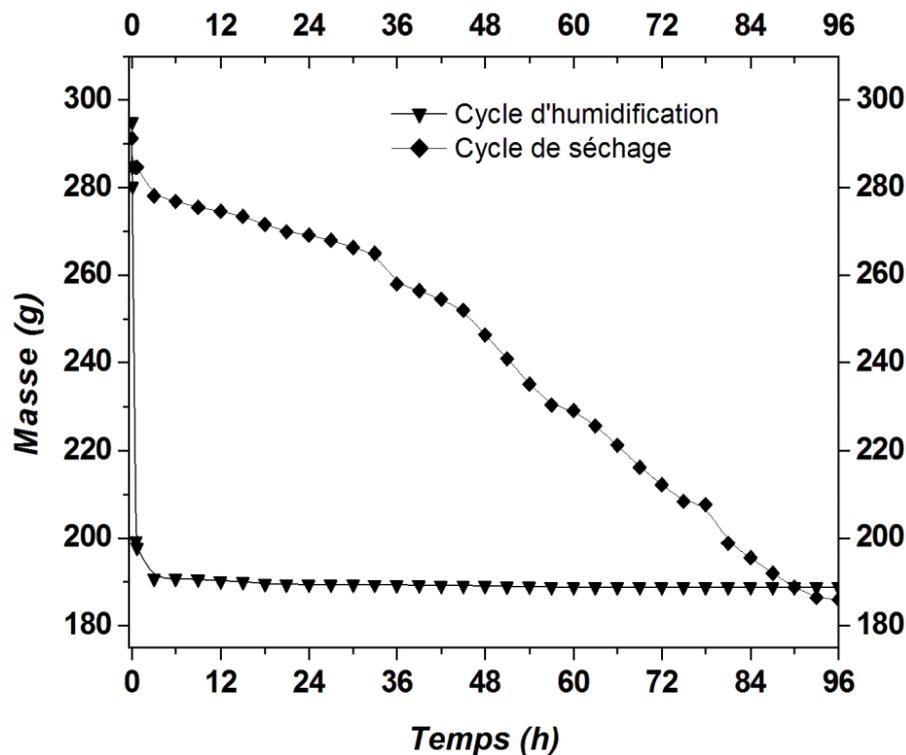


Figure II.21. Définition de la longueur des cycles d'humidification et de séchage (DPC15).

II.4. Micro-analyse et caractérisation de la structure du bois de palmier dattier

II.4.1. Préparation des échantillons

La première étape consiste à prélever une partie de l'échantillon du bois sans altérer la structure. Le matériau est plongé dans l'azote liquide pendant une minute. Ensuite, un morceau de quelques centimètres est récupéré en cassant la structure du matériau. Cette technique permet d'éviter la formation de stries qui peuvent gêner l'observation.

Pour qu'un échantillon soit bien observé au microscope électronique, il faudra qu'il soit métallisé (on le rend conducteur électrique). Ceci évite l'accumulation des charges sur la surface de l'échantillon pendant l'observation.

Pour cela, le matériau étudié est mis dans une chambre d'ionisation sous un vide poussé. Ensuite, il est soumis à une pulvérisation cathodique pendant 3 minutes.

II.4.2. Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage

Le microscope à balayage électronique (MEB) fournit des informations sous forme d'images lumineuses, résultant de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec un volume microscopique de l'échantillon étudié. Le MEB (voir la figure II.22) est constitué d'une enceinte sous vide secondaire où un faisceau électronique est mis en forme par des lentilles électromagnétiques pour exciter l'objet à étudier. La figure II.23 représente une vue générale du MEB. Un schéma montrant en détail le fonctionnement du dispositif est donné par la figure II.24.

Le faisceau d'électrons est focalisé sur la surface de l'échantillon sous forme d'une tache (spot), déplacée ligne par ligne de façon à balayer une surface rectangulaire. La source d'électrons est un filament de tungstène parcouru par un courant. Une plaque percée (wehnelt) parcourue par une tension positive de quelques centaines de Volts est placée à proximité du filament. L'accélération des électrons est réalisée par une deuxième plaque percée également et portée à un potentiel ajustable (de 5 à 30 kV).



Figure II.22. *Microscope électronique à balayage (MEB).*

Le flux d'électrons est ensuite limité par les diaphragmes et focalisé sur l'échantillon à l'aide de différentes bobines électromagnétiques. L'interaction entre les électrons incidents et l'échantillon produit l'émission de rayons X et d'électrons d'énergies différentes (voir la figure II.18) qui sont :

- Les électrons rétrodiffusés
- Les électrons transmis (aucun dans le cas d'un échantillon épais)
- Les électrons secondaires

Seuls les électrons secondaires permettent de recréer l'image. Ils possèdent une faible énergie cinétique. Pour qu'ils ressortent du solide, il faut qu'ils soient émis près de la surface de l'échantillon. Les images en électrons secondaires ainsi formées sont très sensibles à la topographie de surface de l'échantillon analysé.

Les différents échantillons ont été observés par microscope électronique à balayage (MEB ou SEM pour *Scanning Electron Microscopy*, en anglais). Cela nous permet surtout de suivre les modifications au niveau de la surface de l'échantillon dues aux traitements. Le dispositif utilisé pour l'observation de la microstructure est un microscope électronique à balayage (*HITACHI S3200N*[®]) de l'université de Paris 12 Val de Marne

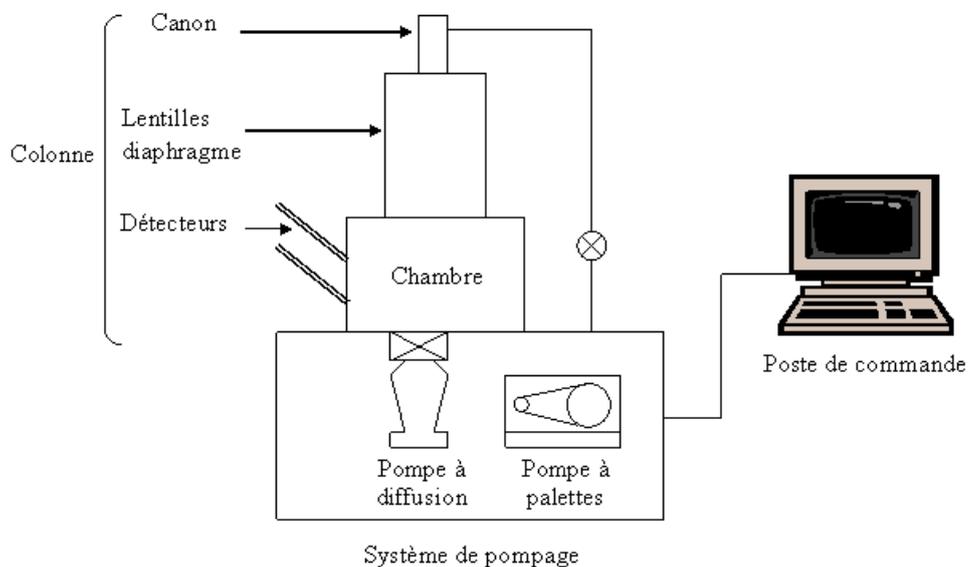


Figure II.23. Vue générale d'un MEB.

Les échantillons DPC ont été observés par un autre microscope électronique à balayage (MEB MARLIN). Car, ce type de MEB permet de caractériser la structure des matériaux isolants comme le matériau étudié dans ce travail.

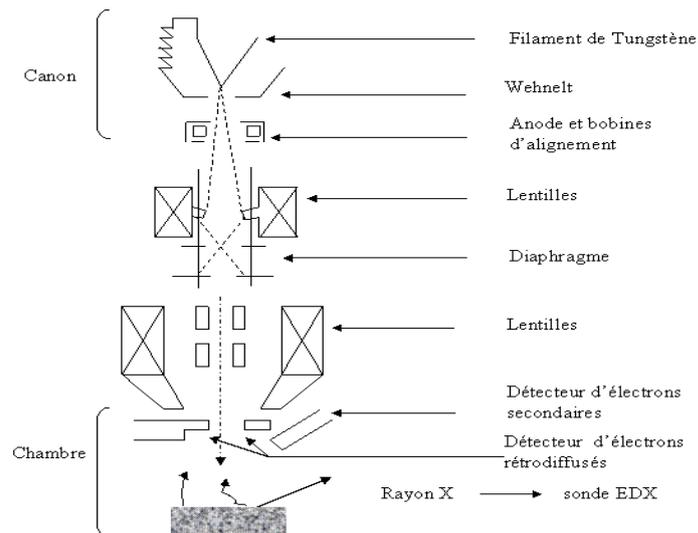


Figure II.24. Emission d'électrons par un échantillon suite à un bombardement par un faisceau électronique.

Le MEB MARLIN (voir la figure II.25) utilisé pour l'observation de la microstructure des composites, s'est existé à l'institut de chimie et des matériaux Paris-Est (ICMPE).

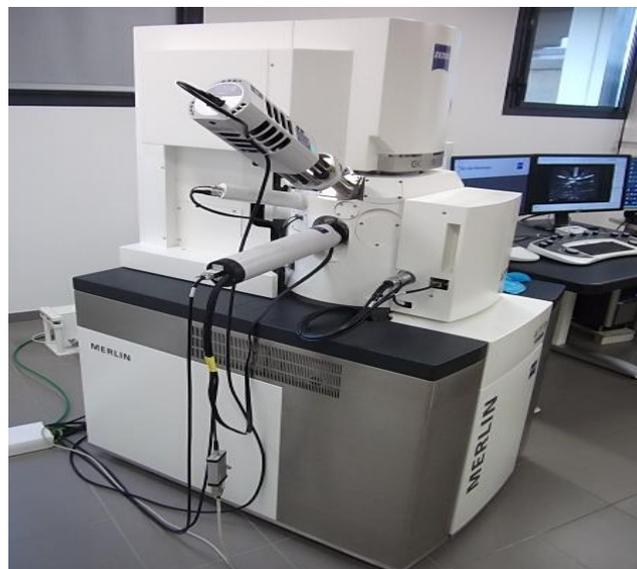


Figure II.25. Microscope électronique à balayage (MEB), MERLIN.

Pour qu'un composite soit bien observé au MEB, il faudra qu'il soit bien nettoyé, et désaéré (l'air dans le composite est nul). Ceci facilite la rétrodiffusion des électrons à travers

l'échantillon. Pour cela, le matériau étudié est mis dans un appareil de désaération jusqu'à l'aiguille de la pression touche à zéro (voir figure II.26)



Figure II.26. Appareil de désaération.

II.5. Thermogravimétrie

La thermogravimétrie ou l'analyse thermogravimétrique (TGA) est une technique dans laquelle la variation de masse d'un échantillon est mesurée en fonction du temps ou de la température lorsque la température de l'échantillon change de façon contrôlée (dite aussi en mode programmée) dans une atmosphère déterminée. Il y a trois modes possibles :

- **Mode isotherme** : la mesure se fait à une température constante.
- **Mode quasi-isotherme**: l'échantillon est chauffé seulement quand sa masse ne varie pas, et lorsque sa masse change la température est maintenue constante.
- **Mode dynamique** (le plus utilisé): l'échantillon est chauffé dans un environnement contrôlé (sous vide, gaz neutre, etc.). La montée en température est réglée de sorte que l'échantillon se chauffe progressivement, de préférence d'une manière linéaire.

Quelques applications pour la thermogravimétrie :

1. Décomposition thermique des matériaux organiques et inorganiques (polymères, métaux, etc.)
2. Corrosion de métaux dans différentes atmosphères;

3. Détermination des températures et des vitesses de sublimation ou d'évaporation;
4. Mesures de désorption, absorption et adsorption;
5. Calcination des matériaux.

II.5.1. Principe de mesure

L'appareille de mesure est la thermo-balance, elle est constituée de deux éléments principaux (voir la figure II.27)

- La balance

- Le four

La nacelle contenant l'échantillon est suspendue au fléau de la balance et plonge dans un four programmable

Une fois le four raccordé à la balance, la chambre d'analyse est un espace réactionnel étanche dans lequel la température, la nature et la pression des gaz peuvent être choisies et contrôlées.

Deux types de balance existent: La balance « monofour » (horizontales ou verticales) et les balances symétriques. Ces dernières sont équipées de deux bras plongeant dans deux fours distincts, elles sont plus stables et leur sensibilité est plus grande. Elles s'affranchissent, en effet, la dérive est relativement importante due à la variation de la poussée d'Archimède lors d'une montée de température.

L'évaluation de la température, du temps et de la masse de l'échantillon est enregistrée par ordinateur. Les résultats peuvent être présentés par la mesure de la masse en fonction de la température dans un intervalle du temps réguliers.

Comme on peut mesurer également la masse en fonction du temps à une température bien déterminée qui dépend de la nature du matériau.

La thermogravimétrie a été réalisée au sein de laboratoire Navier de l'université Paris-Est, UMR 8205, IFSTTAR, F-77447 Marne-la-Vallée cedex, France.

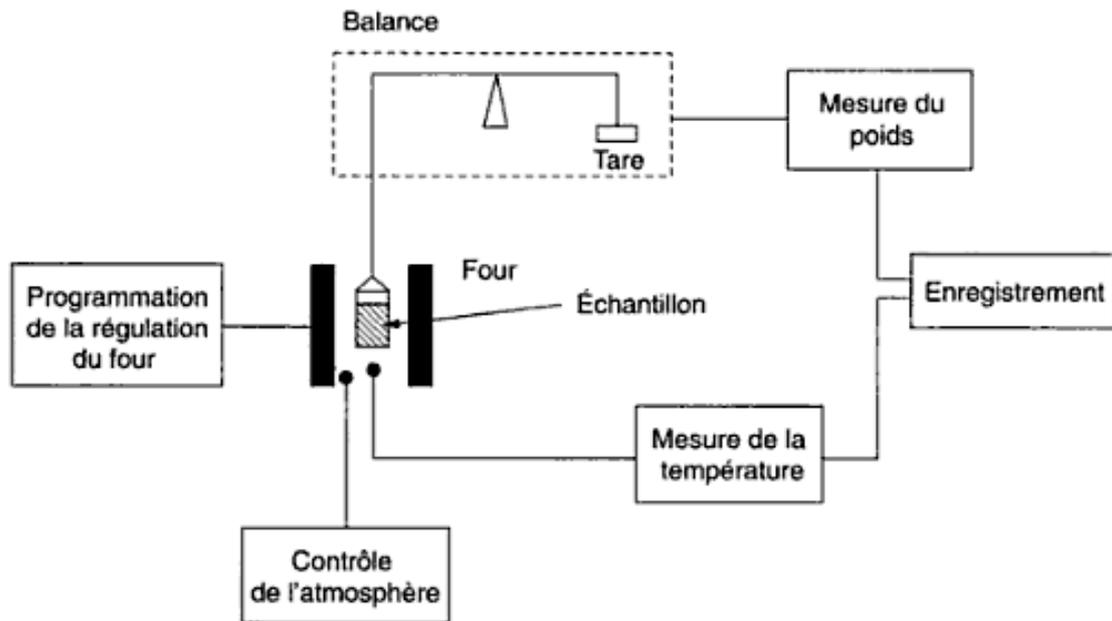


Figure II.27. Thermo-balance: Schéma de principe.

II.6. Conclusion

Dans le présent chapitre, les différents matériaux et les techniques expérimentales utilisés dans ce travail de thèse sont présentés. Les matières biosourcées utilisées sont des composites de béton de mortier renforcé par des déchets de bois de palmier dattier de provenance de Biskra-Algérie.

Les méthodes de mise en forme utilisées sont des techniques classiques de fabrication des matériaux de construction (malaxage, gâchage, moulage, démoulage et séchage...) que nous avons adaptés aux mélanges de mortier et de matière lignocellulosique (DPF).

Les méthodes de caractérisation permettent de déterminer les propriétés mécaniques, physiques et thermique ou leurs performances de durabilité et de dégradation des composites préparés.

Nous avons utilisé différentes techniques de caractérisation des propriétés nécessaires qui permettent d'obtenir des informations sur le comportement et la performance thermique, mécanique, acoustique (porosité, gonflement, absorption, retrait naturel, compression, flexion, MEB, DRX, TGA, conductivité thermique ...) d'un nouveau matériau destinés à la construction et notamment l'isolation.

Références

- [1] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, "Renewable materials to reduce buildings heat loss: characterization of date palm wood," *Energy and Buildings*, vol. 43, pp. 491-497, 2011.
- [2] V. Cerezo, "Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales: approche expérimentale et modélisation théorique," Thèse de Doctorat, L'institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005, pp. 226.
- [3] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherablia, A. Kareche, and A. Boudenne, "Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building," *Energy and Buildings*, vol. 81, pp. 98-104, 2014.
- [4] RILEM, "Functional classification of lightweight concrete, Recommendation of RILEM LC 2," pp. 281-283, 1978.
- [5] H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, and M.O.W. Richardson, "Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites," *Composites Science and Technology*, vol. 67, pp. 1674-1683, 2007.
- [6] J. Claramunt, M. Ardanuy, J. A. García-Hortal, and R. D. T. Filho, "The hornification of vegetable fibers to improve the durability of cement mortar composites," *Cement & Concrete Composites*, vol. 33, pp. 586-595, 2011.
- [7] L. K. Aggarwal, "Durability studies on coir fibre reinforced cement boards. In: Proceedings of the fourth RILEM international symposium. E&FN Spon;," pp. 89, 1992.
- [8] V. Agopyan, "Vegetable fibre reinforced building materials. Developments in Brazil and other Latin American countries. In: Swamy, editor. Concrete technology and design. UK: University of Sheffield," pp. 209-210, 1988.
- [9] P. Soroushian and S. Marikunte, "Long-Term durability and sensitivity of cellulose fiber reinforced cement composites. In: Proceedings of the fourth RILEM international symposium. E&FN Spon;," 1992.

Chapitre III:
Caractérisation physique et
mécanique des composites
DPC

III. Introduction

Ce chapitre est consacré à la caractérisation physique et mécanique des composites biosourcés élaborés à base de mortier de ciment et des fibres fines de bois de palmier dattier (en anglais Datte Palm Concrete DPC). Dans cette partie nous discutons certains propriétés physiques et thermiques des fibres de palmier dattier (en anglais Date Palme Fibre DPF), et leurs effets sur les propriétés physiques de DPC: La porosité, le retrait dimensionnel, le gonflement par immersion totale de l'eau, la masse volumique. Les résultats obtenus ont été présentés et comparés à ceux existants dans la littérature pour une application d'isolation thermique et de construction du bâtiment.

III.1. Propriétés physiques des composites DPC

Le DPC est un matériau composite proposé pour une application d'isolation thermique dans les bâtiments[1]. Les conditions d'environnement de notre pays changent d'une région à l'autre, tel que la région saharienne et côtière, peuvent influencer sur les propriétés physiques de ces composites. Pour cela nous avons étudié différentes caractéristiques physiques des DPC de la taille fine (DPF-A ou DPF). Nous exposons ultérieurement les résultats en détail.

III.1.1. Fibres de bois de palmier dattier

III.1.1.1. Analyse de surface de fibre DPF

Cette technique expérimentale a été précédemment décrite dans le paragraphe II.4. Afin de mettre en évidence l'impact de la microstructure et de la morphologie des fibres DPF sur le comportement de mortier de ciment, nous avons observé leurs surfaces par microscope électronique à balayage (MEB). Les clichés des fibres de bois de palmier dattier observées longitudinalement et transversalement sont présentés par la figure III.1.

Les observations réalisées sur les fibres DPF montrent que la surface des fibres de bois de palmier dattier est rugueuse avec de nombreux filaments, cellules et pores (voir la figure III.1, a et b). En plus, on note la présence, à la surface des fibres, de nombreuses impuretés (sous forme des cristaux et des grains) et des pores tubuleux au niveau de la section transversal (voir la figure III.1, c et d).

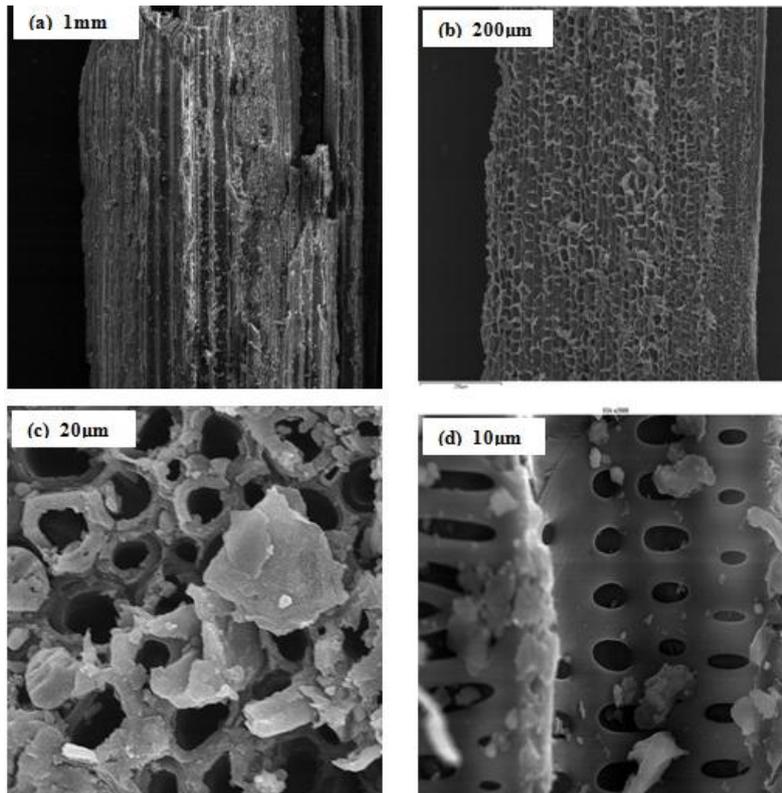


Figure III.1. Clichés MEB des fibres DPF.

Les fibres de bois de palmier dattier semblent donc représenter une alternative prometteuse de renfort de mortier de ciment en raison de leur structure spécifique. De ce fait, comme il est montré par la figure III.1, les fibres ont une section poreuse, ce qui explique son grand pouvoir hydrophile (absorption et désorption de l'eau). En plus, cette caractéristique des fibres peut contribuer à l'amélioration de sa légèreté et ses propriétés de transferts. D'autre part, d'après la figure III.1, a et c, la structure des fibres DPF montre elle-même une structure d'un composite. Ce qui explique sa résistance et son allongement à la rupture élevés [2].

III.1.2. Thermogravimétrie

L'échantillon de fibre fine de bois de palmier dattier (DPF) est initialement séché à 70°C jusqu'à l'état sec où $H(\%) \approx 0\%$, cela a été rapporté par Benmansour *et al.* [1], qui ont expliqué cette stabilisation de la masse en raison d'extraction de l'humidité résiduelle de la fibre DPF sous l'effet de température de séchage à 70 °C. Dans ce travail, nous allons fixer la température de séchage à 200 °C. Les résultats obtenus sont présentés par la figure III.2.

La figure III.2 montre l'évolution de la perte de masse de l'échantillon DPF en fonction du temps de traitement thermique. À l'effet de la température à 200 °C, nous avons remarqué que

la perte de masse de fibres DPF est arrivée à 8.3%, après 5 min. La perte de masse du DPF sous l'effet de la température a été expliquée par une déshydratation complète de la fibre DPF [3], et certaines compositions chimiques des fibres (xylan, lignine et hémicelluloses) peuvent être dégradées [4]. Ensuite, la variation de la perte de masse est très faible, dès 5 minutes.

Il est également montré d'après la figure III.2 que l'échantillon DPF a perdu une très faible quantité de masse depuis le moment $t=5\text{min}$. Dans ce cas, la masse d'échantillon DPF perdue atteint 0.2%, après 15 min (temps de stabilisation). Ceci est dû à leur bonne résistance à la dégradation thermique [5]. D'après ces résultats, on peut donc déduire que les fibres de bois de palmier dattier peuvent être avantageuses en termes de résistance à la dégradation thermique dans les régions très chaudes.

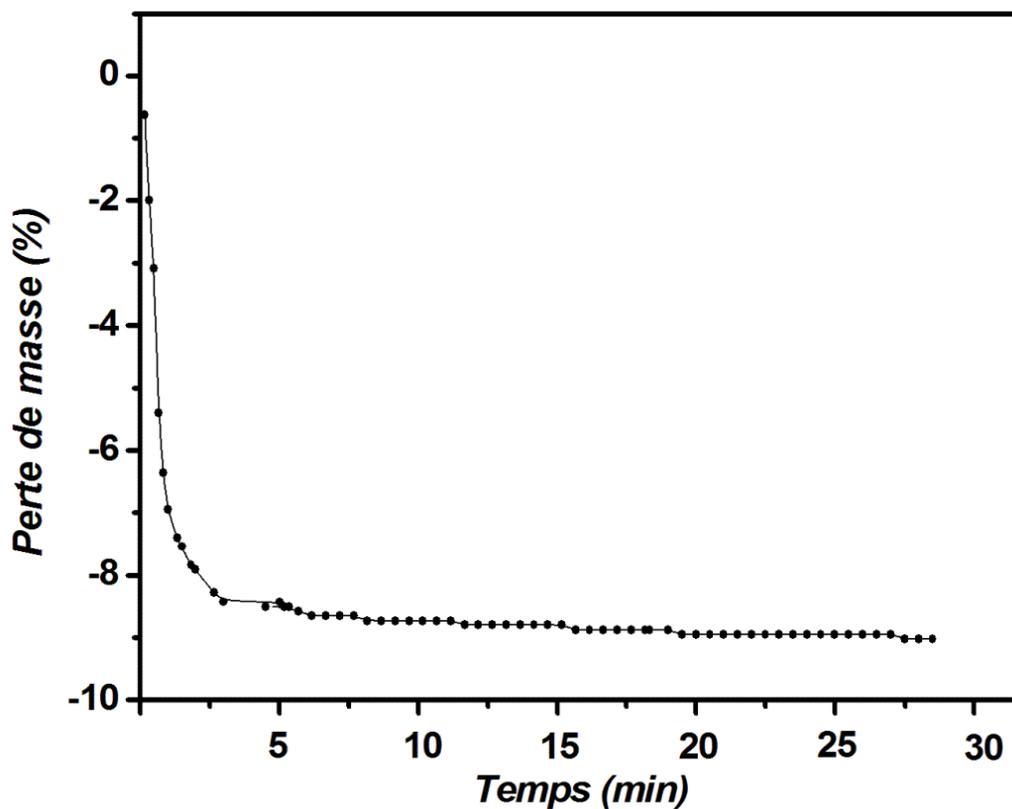


Figure III.2. Thermogravimétrie d'échantillon DPF à une température constante (200 °C).

III.2. Caractéristiques physiques de composite DPC

III.2.1. Masse volumique

La figure III.3 montre l'évolution de la masse volumique des composites DPC en fonction de la concentration des fibres DPF pendant 28 jours de séchage à l'air libre.

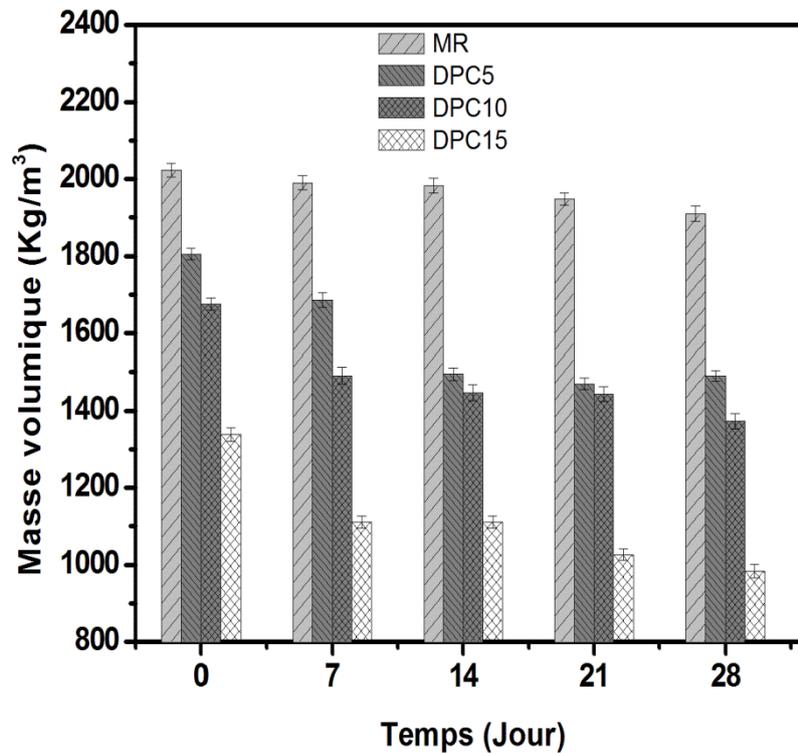


Figure III.3. Evolution de la masse volumique du composite DPC en fonction de temps.

D'après la figure III.3, on peut voir que la masse volumique des composites DPC diminue à la fois en fonction de temps de séchage et la concentration des fibres. Par exemple, du 0 jour au 28 jours, la masse volumique du mortier de ciment renforcé avec 15% en poids (DPC15), elle diminue de 1338 kg/m³ à 983 kg/m³.

On peut remarquer dans la figure III.3, que la masse volumique du DPC diminue avec une augmentation des concentrations des fibres. Par exemple, la masse volumique de DPC avec 15 % de fibres a diminué de 1910 kg/m³ à 983 kg/m³ après 28 jours de séchage. Le même comportement a été observé pour le DPC avec 5 et 10% de DPF, dont la masse volumique a diminué à 1490 kg/m³ et 1372 kg/m³, respectivement, dans un même temps de séchage.

En outre, on peut voir la cinétique de séchage du mortier sans fibres est inférieure à celles du mortier renforcé par des DPF (voir la figure III.3). La tendance générale a indiqué que la cinétique de séchage de mortier est accélérée avec la présence des fibres. Bien que, avec 15% de teneur en fibres, la cinétique de séchage est la plus élevée qui pourrait être due à l'eau dégagé par l'implication des fibres.

D'autre part, on note une diminution de la masse volumique des composites DPC en fonction de la concentration des fibres DPF et du temps de séchage (voir le tableau III.1). Pendant 28 jours, pour le mortier sans fibres, il diminue de 10 %, tandis que, pour le mortier renforcé par 5%, 10% et 15% de DPF, la diminution est de l'ordre 21%, 30%, 40 %, respectivement. Nous constatons clairement, l'effet de l'ajout de DPF sur les variations de la masse volumique de composites DPC pendant le séchage.

Tableau III.1: La diminution de la masse volumique (kg/m^3) des composites DPC.

Composites	7 jours	14 jours	21 jours	28 jours
MR	1.6	2	4	10
DPC5	7	17	19	21
DPC10	13	16	17	30
DPC15	15	20.5	31	40

Les mêmes comportements ont été observés dans les travaux précédents [7-9]. Chikhi *et al.* [9], ont constaté également que la masse volumique de matrice de gypse a diminué avec l'ajout de fibres végétales (voir la figure III. 4).

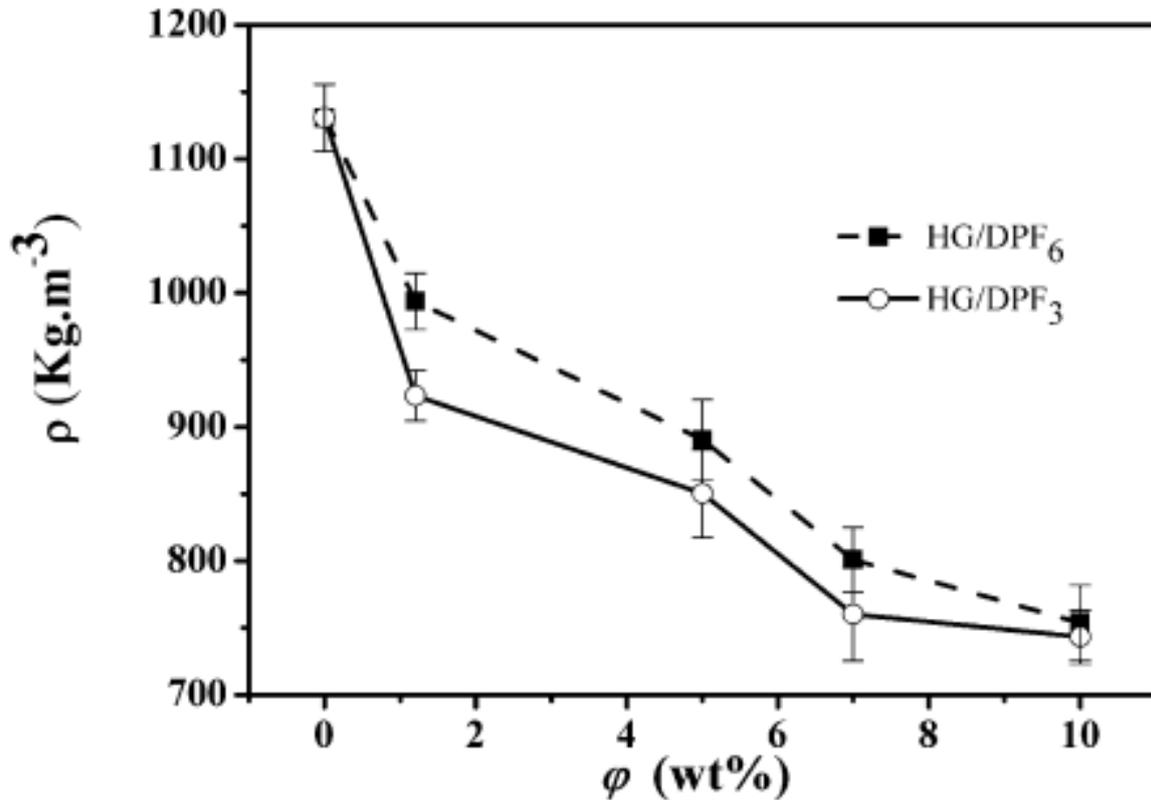


Figure III.4. Les masses volumiques des composites de gypse (HG) et de fibres [9].

Par conséquent, l'inclusion du DPF dans les mortiers conduit à une diminution de la masse volumique des matériaux composites. Cette propriété est liée d'une part à la faible masse volumique des fibres DPF [6], et d'autre part, à l'augmentation de l'entraînement d'air dans le mortier en fonction de la concentration des fibres [1].

III.2.2. Porosité ouverte

La figure III.5 montre la porosité ouverte du DPC. On peut noter que l'ajout des fibres fines de bois de palmier dattier (DPF) dans le mortier de ciment conduit à une augmentation de la porosité ouverte. On peut également voir sur la figure III.5 que la porosité ouverte est d'environ 52% pour les composites avec 15% des fibres, de 43% pour les composites avec 10% des fibres et de 36% pour les composites avec 5 % des fibres.

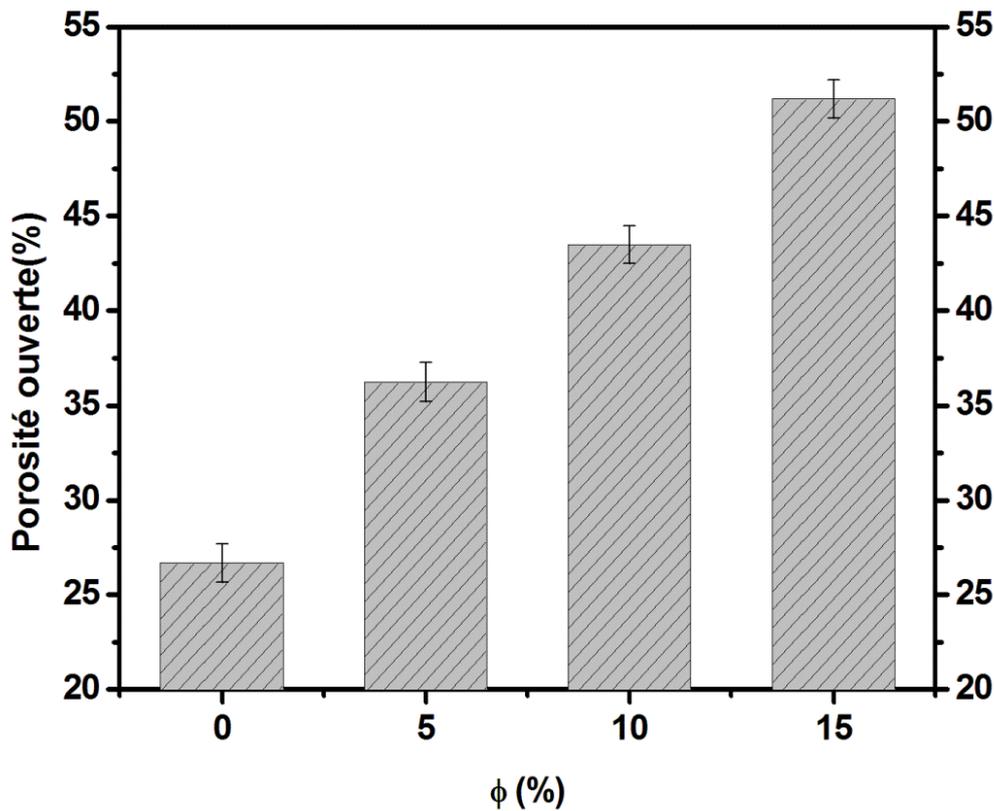


Figure III.5. Evolution de la porosité ouverte de composite DPC.

Par conséquent, l'addition de fibres dans le mortier augmente significativement la porosité ouverte de composite DPC, cette augmentation peut être expliquée par la morphologie des fibres DPF montrée par l'image MEB (voir la figure III.1). Il a été observé que la surface des fibres est de forme cylindrique et irrégulière avec un réseau de pores, ce qui conduit à la présence des vides entre la fibre et la matrice. En outre, cette augmentation de la porosité de ces composites peut lier d'une forte teneur en vides dans la fibre [5].

Par conséquent, les fibres DPF peuvent absorber jusqu'à trois fois son poids sec d'après certaines recherches [1]. Elles ont expliqué cette énorme capacité d'absorption de l'eau de ce type de fibres par leurs structures poreuses.

D'autre part, selon l'image de MEB présentée dans la figure III.6, la fibre présentée dans la matrice de mortier est caractérisée par une microstructure spécifique; tous les côtés (Transversal et longitudinal) de la fibre sont pleins de pores. On peut également noter qu'à l'interface entre la fibre DPF et la matrice de mortier, il y a des pores qui permettent

d'augmenter la porosité du composite DPC. Il a été précédemment rapporté que l'augmentation de la porosité d'un matériau composite naturel serait liée à la teneur élevée des vides présente dans les fibres [10].

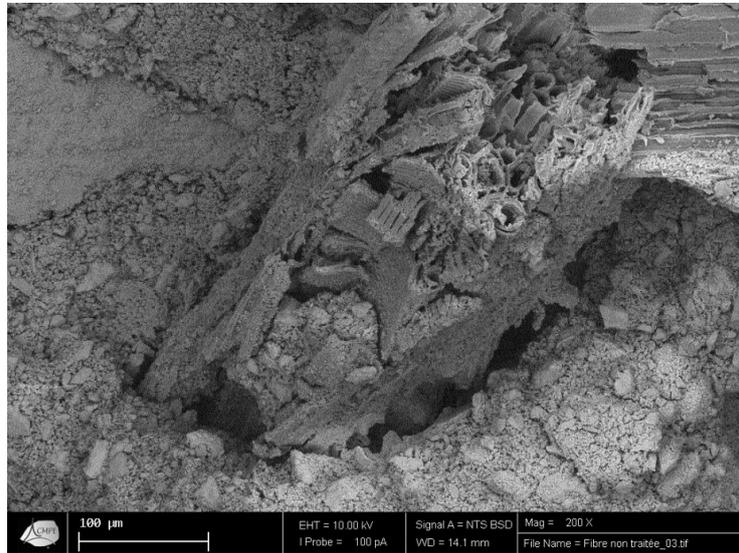


Figure III.6. Clichés MEB de composite DPC.

Généralement, une augmentation de la porosité a été observée dans les études précédentes en raison de l'ajout d'agrégats végétaux comme renfort dans le matériau. Rahim *et al.* [11], ont étudié l'effet de bûchettes de chanvre sur la porosité ouverte de mélange de béton et de chaux [12]. Ils ont révélé que ces agrégats sont des matériaux fibreux, ils possèdent une valeur élevée de la porosité. Ils ont trouvé également que le béton de chaux remplis par le chanvre a une porosité ouverte supérieure à celle de la matrice témoin.

Par conséquent, de nombreuses études ont mis en évidence la capacité d'absorption d'eau de ces matériaux. Il est lié à teneur en vides trouvés dans les matériaux composites [1].

En effet, la porosité ouverte est l'un des principaux paramètres contribuant à l'amélioration de l'isolation thermique des matériaux. Pour cette raison, on peut évidemment supposer que l'ajout de DPF peut fortement augmenter la porosité de la matrice de mortier, ce qui engendre une faible conductivité thermique des composites.

Cette tendance est discutée par Benmansour *et al.*, ils ont expliqué la diminution de la conductivité thermique de composite de mortier et de fibre DPF, elle a été expliquée par l'augmentation du nombre des pores créés par la présence des fibres de bois de palmier dattier [1].

Par ailleurs, Chikhi *et al.* ont étudié l'effet de l'eau sur les matériaux de gypse remplis par le même type de fibres [9]. Ils ont constaté que la capacité d'absorption de l'eau dans ce type de matériaux est liée au temps substantiel de l'eau des vides présents dans ces fibres, et que ces vides peuvent jouer un rôle efficace dans le tamponnement de l'humidité du matériau [7]. Cela permet de réguler l'humidité relative de ce composite étudié dans ce travail par leur porosité, qui recouvre le bâtiment (murs et plafonds) et offre un bon confort aux personnes en santé.

En conclusion, la présence des fibres DPF dans le mortier de ciment conduit à une augmentation de la porosité du composite DPC. Cela signifie que la porosité peut contribuer à la régulation de l'humidité extérieure, lorsqu'il est utilisé comme matériau de construction.

III.2.3. Gonflement du composite DPC

L'utilisation de fibres végétales contribue à l'augmentation de la capacité de stockage en eau des matrices après immersion dans l'eau pendant une période définies [1, 9, 13]. Les fibres de bois de palmier dattier sont des matériaux fortement hygroscopiques [1]. Leur intégration dans une matrice de mortier de ciment peut influencer sur les caractéristiques physiques de composite DPC.

Au sein d'un matériau composite à matrice organique, l'eau interagit avec la matrice, avec le renfort végétal et les zones interfaciales. La figure III. 7 montre que les quantités de l'eau dans le mortier témoin est différent de celles obtenues pour le mortier renforcé par des fibres de bois de palmier dattier (DPF).

L'absorption d'eau dans les DPC dépend à la fois des paramètres structuraux de la matrice de mortier de ciment (différent type de pores), paramètres architecturaux existant entre la fibre et la matrice (l'interfaciale, la dispersion et le rapport de connectivité des fibres). Ainsi, la forte hydrophobicité des fibres de bois de palmier dattier explique le faible pouvoir hygroscopique du mortier sans renfort (égal à 15%).

L'ajout des fibres DPF au mortier entraîne une augmentation du pouvoir hygroscopique de plus de 25%. La présence de fibres au sein du mortier est à l'origine de mécanismes

supplémentaires: Transport capillaire au niveau des défauts d'adhésion à l'interface matrice/DPF et au niveau des microfissures présentes dans la matrice.

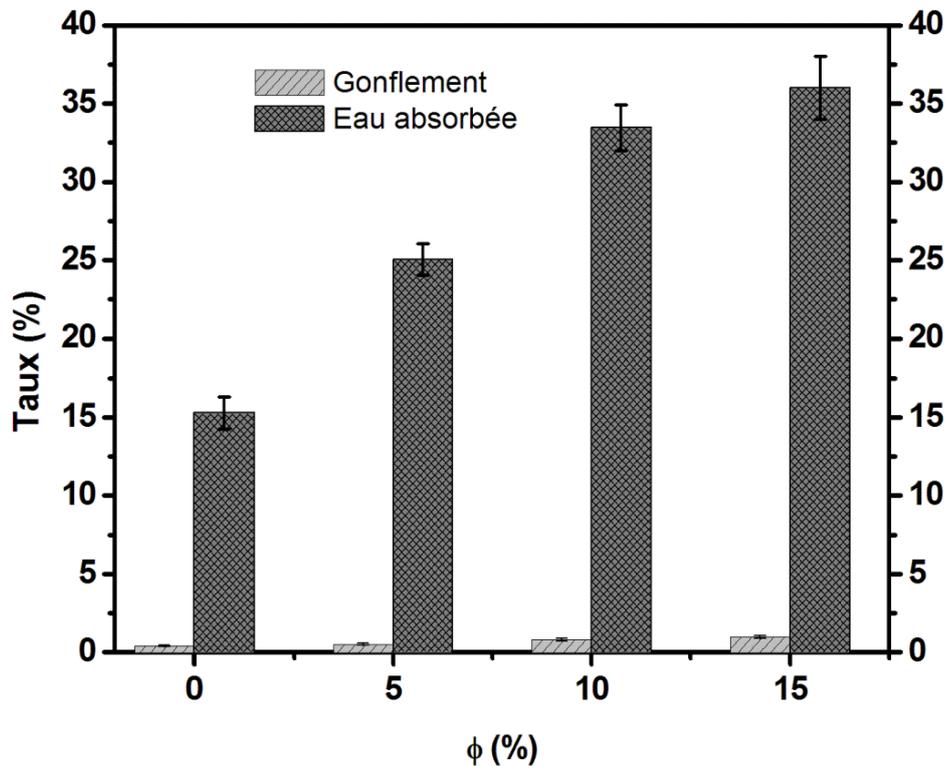


Figure III.7. Les taux d'eau absorbée et de gonflement de composite DPC.

L'incorporation de fibres DPF dans le mortier contribue à augmenter la capacité de stockage en eau du composite DPC: après 96 heures d'immersion dans l'eau à 25°C, la teneur en eau du composite DPC est de 25, 30 et 36% pour les concentrations de fibres 5, 10 et 15%, respectivement.

La microstructure de fibre DPF (voir la figure III.1) montre en effet que le DPC est un matériau fortement hygroscopique. Ils peuvent contenir de l'eau sous deux formes: L'eau libre et l'eau liée. L'eau libre remplissant les vides cellulaires est retenue par des mécanismes de pression capillaire. La structure macromoléculaire et en particulier les groupes hydroxyles des polysaccharides, fortement hydrophiles, peuvent également accueillir des molécules d'eau liées par des liaisons hydrogènes et de Van der Waals [14]. L'insertion des molécules d'eau au sein des macromolécules hydrophiles et dans les interstices entraîne le gonflement d'un matériau.

Les variations dimensionnelles supérieures (gonflement) liées à cette absorption d'eau sont présentées dans la figure III.7, la variation du gonflement de composite DPC et les niveaux d'eaux absorbées par les échantillons en fonction de la teneur en DPF. On peut observer clairement que le gonflement des composites DPC augmente avec l'augmentation de la teneur en DPF. On peut noter que les taux de gonflement des composites DPC sont compris entre 0.4 et 0.98%. Pour les concentrations de fibres qui sont égales à 5%, le taux de gonflement de composite est le plus faible, tandis que le plus élevé est obtenu pour les concentrations de fibres qui sont égales à 15%.

Néanmoins, le taux du gonflement pour les mortiers témoins est d'environ 0.4%. Cette valeur de gonflement est négligeable par rapport à la grande quantité d'eau absorbée par les échantillons d'après la figure III.7. Par exemple, 0.98% de gonflement de composite DPC de concentration 15% des fibres atteint 36% de la teneur en eau absorbée. Un comportement similaire a été rapporté par Taallah *et al.* [13], ils ont étudié le gonflement d'un composite, qui est constitué de sol et des fibres de bois de palmier dattier. Ils ont constaté également que le gonflement de ce composite augmente avec l'augmentation du contenu des fibres (voir la figure III.8).

Les taux de gonflement des composites étudiés dans ce travail se situaient entre 0,18% et 0,53%, bien que ces composites (Sol/DPF) aient été remplis avec des faibles teneurs en fibres, entre 0,1% et 0,2%.

Comme cela a déjà été observé auparavant, plus la concentration des fibres DPF augmente, plus la sensibilité du composite DPC vis-à-vis de l'eau est élevée. Cela se traduit par un gonflement du composite DPC dû à une reprise d'eau (voir la figure III. 7), dès que le composite DPC atteint un certain niveau léger de variation dimensionnelle. En conséquence, les propriétés physiques et chimiques de composite DPC peuvent être changés et dégradés.

La variation dimensionnelle des fibres DPF peut survenir pendant l'étape de séchage de composite DPC et ceci donne un mécanisme possible conduisant à une mauvaise adhérence entre le DPF et le mortier de ciment. De plus, au cours des étapes de confection et de séchage, les fibres DPF peuvent absorber l'eau jusqu'à ce qu'elles soient gonflées, tandis que les fibres peuvent pousser la matrice vers l'extérieur. Enfin, après le processus de séchage, les fibres perdent l'eau absorbée et se rétractent presque jusqu'à ses dimensions initiales. Tandis que la matrice est encore hydratée, un pore est formé autour de la périphérie des fibres DPF et une liaison interracialisée déstabilisée peut diminuer la quantité de pores. Cette explication a déjà été confirmée par les auteurs [15, 16], en indiquant que le Gonflement peut induire la variation de

la dimension des Concentrations des fibres (%), ce qui conduit à une matrice instable. Par conséquent, le composite peut subir une dégradation.

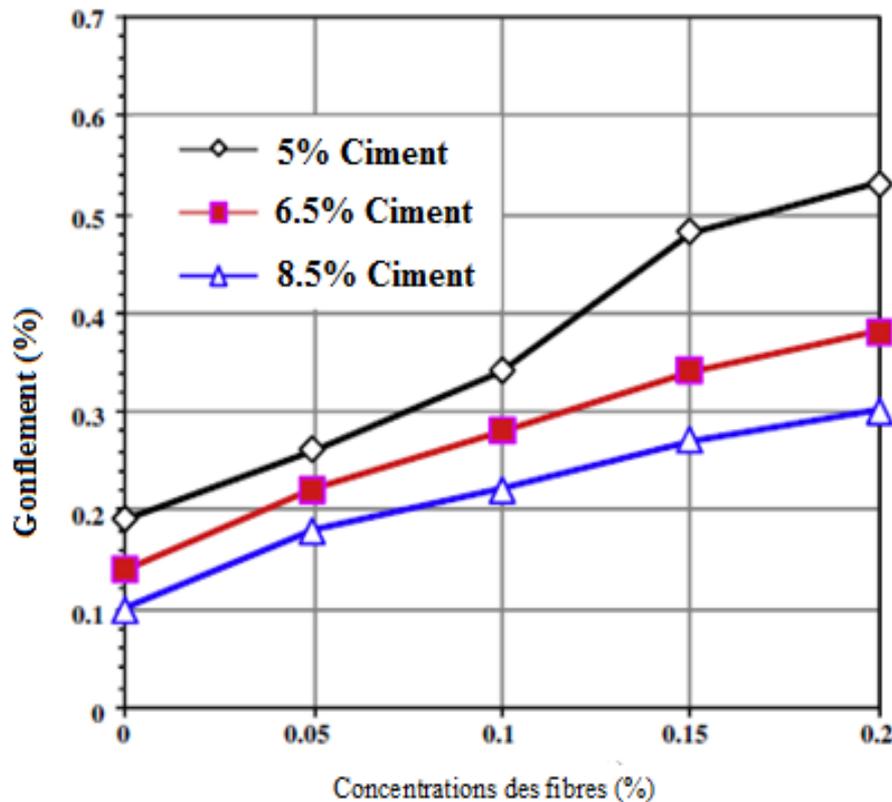


Figure III.8. Gonflement des blocs de soles compressées renforcées par des concentrations de fibres de bois de palmier et stabilisées par différents pourcentages de ciment [13].

On peut conclure que les composites biosourcés, à long terme, montrent une déviation positive vis-à-vis de l'état de semi-équilibre de saturation. La détermination du comportement physique et mécanique est impossible. Ce type de comportement pourrait être interprété par l'intervention de processus de relaxation viscoélastique au sein des fibres végétales. En tout cas, les phénomènes de diffusion et mécanismes hygroscopiques semblent se complexifier à la présence de fibres végétales; des mécanismes additionnels apparaissent.

III.2.4. Effet de température sur le composite DPC

La figure III.9 présente la perte de masse des composites composés de mortier et de fibres de bois de palmier dattier (DPC) en fonction du temps de séchage à la température ambiante et de la concentration des fibres DPF. On peut voir que la perte de masse des composites augmente à la fois avec l'augmentation de temps de séchage et de la concentration des fibres

DPF. Le rapport de la perte de masse après 28 jours pour les échantillons de concentration de fibre de 0, 5, 10 et 15 % sont 6, 16, 26 et 38%, respectivement. On peut voir sur la figure III.9, que la masse perdue des échantillons de 15% de concentration de fibres est supérieure à celle des échantillons de 5% de concentration de fibres, puis celle avec une concentration de fibres de 10%, tandis que la masse perdue de mortier témoin est la plus faible.

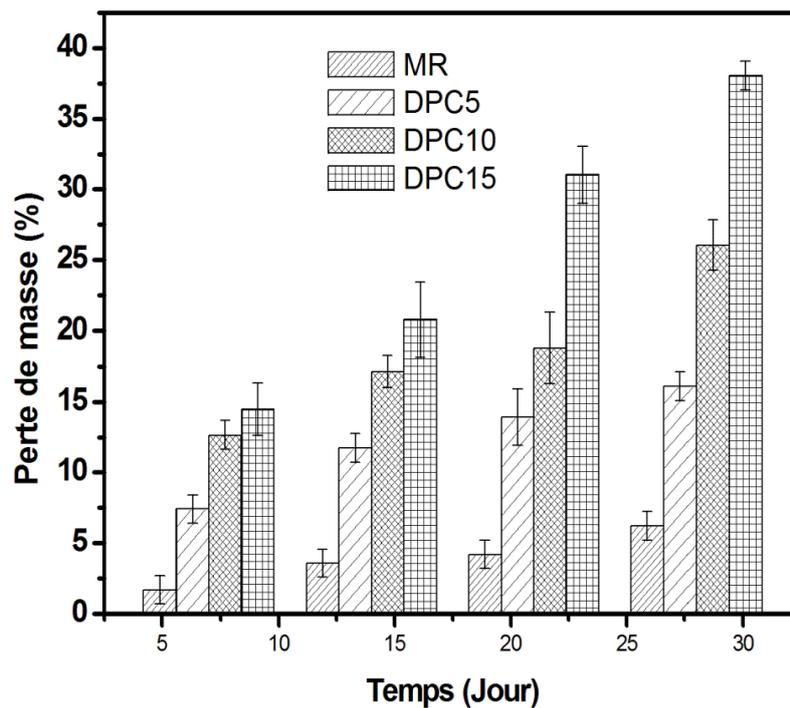


Figure III.9. Variations de la masse perdue de DPC en fonction des concentrations des fibres et du temps.

La perte de masse de ce composite DPC est probablement liée à l'auto-déshydratation et à la dispersion de l'eau à l'extérieur des matrices. Le même comportement a été observé dans des travaux antérieurs [25]. De plus, les fibres DPF utilisés dans cette étude montre une énorme capacité d'absorption d'eau, elles peuvent absorber jusqu'à 241% de la teneur en eau [14]. Par conséquent, l'inclusion de fibres DPF dans le mortier conduit à diminuer la masse de mortier qui permet de fournir une légèreté pour ce composite DPC étudié par rapport à d'autres matériaux légers [18].

Par conséquent, le retrait dû au séchage des échantillons MR, DPC5, DPC10 et DPC15 n'est pas lié à la quantité de perte de masse. On peut remarquer sur la figure III.10, que le retrait dû au séchage est réduit avec l'augmentation de la teneur en DPF. Cependant, la perte de masse des composites DPC augmente avec l'augmentation de la teneur en DPF. En outre, des valeurs élevées du taux de retrait au séchage ont été observées: 0.73, 0.45, 0.4 et 0.2% pour les composites MR, DPC5, DPC10 et DPC15, respectivement. Ainsi, tous les mortiers contenant une teneur en fibres variable présentent un comportement de retrait différent.

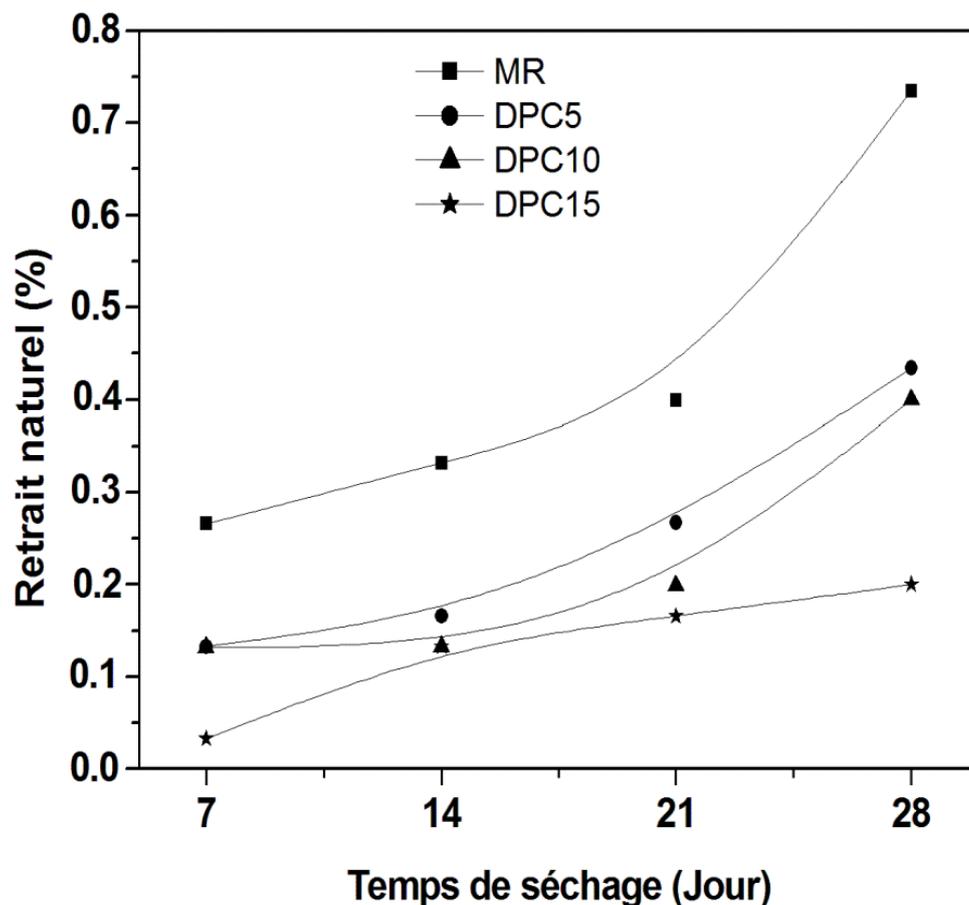


Figure III.10. Retrait naturel des composites DPC en fonction du temps.

Le comportement de retrait du composite DPC observé est négligeable par rapport à leur quantité de perte de masse. En outre, les fibres DPF ont un effet favorable sur la réduction du retrait du mortier de ciment. On peut observer sur la figure III.10 que le mortier de ciment renforcé avec 15% de fibres DPF présente une plus petite quantité de retrait. Ensuite, on peut

supposer que dans notre cas, l'effet de la teneur en fibres DPF est significatif sur les phénomènes de retrait du mortier.

Un comportement similaire a été rapporté par les auteurs Ozerkan *et al.* [8], lors de l'étude du retrait au séchage des enrobés renforcés par des fibres naturelles. Ils ont conclu que les fibres naturelles conduisent à réduire les phénomènes de retrait de ces mélanges (voir la figure III.11).

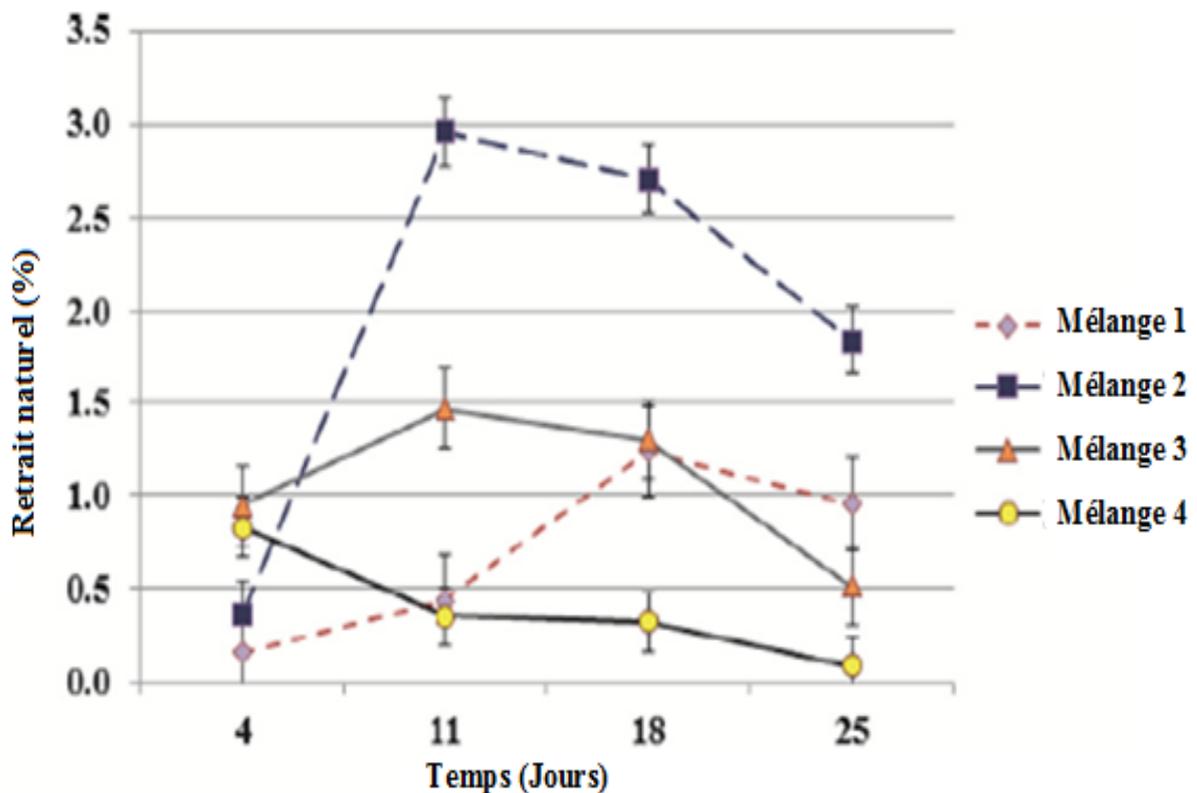


Figure III.11. *Retrait naturel des composites en fonction du temps; Mélange 1(0% fibre), mélange 2 (0.5% fibres), mélange 3 (1% fibres), et mélange 4 (2% fibres) [8].*

Comme conclusion, les résultats de l'effet de température sur les composites DPC étudiés indiquent clairement que l'incorporation de 5-15% des fibres de bois de palmier dattier peut améliorer la légèreté de mortier. En outre, le retrait de séchage de mortier est encore amélioré avec une augmentation d'inclusion des fibres de bois de palmier dattier.

III.2.5. Conductivité thermique

La conductivité thermique k ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) est une grandeur physique importante qui caractérise la performance thermique d'un matériau. Plus le coefficient k est faible, plus le pouvoir isolant du matériau est grand. Sa valeur dépend de plusieurs facteurs. Dans cette partie nous discutons la conductivité thermique des composites (DPC) étudiés dans ce travail.

Le tableau III.2 montre l'évolution de la conductivité thermique des mortiers de quatre concentrations de fibres (0, 5, 10 et 15%), c'est à dire MR, DPC5, DPC10 et DPC15. D'après le tableau III.2, on observe que l'addition des fibres DPF dans la matrice de mortier réduit la conductivité thermique du composite DPC. Cette réduction est attendu, car les fibres de palmier ont une conductivité thermique plus faible [6]. De ce fait, leur inclusion dans le mortier a conduit automatiquement à la réduction de la conductivité thermique de composite DPC.

Tableau III.2: *Conductivité thermique des composites DPC.*

Composites	Conductivité thermique
	k (W/K.m)
MR	0.8
DPC5	0.39
DPC10	0.25
DPC15	0.14

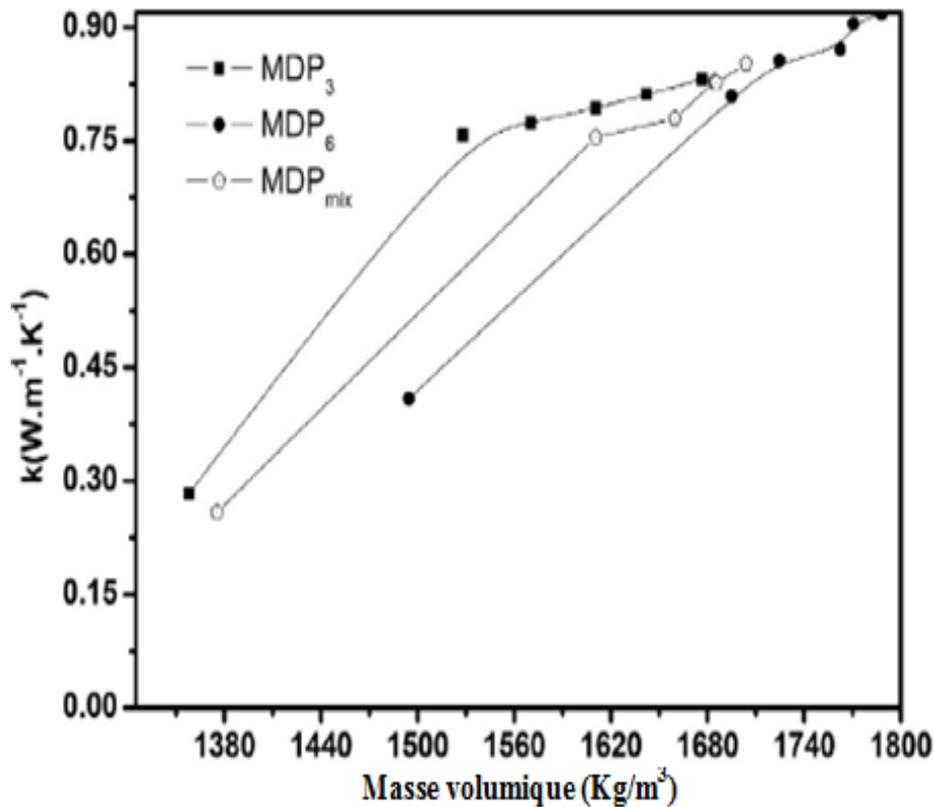


Figure III.12. Conductivité thermique des composites DPC en fonction de la masse volumique [1].

Par ailleurs, le fait que les fibres DPF sont noyées dans le mortier produit de l'air et de la porosité dans la matrice et réduit la masse volumique. Ainsi, les avantages de l'utilisation des fibres naturelles sont la légèreté et l'isolation du composite. Cet effet a déjà été noté par Benmansour *et al.* [1]. Ils ont constaté que la diminution de la masse volumique est accompagnée par la réduction de la conductivité thermique (voir la figure III.12).

D'autre part, la relation entre la conductivité et la masse volumique est toujours examinée sur les matériaux avec une matrice minérale et des fibres végétales selon Alrim *et al.* [17] et Khedari *et al.* [18] qui ont utilisé la matrice de l'argile, et de ciment Portland, respectivement (figures III.13 et 14). Khedari *et al.* [18] ont constaté également que le taux des vides élevé (porosité élevée) conduit à la légèreté et à une diminution de la conductivité thermique de composite (voir la figure III.13)

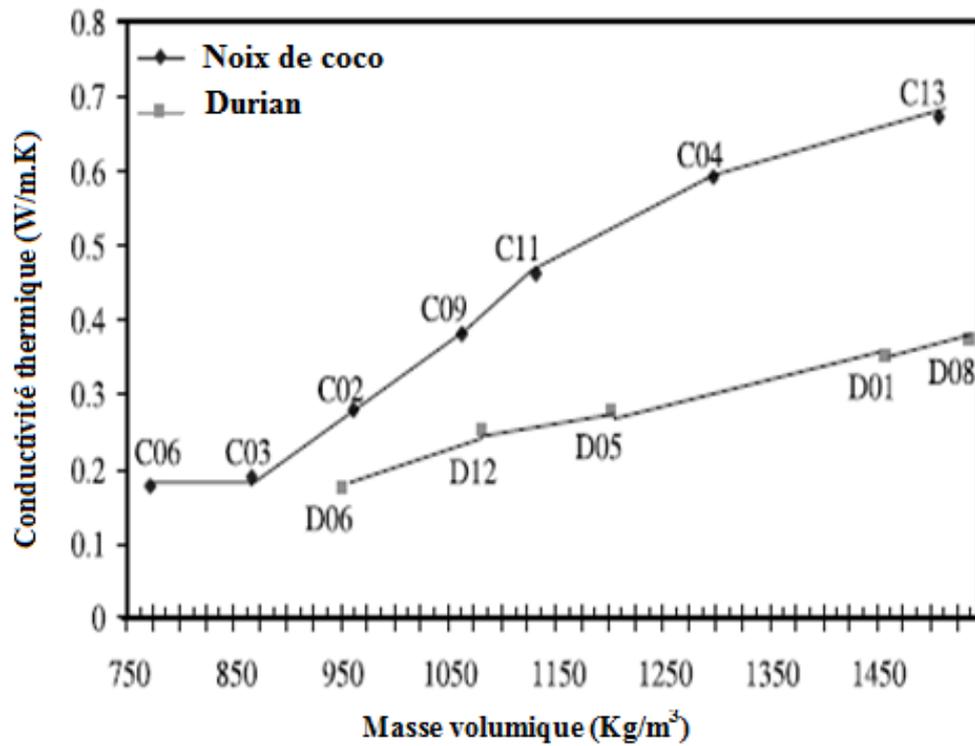


Figure III.13. Corrélation entre la conductivité thermique et la masse volumique de composites renforcés de noix de coco et durian [18].

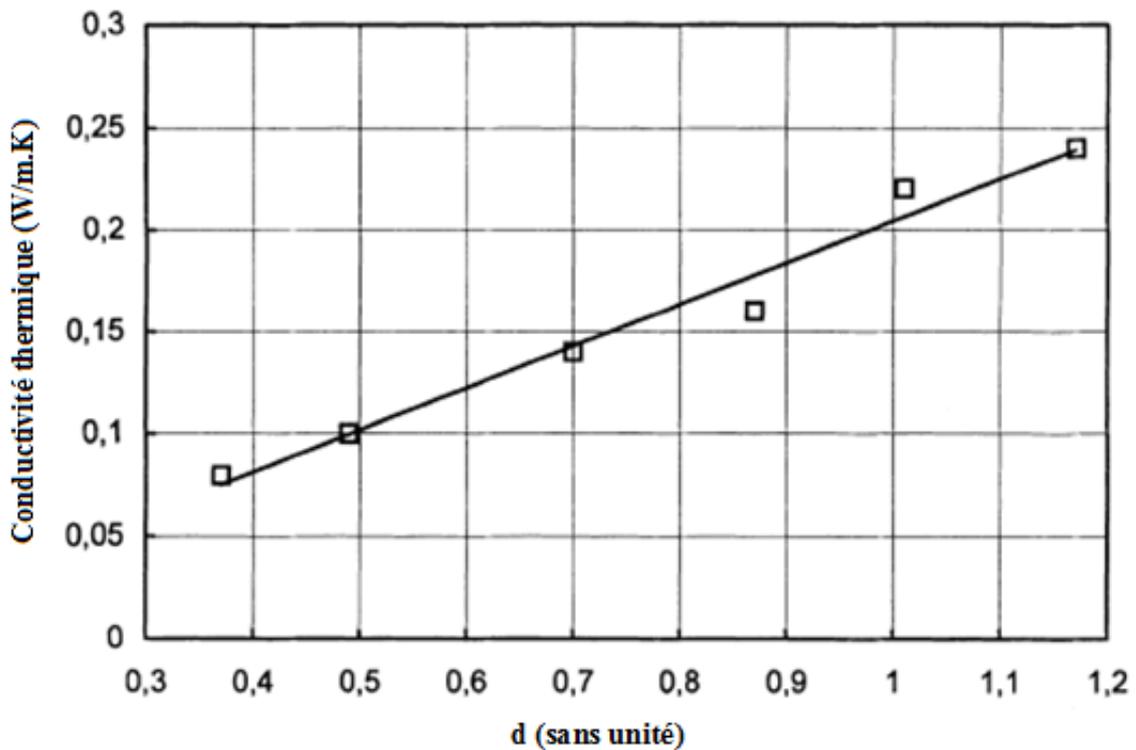


Figure III.14. Conductivité thermique en fonction de la densité [17].

III.3. Propriétés acoustiques

L'acoustique du bâtiment c'est le bruit ou les vibrations des sons qui se déplacent à travers un matériau ou se propage dans l'air. La vitesse acoustique et le coefficient d'absorption sont liés au taux de porosité d'un matériau. Pour augmenter l'absorption ou diminuer la vitesse acoustique du matériau de construction en modifiant sa structure vers la structure la plus poreuse. En outre, dans cette partie de notre travail, on s'intéresse à l'effet de la variation des concentrations de fibres DPF sur la vitesse acoustique du mortier de ciment.

La figure III.15 montre l'évolution des vitesses acoustiques longitudinales et transversales des composites DPC renforcés par différentes concentrations des fibres ; 0, 5, 10 et 15%. On peut voir une diminution de la vitesse acoustique (longitudinale ou transversale) avec une augmentation de la teneur en fibres DPF.

A partir de la figure III.15, on remarque une petite différence entre les vitesses acoustiques transversales et longitudinales des composites DPC. Par exemple, les vitesses acoustiques transversales et longitudinales de composite DPC15 sont d'environ 1080 m/s et 1100 m/s, respectivement. Cette différence peut être liée à l'état anisotrope des composites DPC.

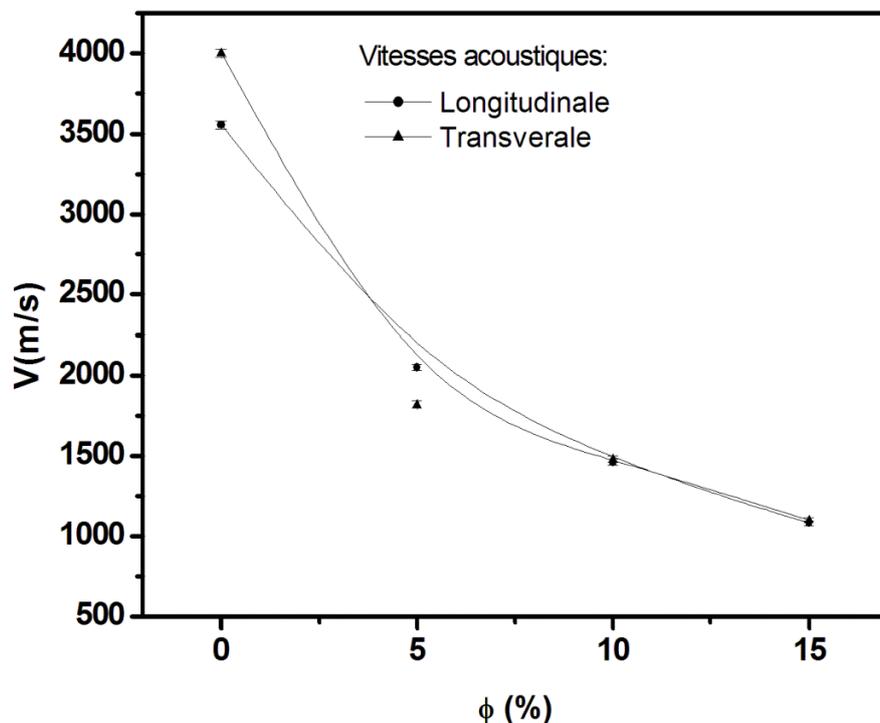


Figure III.15. Vitesse acoustique de composite DPC en fonction de la teneur en fibres.

Le tableau III.3 présente également les valeurs d'écart-type obtenues pour chaque ensemble de trois valeurs de vitesse acoustique pour tous les composites DPC. Comme le montre le tableau III.3, la différence entre les vitesses acoustiques longitudinales et transversales des composites DPC sont faibles.

A titre d'exemple, nous prenons la concentration de fibres 15% (voir la figure III.15), pour la section longitudinale du composite DPC, nous avons observé que la vitesse acoustique diminue de 3555 m/s à 1080 m/s. Cependant, pour la section transversale de composite, la vitesse acoustique diminue de 4000 m/s à 1100 m/s.

En fait, à partir des résultats obtenus dans ce travail, nous pouvons clairement supposer que l'ajout de fibres de palmier dattier pourrait considérablement améliorer l'isolation acoustique des composites DPC.

Ces résultats sont comparés avec les vitesses acoustiques de certains matériaux de construction (voir le tableau III.4). Les vitesses acoustiques des composites DPC sont presque similaires avec la vitesse acoustique de bois.

Cette diminution de la vitesse acoustique des composites DPC peut être expliquée par l'inclusion des fibres DPF dans la matrice de mortier qui diminue la vitesse acoustique du composite. Cette chute est attendue car les fibres de palmier dattier présentent une vitesse acoustique inférieure à celle de la matrice de mortier [20].

De plus, le fait que les fibres DPF s'accumulent dans la matrice de mortier conduit à une augmentation des pores du composite DPC, ce qui réduit à la transmission du son d'un pore au suivant et permet de diminuer la vitesse acoustique du composite [20].

Dans cette étude, la vitesse acoustique du mortier sans fibres, c'est-à-dire MR, est comprise entre 3555 m/s et 4000 m/s. Cependant, les pourcentages de diminution de la vitesse acoustique des échantillons de DPC5 et DPC15 par rapport au MR sont d'environ 50 et 75%, respectivement.

Il est clair que la vitesse acoustique diminue avec l'augmentation de la teneur en fibres DPF dans la matrice de mortier.

Tableau III.3: Vitesse longitudinale V_l et la vitesse transversale V_T des composites DPC.

Composite	V_l (m/s)	V_T (m/s)
M0	3555±25	4000±26
DPC5	2050±20	1820± 22
DPC10	1460±18	1480±19
DPC15	1080±15	1100±16

Tableau III.4: Propriétés acoustique des matériaux de construction .

Material	V(m/s)
Acier	5000
Béton	3000
Bois	1500
Eau	1000

Plusieurs facteurs peuvent influencer sur les propriétés acoustiques des matériaux de construction. Parmi ces facteurs principaux sont: la charge, le type de charge (arrondi, rond etc.) et le taux des pores [21-23]. Benkreira *et al.* [19], ont développé un nouveau composite composé de fibres de déchets élastomères et d'un liant polymère. Ils ont conclu que l'ajout de fibres naturelles améliore les caractéristiques d'isolation acoustique de composite. Jones [20], a rapporté que le béton rempli d'agrégats arrondis au plus faible taux de propagation.

En outre, une autre étude a été rapportée par Zhu *et al.* [21], relatif à l'étude des effets des vides atmosphériques sur la propagation du son dans les pâtes fraîches de ciment. Les auteurs sont révélés que la vitesse acoustique est fortement affectée par les vides d'air dans ce matériau.

La présence des fibres DPF dans la matrice de mortier peut augmenter le taux d'absorption acoustique qui viendra à l'extérieur des composites DPC. La figure III.16 montre la diminution de la vitesse acoustique et l'augmentation de la porosité ouverte avec une teneur croissante en teneur des fibres DPF.

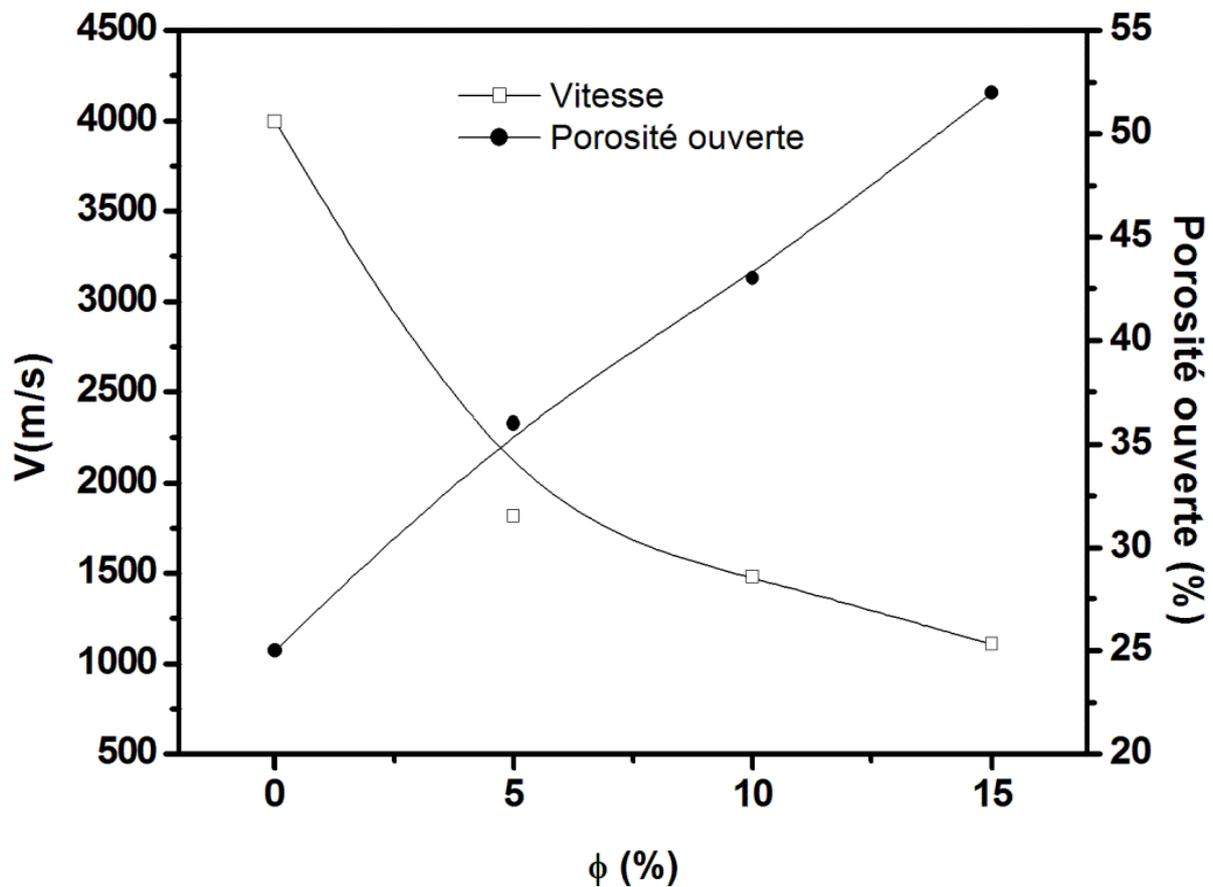


Figure III.16. Vitesse acoustique et porosité ouverte de composite DPC en fonction de la teneur en fibres.

Cela indique qu'une fibre DPF, contenant des pores ouverts et dans lequel les pores sont interconnectés, est la clé de l'absorption du son. Cela est due à la fibre DPF qui augmente la résistivité du flux d'air et donc la décadence de l'énergie sonore [24]. Il est clair que l'augmentation de la teneur en fibres et de la porosité ouverte s'accompagne d'une augmentation du taux d'absorption acoustique du composite DPC. Il est important de noter qu'une forte augmentation de la porosité ouverte (52%) et de la teneur en fibres DPF (15%) dans la matrice de mortier s'accompagne du taux de diminution le plus élevée (75%) de la vitesse acoustique du composite DPC.

En conclusion, l'incorporation des fibres DPF dans la matrice de mortier de ciment permet d'améliorer à la fois l'isolation phonique et l'absorption des ondes du composite DPC.

III.4. Propriétés mécaniques

III.4.1. Résistance à la compression

La résistance à la compression est l'une des propriétés les plus importantes des matériaux de construction. La figure III.17 montre la variation de la résistance à la compression des échantillons de composite DPC en fonction de la teneur en fibres DPF pendant 28 jours de séchage naturel.

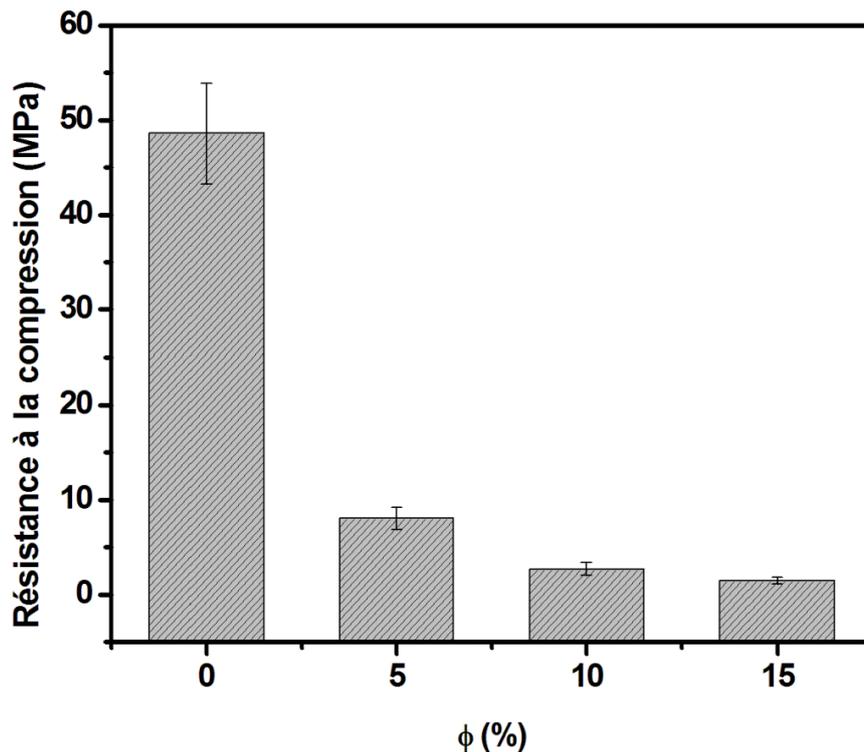


Figure III.17. Résistance à la compression de composite DPC en fonction de la teneur en DPF.

Ces résultats montrent que la résistance à la compression diminue en fonction de la concentration des fibres. Il a été constaté que la résistance à la compression des composites après le 28^{ème} jour de séchage naturel est inférieure à celle du mortier témoin.

Il est clair que le gain de légèreté obtenu par ajout de fibres de bois de palmier dattier est accompagné par des pertes en résistance mécanique dues à la diminution de la compacité du matériau. Il est clairement que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation de

la concentration des fibres DPF, et cela est lié à l'augmentation de la zone interfaciale entre la fibre DPF et la matrice de mortier de ciment (voire la figure III.18).

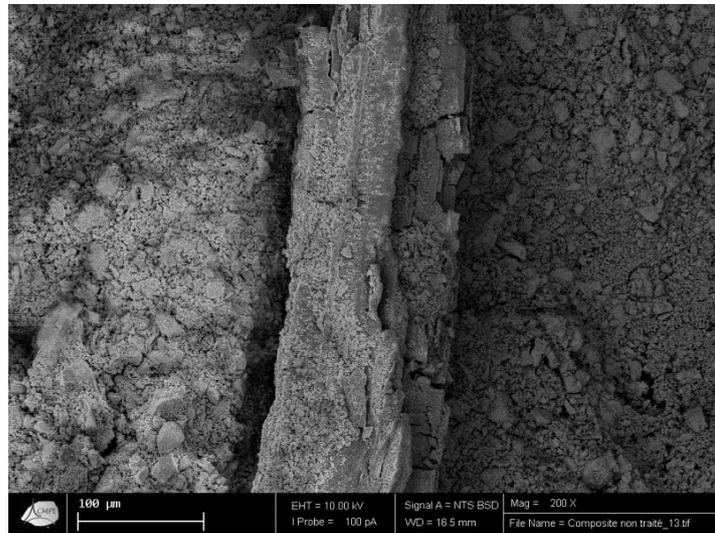


Figure III.18. Image de MEB de zone interfaciale entre la fibre et la matrice de composite DPC.

D'après la figure III.17, on remarque que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation de la concentration de DPF ; par exemple, pour la concentration de 5% en fibres DPF, la résistance à la compression des composites DPC diminue de 48 MPa à 8 MPa, à 2.6 MPa pour 10 % en DPF et à 1.5 MPa pour 15% en fibres DPF. Ce comportement est dû à l'augmentation de la teneur en fibres qui conduit à une faible masse volumique des échantillons [1].

Les auteurs [2, 9, 25] ont déterminé les facteurs influençant sur la résistance à la compression de composites argileux/bois, expérimentalement et théoriquement. Ils ont noté que les propriétés mécaniques de composite dépendent fortement de taux de concentration de fibres végétales, particulièrement, de sa structure poreuse. Leurs résultats montrent que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation de la concentration des fibres DPF et de la porosité de composite (voir la figure III.19, 20 et 21).

Théoriquement, l'addition de fibres végétales dans une matrice à base de matériau argileux permettrait de réduire la résistance à la compression du composite. L'augmentation de la porosité (diminution de la masse volumique) du matériau composite suite à l'addition de fibres végétales est le principal facteur responsable de la diminution de la résistance à la compression, ce qui est en accord avec les résultats de la littérature [25].

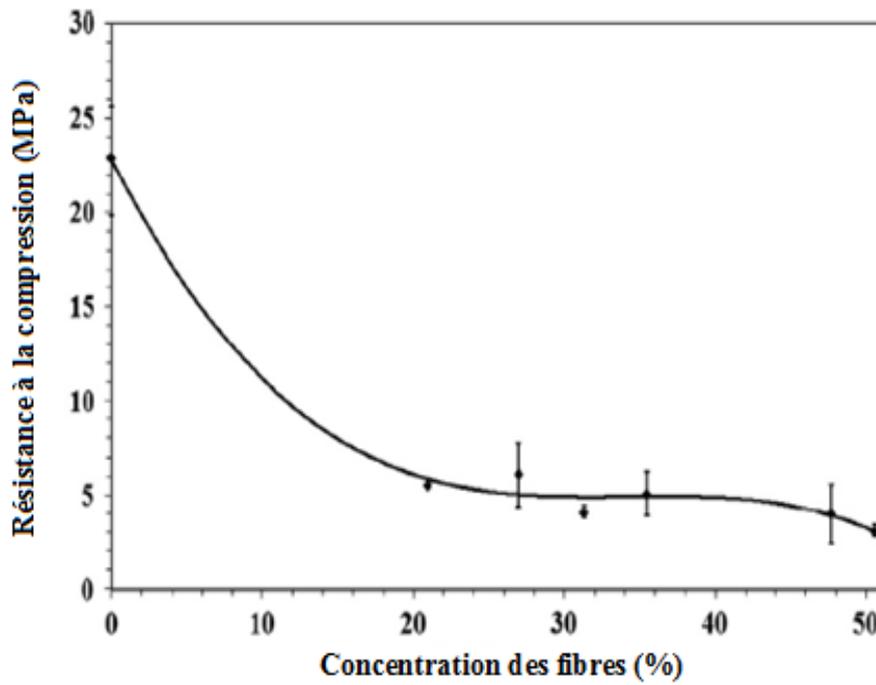


Figure III.19. Résistance à la compression de composite Mortier/Fibres végétales en fonction de la teneur en fibres végétales[2].

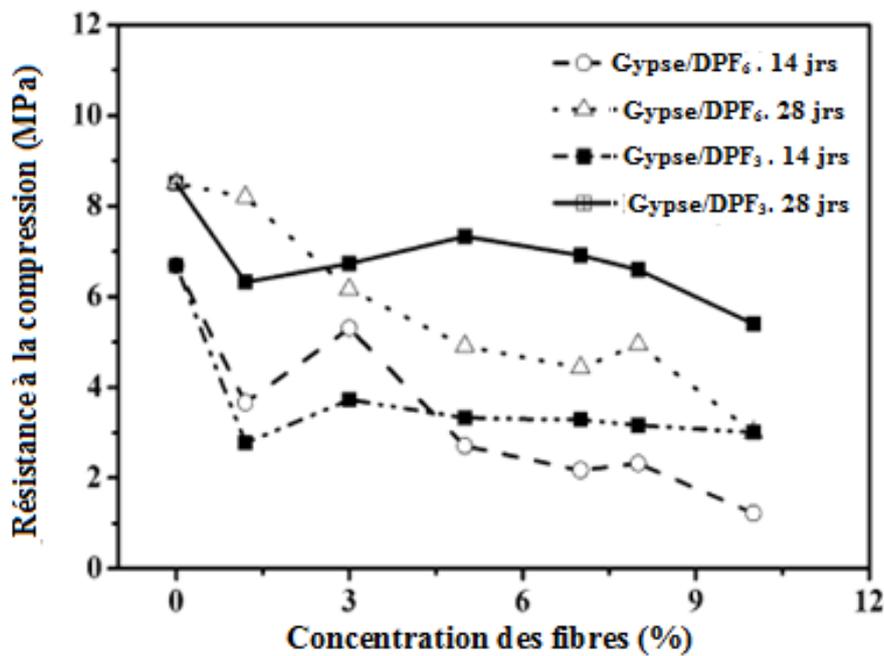


Figure III.20. Résistance à la compression de composite Gypse/ Fibres végétales en fonction de la teneur en fibres végétales[9].

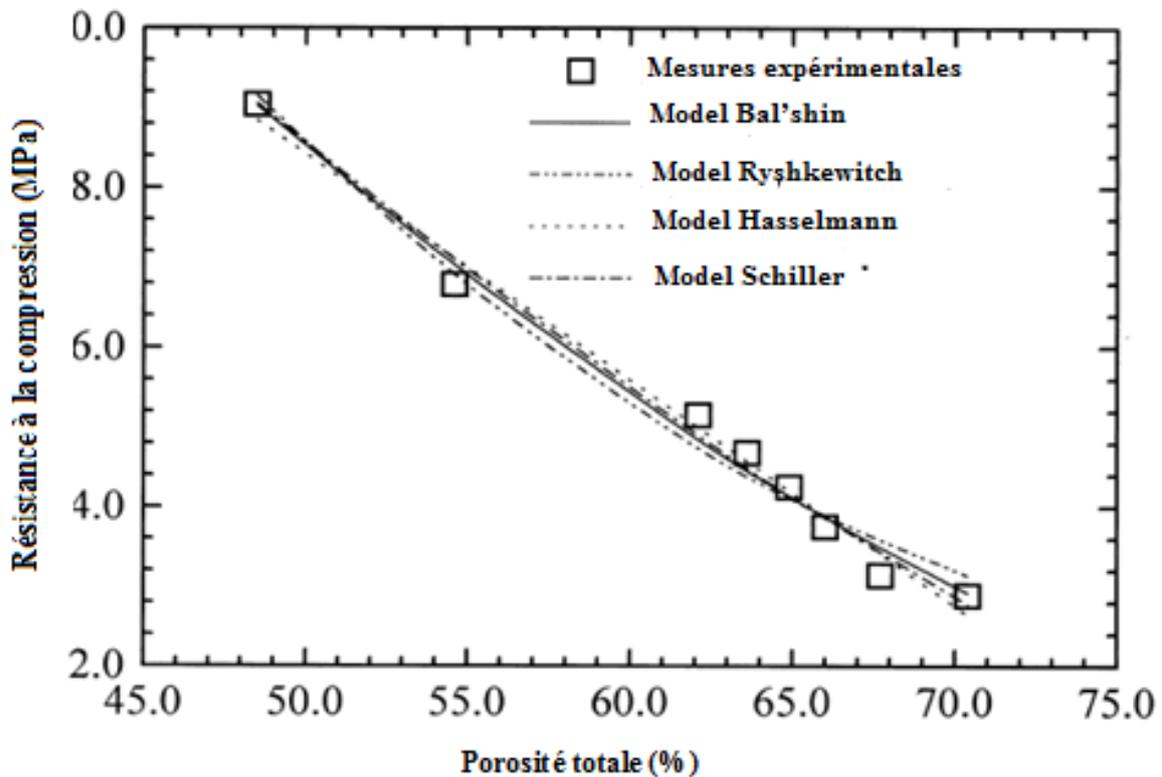


Figure III.21. Résistance à la compression en fonction de la porosité totale de composites naturels [25].

III.4.2. Résistance à la flexion

La figure III.22 montre la variation de la résistance à la flexion des échantillons de composite DPC en fonction de la teneur en fibres pendant 28 jours de séchage naturel. Ces résultats montrent que la résistance à la flexion diminue en fonction de la concentration des fibres DPF. Les résultats de la résistance à la flexion du mortier de ciment renforcé par les fibres de bois de palmier dattier sont similaires à ceux du travail de Chikhi *et al.*[9]. Comme il est montré dans la figure III.23. Chikhi *et al.* ont montré que l'incorporation des fibres végétales dans le gypse réduit sa résistance à la flexion.

Mais d'autres chercheurs ont trouvé le contraire [26, 27]. Angraini *et al.* [26] ont étudié l'effet des fibres de coco sur la résistance à la traction du sol mou traité à la chaux, ils ont révélé que l'augmentation de la concentration en fibres végétales conduit à une augmentation de la résistance jusqu'à une certaine limite, mais au-delà de cette limite, il y a un effet négatif sur la propriété mécanique de composite.

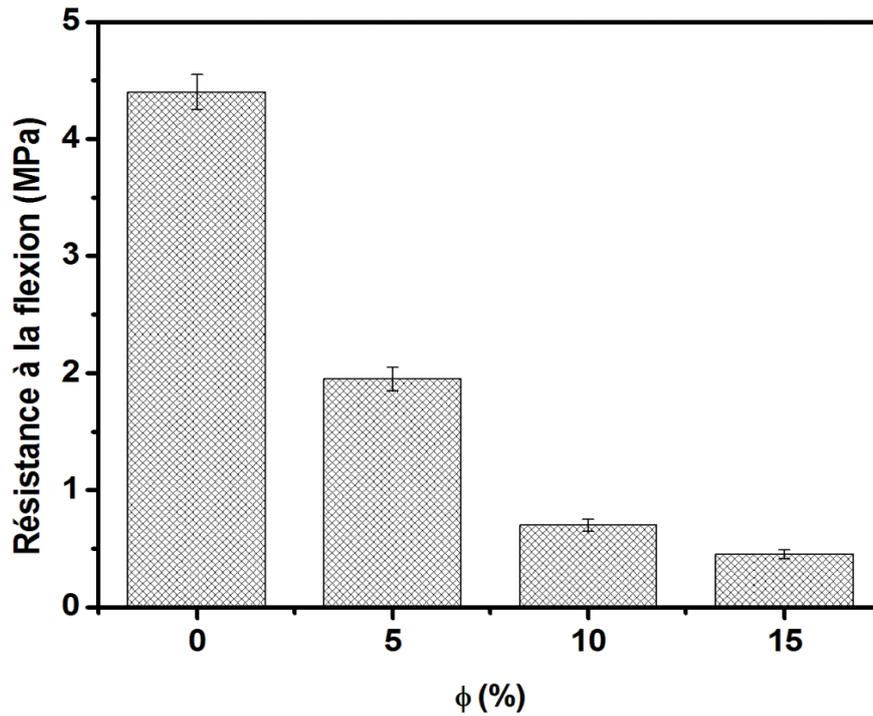


Figure III.22. Résistance à la flexion de composite DPC en fonction de la teneur en fibres DPF.

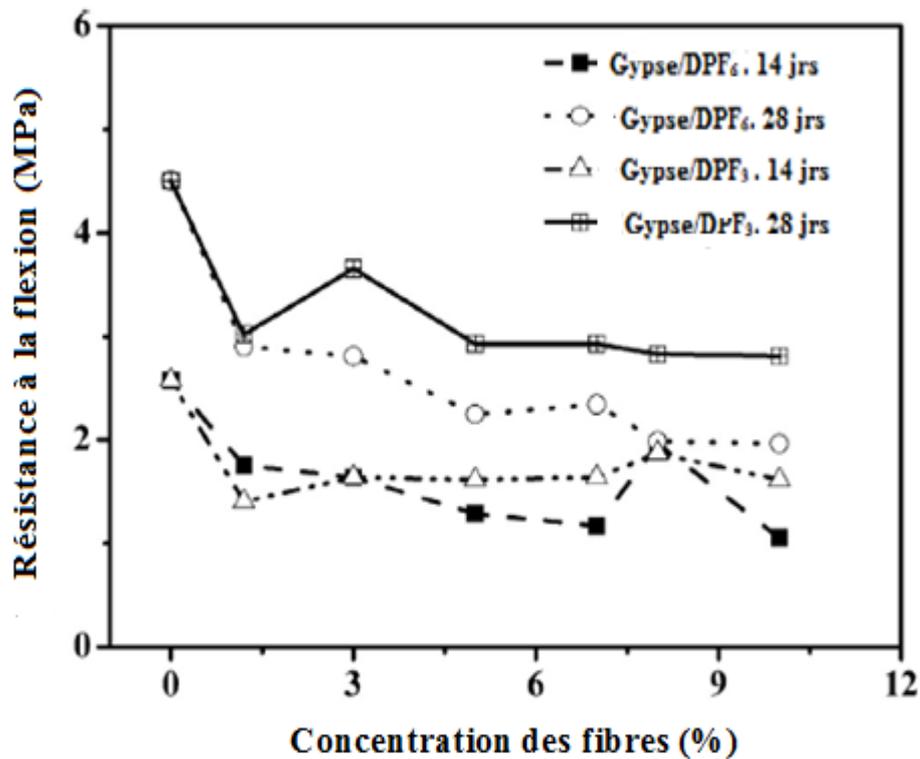


Figure III.23. Résistance à la flexion de composite Gypse/ Fibres végétales en fonction de la teneur en fibres [9].

D'après la figure III.22, les résistances à la flexion des composites DPC ayant des concentrations 0%, 5%, 10% et 15% sont de 4.5, 1.95, 0,7 et 0.45 MPa, respectivement. Il est clair que le mortier contenant 5% de fibres DPF présente la résistance à la flexion la plus élevée. Malgré cela, ces composites DPC sont restés très inférieurs à ceux du mortier sans fibres.

Ces résultats indiquent que l'incorporation de fibres DPF dans le mortier de ciment n'a aucun effet bénéfique sur la résistance à la flexion de composite DPC. Cela peut être attribué à la présence de fibres qui conduit à une faible masse volumique de composite [1]. En fait, à une concentration élevée de fibres, si la fibre est rigide, l'insertion de la fibre devient difficile et les vides sont introduits dans le composite [18].

En outre, cette diminution de la résistance à la flexion est liée aux facteurs suivant :

i) la mauvaise adhérence interfaciale existant entre la fibre et la matrice. Cela est due en de l'eau perdue lors de la phase de prélèvement des échantillons pouvant entraîner le rétrécissement de la matrice [28].

ii) la diminution de masse volumique s'accompagne d'une diminution du nombre de points de contact entre la fibre et la matrice, qui sont fiables pour transmettre le chargement, ce qui réduit la résistance du composite [29].

iii) la faible compatibilité entre la fibre et la matrice de ciment, qui interdit l'hydratation continue du ciment, ce qui induit la réduction de la résistance de composite complet [30].

Cependant, selon Boumhaout *et al.* [2], la réduction de la résistance à la flexion est un avantage pour le matériau de construction, ce qui améliore leur ductilité en respectant les exigences mécaniques pour les matériaux de construction (voir la figure III. 24).

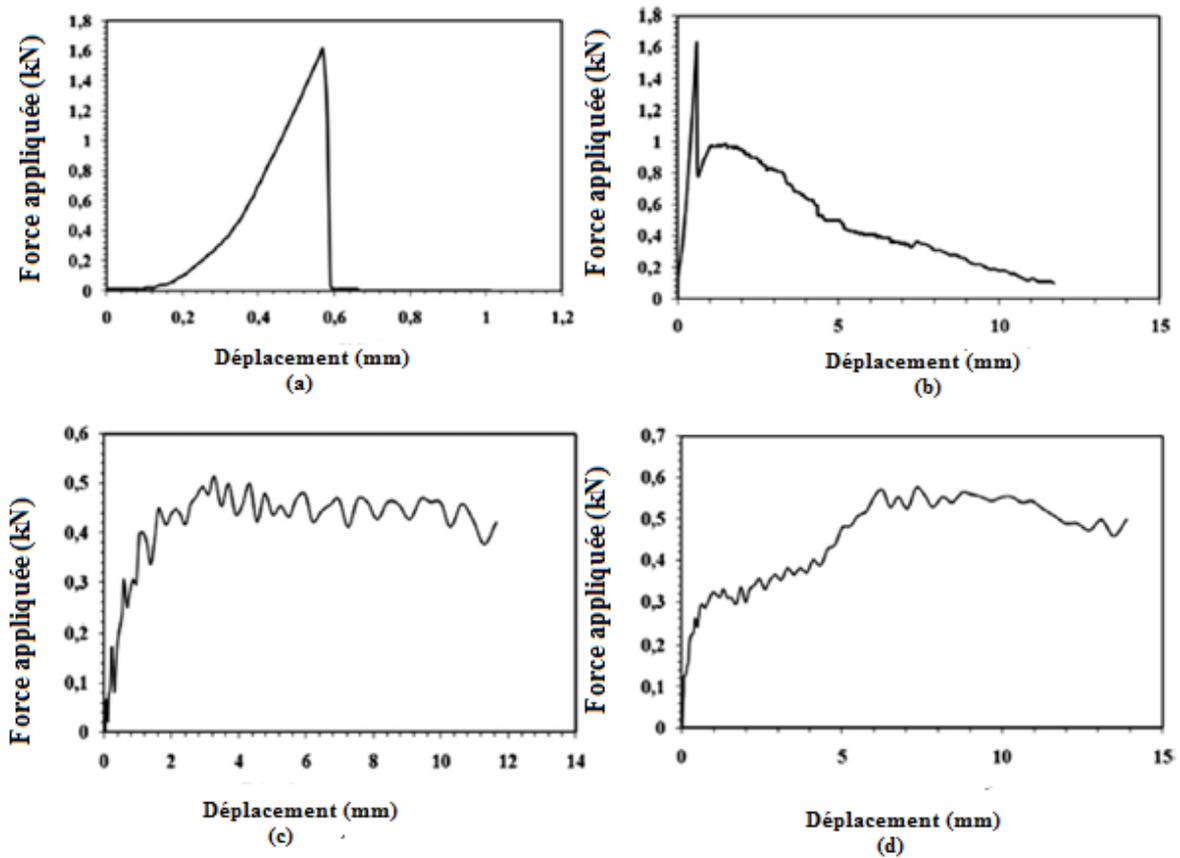


Figure III.24. Ductilité de mortier de ciment renforcé par différentes concentrations de fibres: (a) 0% ; (b) 21% ; (c) 35% ; (d) 51%[2].

Le tableau III.5 présente une comparaison des valeurs expérimentales des résistances à la compression et à la flexion des composites à base de fibres végétales.

Tableau III.5: Valeurs de la résistance à la compression et à la flexion des bio-composites.

Composite	R_c (MPa)	R_f (MPa)	Référence
DPC5	8	4.5	Ce travail
Gypse/DPF	7.32	3.65	[9]
Soil/5% Ciment/0.2% DPF	4.5-7.2	/	[13]
1.5, 5 et 10MPa (Pression de compactage)			
Béton-chaux/Chanvre	0.02-0.39	0.11-0.12	[31]
Gypse/20% liège	2.34	2.28	[32]

On remarque que le composite DPC à base de mortier de ciment renforcé par des fibres de palmier dattier présente une résistance à la compression assez élevée que celle des matériaux présentés dans le tableau III.5.

Concernant la résistance à la flexion, notre composite présente de bonnes valeurs par rapport aux autres composites (voir tableau III.5). Il est montré donc que notre matériau composite DPC est comparable avec les autres matériaux de construction naturels.

III.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons analysé la microstructure et la thermogravimétrie de fibres de bois de palmier dattier (DPF). Nous avons également présenté et discuté le comportement physique, acoustique et mécanique des composites à base de mortier et de fibres de palmier dattier (DPC).

Les fibres de bois de palmier dattier peuvent représenter une alternative prometteuse de renfort de mortier de ciment en raison de leur structure spécifique et ses propriétés physiques (légèreté, vitesse de bruit absorption et désorption) et thermique (diffusivité, conductivité). Leur incorporation dans la matrice de ciment permet d'améliorer le comportement en flexion (plasticité et déplacement maximal) et la résistance aux chocs du composite. L'essai de la thermogravimétrie a été également effectué sur les fibres de bois de palmier dattier. Il est clair que les fibres DPF possèdent une bonne résistance à la dégradation thermique, et cela est montrée de la faible perte de masse obtenue à 200 °C.

Les propriétés physiques des composites DPC ont été mesurées et analysées. Nous avons conclu que la masse volumique et la conductivité thermique diminuent avec l'augmentation de la concentration de fibres, tandis que l'effet de cette concentration sur la porosité est le contraire. Cela permet d'une part à réguler l'humidité relative de ce composite étudié dans ce travail par leur porosité, qui recouvre le bâtiment (murs et plafonds) et offre un bon confort aux personnes et d'autre part, le mortier chargé en fibres DPF résulte une augmentation de porosité, et par conséquent une masse volumique plus faible et une bonne légèreté des composites DPC.

L'eau diffuse dans le composite DPC après son immersion totale, cela conduit à l'existence des contraintes internes qui sont provoquées par le gonflement des fibres. De ce fait, l'augmentation des concentrations des fibres DPF dans la matrice conduit à l'augmentation

des contraintes internes de composite DPC, et par conséquent l'instabilité des performances physiques et mécaniques des composites DPC peut s'observer.

Les fibres DPF ont un effet favorable sur la réduction du retrait dimensionnel du composite DPC.

Pour les propriétés mécaniques, nous avons constaté que l'ajout de fibres DPF a un effet défavorable sur les résistances à la compression et à la flexion de composites DPC. Cependant, la réduction de la résistance mécanique est un avantage pour le matériau de construction, ce qui améliore leur ductilité.

Références

- [1] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, A. Kareche, and A. Boudenne, "Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building," *Energy and Buildings*, vol. 81, pp. 98-104, 2014.
- [2] M. Boumhaout, L. Boukhattem, H. Hamdi, B. Benhamou, and F. AitNouh, "Thermomechanical characterization of a bio-composite building material: Mortar reinforced with date palm fibers mesh," *Construction and Building Materials*, vol. 135, pp. 241–250, 2017.
- [3] P. Viitaniemi and S. Jamsa. (1996) Modification of wood with heat treatment. *VTT Building Technology, Espoo, Finland*. 814.
- [4] F. Kifani-Sahban, L. Belkbir, and A. Zoulalian, "Etude de la pyrolyse lente de l'Eucalyptus marocain par analyse thermique," *Thermochimica Acta*, vol. 284, pp. 341-349, 1996.
- [5] K. Almi, A. Benchabane, S. Lakel, and A. Kriker, "Potential utilization of date palm wood as composite reinforcement," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 0, pp. 1-10, 2015.
- [6] B. Agoudjil, A. Benchabane, A. Boudenne, L. Ibos, and M. Fois, "Renewable materials to reduce buildings heat loss: characterization of date palm wood," *Energy and Buildings*, vol. 43, pp. 491-497, 2011.
- [7] A. Moreira, J. Antonio, and A. Tadeu, "Lightweight screed containing cork granules: Mechanical and hygrothermal characterization," *Cement & concrete composites*, vol. 49, pp. 1-8, 2014.

- [8] N. G. Ozerkan, B. Ahsan, S. Mansour, and S. R. Iyengar, "Mechanical performance and durability of treated palm fiber reinforced mortars," *International Journal of Sustainable Built Environment*, vol. 2, pp. 131-142, 2013.
- [9] M. Chikhi, B. Agoudjil, A. Boudenne, and A. Gherabli, "Experimental investigation of new Bio-composite with low cost for thermal insulation," *Energy and Buildings*, vol. 66, pp. 267-273, 2013.
- [10] K. Almi, A. Benchabane, S. Lakel, and A. Kriker, "Potential utilization of date palm wood as composite reinforcement,," *Journal of reinforced plastics and composites*, vol. 0, pp. 1-10, 2015.
- [11] M. Rahim, O. Douzane, A. D. T. Le, G. Promis, B. Laidoudi, A. Crigny, B. Dupre, and T. Langlet, "Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity," *Energy and Buildings*, vol. 88, pp. 91-99, 2015.
- [12] M. Rahim, O. Douzane, A.D. Tran Le, G. Promis, B. Laidoudi, A. Crigny, B. Dupre, and T. Langlet, "Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity," *Energy and Buildings*, vol. 88, pp. 91-99, 2015.
- [13] B. Taallah, A. Guettala, S. Guettala, and A. Kriker, "Mechanical properties and hygroscopicity behavior of compressed earth block filled by date palm fibers," *Construction and Building Materials*, vol. 59, pp. 161-168, 2014.
- [14] P. Vincent, "Influence de traitements hygrothermiques sur les propriétés mécaniques de composites à fibres végétales: Effect of hygrothermal treatment on the mechanical properties of natural fibres composites," ed. Toulouse, France, 2009, p. 10.
- [15] G. Khosrow, R. D. T. Filho, and N. P. Barbosac, "Behavior of composite soil reinforced with natural fibres," *cement and concrete composites*, vol. 21, pp. 39-48, 1999.
- [16] M. Segetin, K. Jayaraman, and X. Xu, "Harakeke reinforcement of soil–cement building materials: Manufacturability and properties," *Building and Environment*, vol. 42, pp. 3066-3079, 2007.
- [17] K. A. Rim, A. Ledhem, O. Douzane, R. M. Dheilily, and M. Queneudec, "Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites," *Cement & Concrete Composites*, vol. 21, pp. 269-276, 1999.

- [18] J. Khedari, B. Suttisonk, N. Pratinthong, and J. Hirunlabh, "New lightweight composite construction materials with low thermal conductivity," *Cement and Concrete Composites*, vol. 23, pp. 65-70, 2004.
- [19] "www.acousti-tech.com, "Demystify the acoustics of the building," 2017.."
- [20] W. R. Smith. (2001) Wood: Acoustic properties. *Encyclopedia of materials, Elsevier Science Ltd., London, . 9578-9583.*
- [21] H. Benkreira, A. Khan, and K. V. Horoshenkov, "Sustainable acoustic and thermal insulation materials from elastomeric waste residues," *Chemical engineering science*, vol. 66, pp. 4157-4171, 2011.
- [22] R. Jones. (1948) The application of ultrasonic to the testing of concrete. *Magazine of Concrete Research.London.*
- [23] J. Zhu, S.H. Kee, D. Han, and Y. T. Tsai, " Effects of air voids on ultrasonic wave propagation in early age cement pastes," *Cement and Concrete Research*, vol. 41, pp. 872-881, 2011.
- [24] J. F. Allard. (1993) Propagation of sound in porous media. *Elsevier Applied Science, New York.*
- [25] A. Bouguerra, A. Ledhem, F. d. Barquin, R. M. Dheilily, and M. Quéneudec, "Effect of microstructure on the mechanical and thermal properties of lightweight concrete prepared from clay, ciment, and wood aggregates," *Cement and Concrete Research*, vol. 28, pp. 391-400, 1998.
- [26] V. Anggraini, A. Asadi, B. K. Bujang, A. Huat, and H. Nahazanan, "Effects of coir fibers on tensile and compressive strength of lime treated soft soil," *Measurement*, vol. 59, pp. 372-381, 2015.
- [27] S. S. Namango, "Development of cost-effective earthen building material for housing wall construction: Investigations into the properties of compressed earth blocks stabilized with sisal vegetable fibres, Cassava Powder and Cement Compositions," A Doctoral Dissertation, Brandenburg Technical University, Cottbus, 2006.
- [28] D. Taoukil, A. Albouardi, T. Ajzoul, and A. H. Ezbakhe, "Effect of the incorporation of wood wool on thermophysical properties of sand mortars," *KSCE Journal of Civil Engineering*, vol. 16, 1003-2010.
- [29] H. Houben and H. Guillaud. (1994) Earth Construction: A Comprehensive Guide, Intermediate Technology Publications, London.

- [30] A. A. Raheem, A. A. Soyingbe, and A. J. Emenike, "Effect of curing methods on density and compressive strength of concrete," *International journal of applied science and technology*, vol. 3, pp. 55-64, 2013.
- [31] R. Walker, S. Pavia, and R. Mitchell, "Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes," *Construction and Building Materials*, vol. 61, pp. 340-348, 2014.
- [32] F. Hernandez-Olivares, M. d. Rio, B. Parga-Landa, and B. Parga-Landa, "Development of cork gypsum composites for building applications," *Construction and Building Materials*, vol. 13, pp. 179-186, 1999.

Chapitre IV:
Durabilité et dégradation des
composites DPC

IV. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'analyse des résultats de durabilité et de dégradation de mortier de ciment renforcé par les fibres fines de bois de palmier dattier (DPC). Dans cette partie on s'intéresse à l'influence des conditions de vieillissement: Température, milieux agressifs et les cycles d'humidifications et de séchages sur les propriétés thermo-physiques et mécaniques de ces composites. Les résultats obtenus ont été présentés et comparés à ceux existants dans la littérature.

IV.1. Analyse thermogravimétrique de composite DPC

IV.1.1. Composite DPC non traité

Les analyses thermogravimétriques ont été réalisées sur les mortiers de ciment renforcés par des fibres de bois de palmier dattier (DPC), non traité, les résultats sont illustrés par la figure IV.1 et les résultats des analyses par diffraction de rayons X de composite DPC non traité sont présentés par la figure IV.2.

D'après la figure IV.1, en analyse thermique différentielle (ATD), l'effet de la température induit un décalage d'environ 140 °C de la perte de masse observée dans le composite DPC. Cette perte de masse est probablement due à la déshydratation des C.S.H., ettringite et éventuellement des fibres DPF.

Les résultats montrent la présence d'un large pic vers 300 °C qui est légèrement exothermique d'après l'ATD, probablement dû aux fibres DPF qui brûlent. Ces observations sont aussi rapportées par Oza *et al.* [1], qui ont étudié la dégradation thermique des fibres de chanvre par la technique de TG.

Les résultats de leur étude indiquent qu'à partir de 350 °C jusqu'à 360 °C les fibres de chanvre sont complètement décomposées et dégradées. Cette dégradation implique la dégradation des hémicelluloses, les lignines et les celluloses. Ces températures sont dans une gamme similaire à celle de la dégradation thermique des différents composants du bois pure. Ces résultats montrent également que les hémicelluloses sont les composants moins stables thermiquement or, ils se dégradent à une température d'environ 300 °C.

La dégradation de la lignine a commencé à une température d'alentour 300 °C et termine à peu près 450 °C. Et pour la cellulose, ça dégradation commence à 275 °C et accompli vers 550 °C [2].

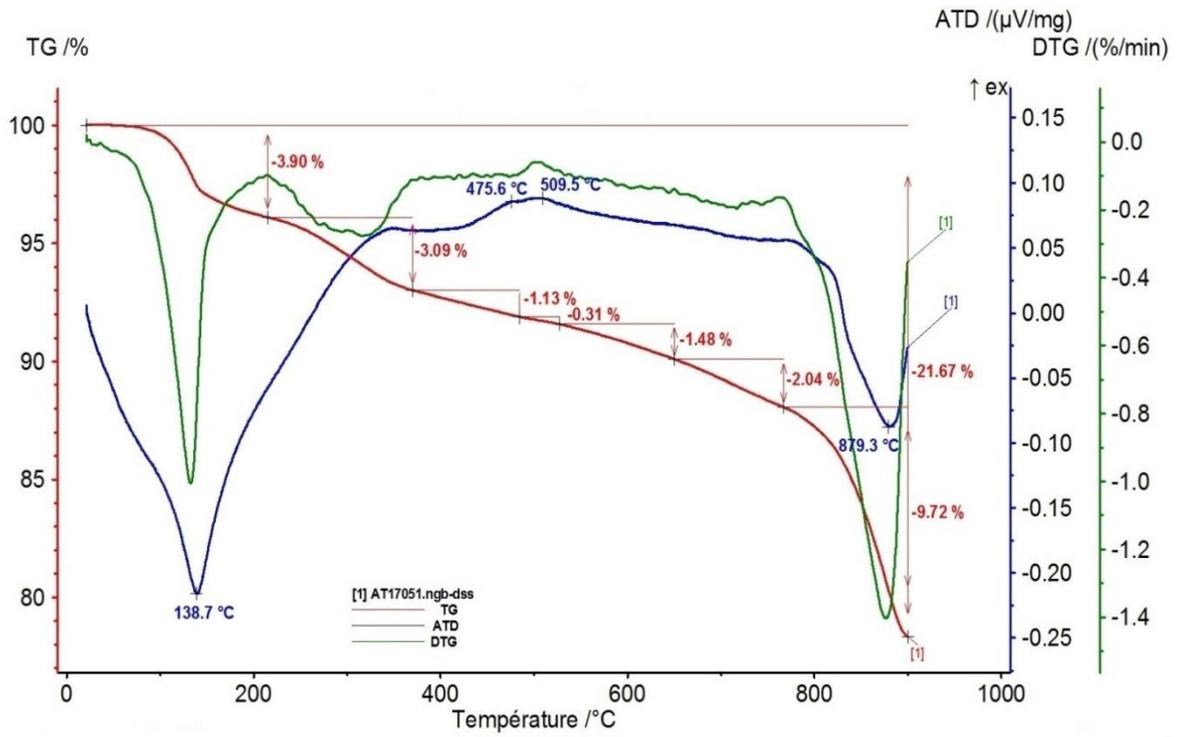


Figure IV.1. Thermogravimétrie de composite DPC non traité.

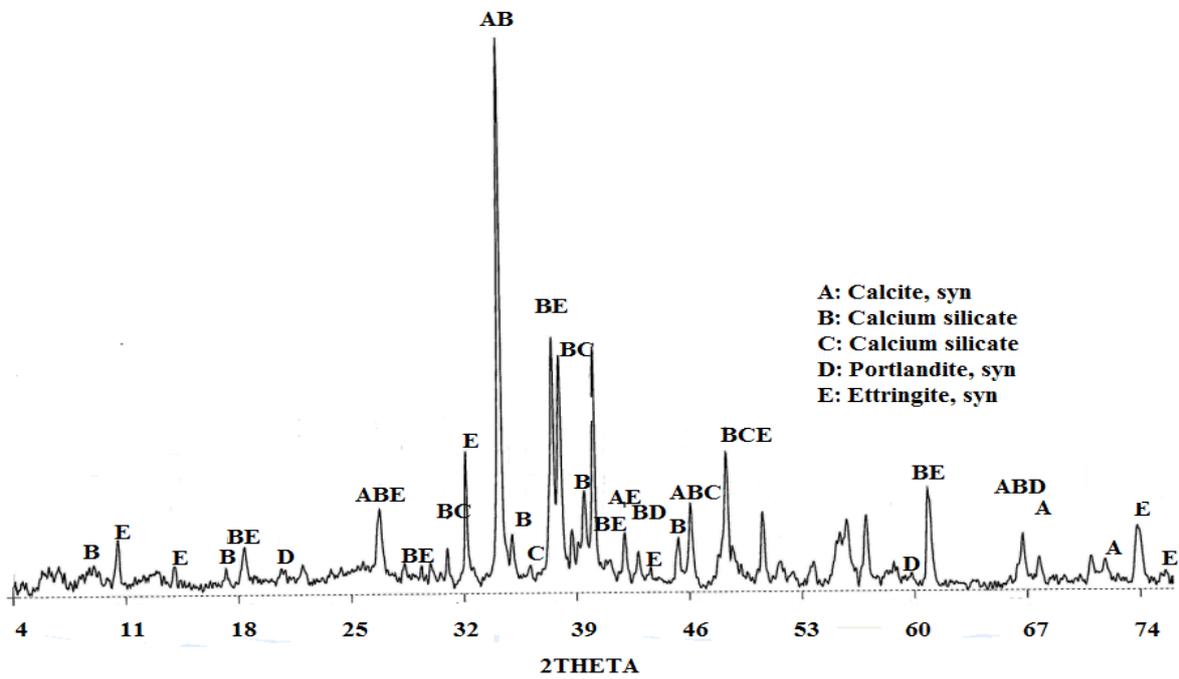


Figure IV.2. Diffractogrammes de rayons X de composite DPC non traité.

En outre, selon la figure IV.1, en ATD, on n'observe pas de portlandite, marqué par l'absence de pic significatif vers 500 °C. Cependant, en DRX (voir la figure IV.2), on observe tout de même les pics caractéristiques mais en très faible quantité de masse perdue de composite DPC. Cependant on constate un pic large à 900 °C qui est imputable aux carbonates de calcium. D'après la DRX, c'est la calcite qui est la phase majoritaire. Pour le quantifier correctement en ATG, il faudrait aller jusqu'à 1250 °C.

La DRX montre aussi la présence de phases anhydres (C3S et/ou C2S) en quantité moyenne ainsi que de l'ettringite en quantité faible. Cette moyenne présence de phase anhydre pourrait être due à des retards d'hydratation, il est probablement dû à la présence des fibres DPF.

Dans ce cas nous avons pu considérer que les fibres DPF ne sont pas du jeune âge.

Selon les courbes de TG (voir figure IV.1), la perte de masse de composite DPC non traité est de l'ordre de 23%, à 900 °C. Ceci est la fraction des courbes de TG où la perte de masse est la plus élevée, ce qui signifie que la dégradation thermique maximale de composite DPC se produit à cette température.

IV.1.2. Composite DPC traité

D'après les figures IV.3 et 4, en ATD, les pics obtenus à 140 °C, c'est toujours les mêmes observations dans le cas des composites DPC non traités. De ce fait, les traitements alcalins n'ont aucune influence sur le comportement des pics à 140 °C des matériaux composites DPC.

Cependant, il y a des pics larges vers 300 °C (voir la figure IV.3 et 4), mais les composites ont été accompagnés par des pertes de masse plus importantes que celles du cas non traité. Cette augmentation de perte de masse est principalement attribuée à la dissolution par l'attaque alcaline des composés les moins stables thermiquement, tels que les sucres, graisses et cires situés en composite DPC, et du réarrangement des molécules organiques du fait du traitement avec les solutions (NaOH et NaCl), qui tendrait à la formation de structures plus stables thermiquement [3].

D'après les courbes d'ATG (voir la figure IV.3 et 4), on observe des pics dus à la portlandite (504 °C). Cette quantité plus importante de portlandite par rapport à celle du cas non traité, il pourrait être dû aux traitements avec les solutions (NaOH et NaCl) qui provoqueraient une ré-alcalinisation du composite DPC.

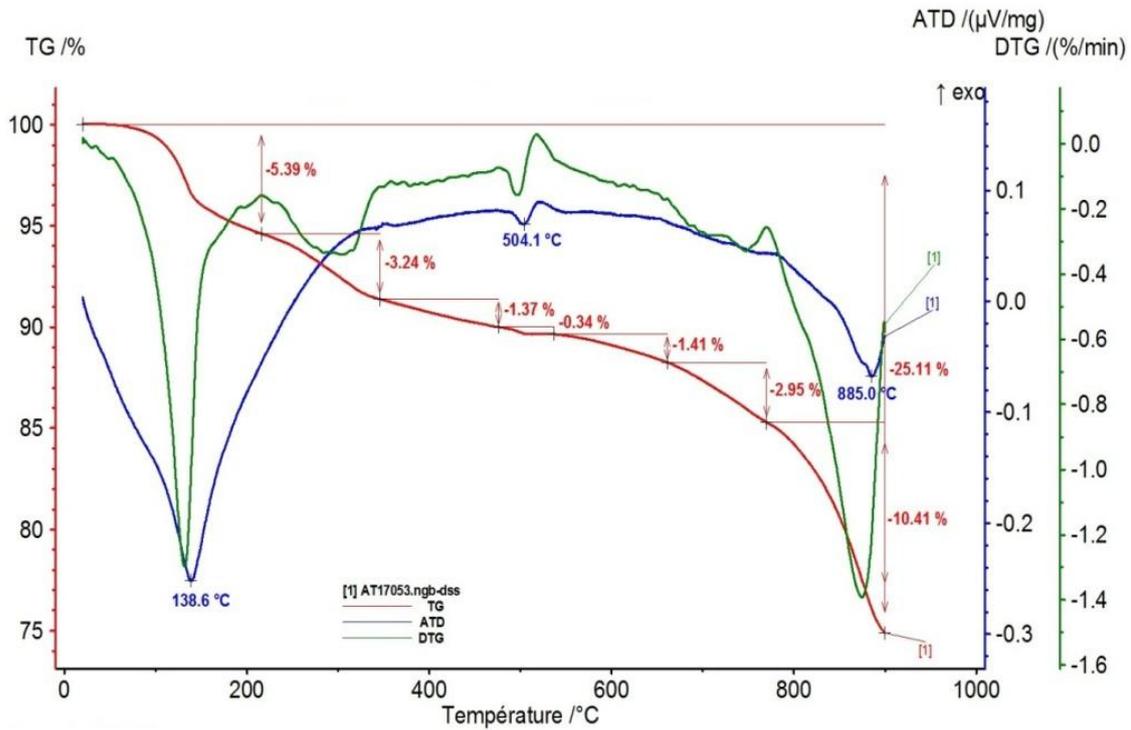


Figure IV.3. Thermogravimétries des composites DPC traité dans une solution 5% NaOH.

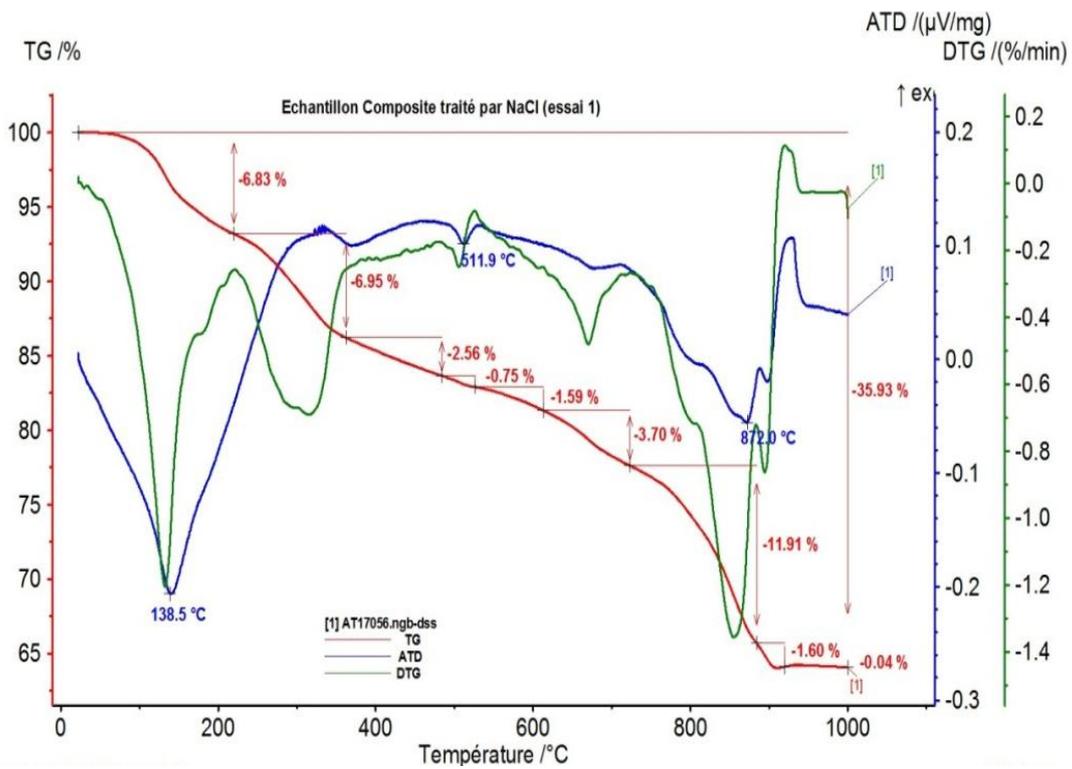


Figure IV.4. Thermogravimétries des composites DPC traité dans une solution 5% NaCl.

D'après les courbes d'ATD et de DTG (voir les figures IV.3 et 4), il y a des épaulements vers 700 °C qui n'apparaient pas dans le cas des composite DPC non traité. Cela est probablement due à la présence d'autres carbonates de calcium (amorphe ou aragonite), peut être la possibilité de composer un carbonate de sodium due aux traitements. Dans ce même axe, il y a des pics larges à 900 °C qui sont imputables aux carbonates de calcium. D'après la DRX (voir les figures IV. 5 et 6), c'est la calcite qui est la phase majoritaire.

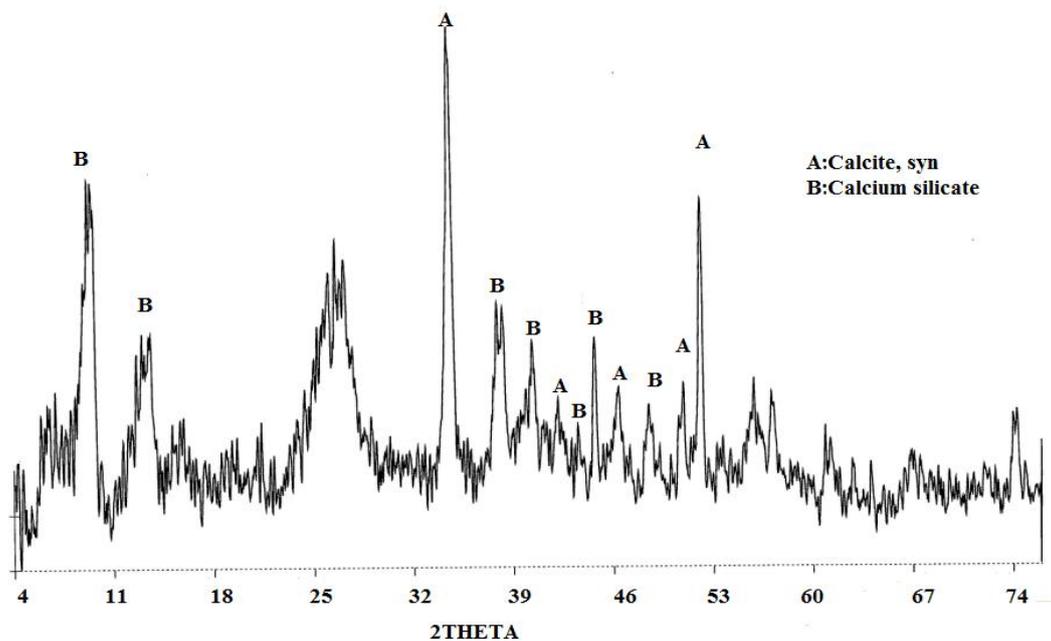


Figure IV.5. *Diffractogrammes de rayons X de composite DPC traité dans une solution NaOH .*

Le rayon X montre aussi la présence de phases anhydres (C3S et/ou C2S) est en quantité moyenne. En revanche, les autres phases n'apparaissent pas bien parce que le signal global était faible. Selon les courbes de TG (voir les figure IV.3 et 4), les pertes de masse des composites DPC traité dans les solutions NaOH et NaCl sont 28% et 36% respectivement, à 900 °C. On a observé qu'il y a une augmentation de perte de masse des composites traités en comparant avec les composites non traités.

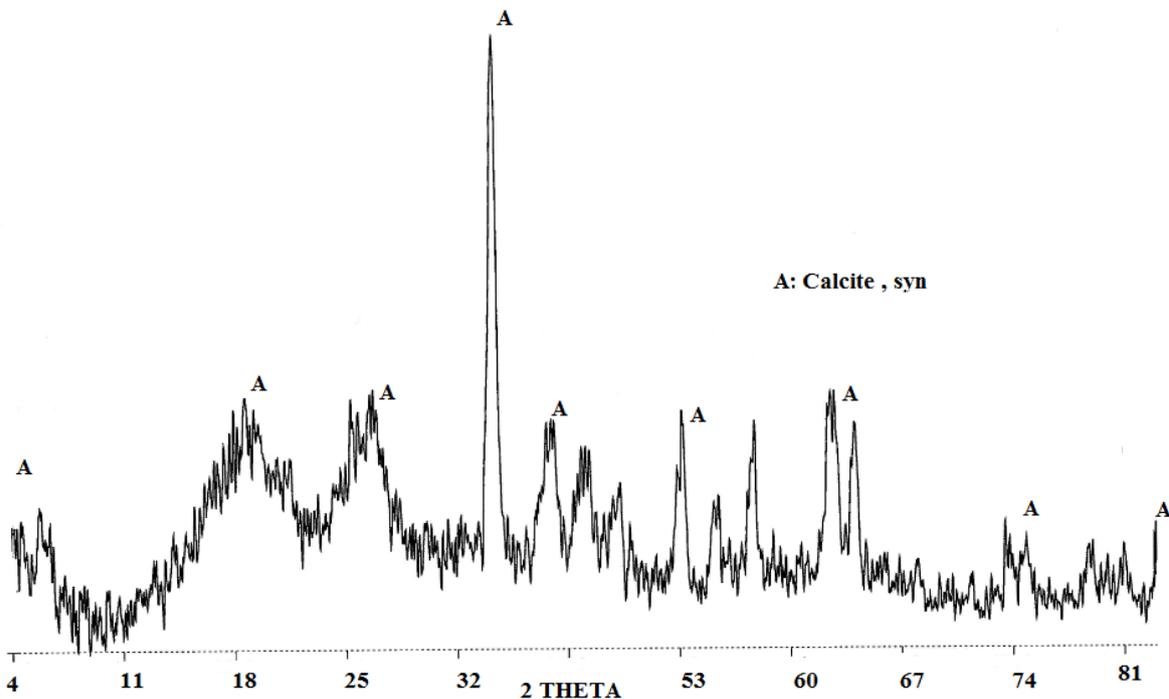


Figure IV.6. *Diffractogrammes de rayons X de composite DPC traité dans solution NaCl.*

Ceci est principalement attribuée à la dissolution par l'attaque alcaline des composés les moins stables thermiquement, tels que les sucres, graisses et cires contenus en composite DPC, et due à le réarrangement des molécules organiques du fait du traitement avec les solutions (NaOH et NaCl), qui rend la structure d'un matériau, plus stable thermiquement [3]. Ensuite, on a obtenu une masse la plus faible d'échantillon DPC après l'essai de TG à 900 °C.

IV.2. Effet des milieux agressives sur le composite DPC

IV.2.1. Milieu acide

De nombreuses études ont utilisé le test de la matière attaquée pour évaluer la résistance des matériaux de construction, lorsqu'ils sont soumis dans des milieux acides [4, 5].

La matière attaquée des composites DPC immergés dans une solution de l'acide sulfurique est montrée sur la figure IV.7. Les résultats montrent une diminution de la matière attaquée par l'acide avec l'augmentation de la teneur en fibres DPF.

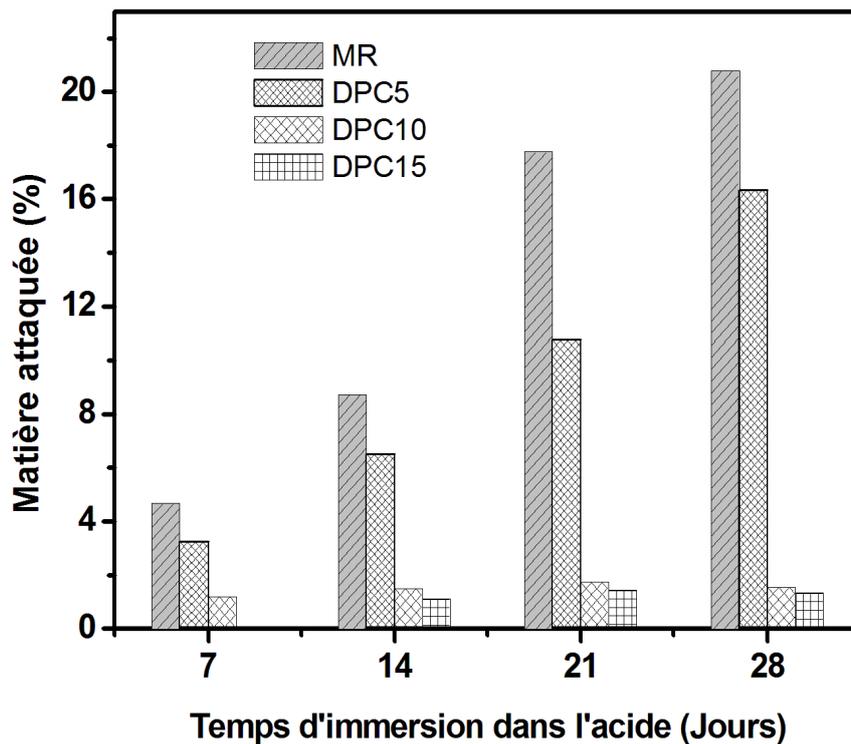
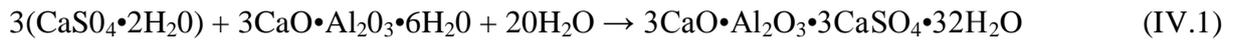


Figure IV.7. Matière attaquée de composite DPC en fonction de temps d'immersion et de concentration de fibres.

La figure IV.7 représente les pourcentages de la matière attaquée par l'acide dans une période de 28 jours. On peut remarquer que le mortier renforcé avec 10% et 15% de DPF, il peut résister mieux, lorsqu'il est exposé à un milieu agressif. En outre, selon la figure IV.7, après 7 jours, la résistance de composite DPC au milieu acide, elle a commencée de diminuer pour les deux composites renforcés avec 5% et 10% de fibres DPF, tandis que les composites renforcés avec 15% de fibres DPF n'ont pas encore attaqués.

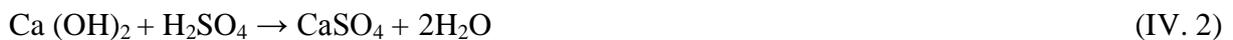
Cependant, le mortier de témoin a été dégradé par le milieu acide, et par conséquent, sa matière détériorée est significatif. Cela peut s'expliquer par le taux de détérioration du mortier de ciment par l'acide sulfurique lors d'une exposition prolongée induit par le dépôt continu de sulfate de calcium dans les pores de la couche de corrosion [6].

Selon l'équation chimique (IV.1), l'acide sulfurique peut réagir avec $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dans le mortier de ciment et former $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, qui peut alors réagir avec l'élément aluminat de calcium, ça veut dire $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ de la matrice cimentaire, en formant la phase ettringite $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.



Tous ces éléments se gonflent dans un tel milieu acide, en provoquant ainsi une pression interne dans la matrice conduisant à la formation de fissures [7]. Les fissures s'accordent aux ions corrosifs pour pénétrer et corroder le mortier, ce qui peut entraîner des endommagements au mortier.

De cette manière, cette matière détériorée du composite DPC est liée à la détérioration de la portlandite, c'est-à-dire $\text{Ca}(\text{OH})_2$, suite à la réaction chimique entre $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et l'acide sulfurique selon la formule suivante:



La même observation a été rapportée par Makhloufi *et al.* [5], ils ont étudié l'effet du milieu acide sur le mortier contenant les éléments minéraux. Les résultats montrent que l'addition des éléments minéraux dans le mortier diminue la masse perdue par attaque acide en comparant avec mortiers sans addition.

Dans le même contexte, Gozed *et al.* [8], ont observé que l'inclusion de fibres DPF dans le mortier affaiblit l'attaque de sulfate de ce composite par rapport au mortier de ciment sans fibres DPF.

La figure IV.8 montre que le composite DPC renforcé avec 15% de fibres DPF possède bon comportement vis-à-vis du milieu acide sulfurique, car ce composite DPC a pu de conserver son poids après 28 jours d'immersion dans ce milieu acide. Cette résistance du composite DPC au milieu acide peut s'expliquer par la composition chimique de ce composite [9].

Selon la formule (IV.2), le produit chimique de réaction entre $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et H_2SO_4 , produisent CaSO_4 L'incorporation de fibres DPF dans la matrice de mortier doit abaisser la teneur en $\text{Ca}(\text{OH})_2$ du ciment. Par conséquent, le remplacement de ciment par les fibres DPF pourrait améliorer la résistance du composite DPC au milieu acide.

En outre, la composition chimique des plantes végétales qui sont une grande source de composés organiques contient les atomes d'oxygène et d'azote, ce qui favorise les interactions électrostatiques avec les atomes de surface, formant ainsi une barrière bloquante contre les attaques acides [10]. Cela permet aux fibres végétales d'être en sécurité contre les milieux agressifs.

Sur la base de ces résultats, il est révélé que l'addition de fibres DPF dans la matrice de mortier, permet d'inhiber le composite DPC d'une attaque acide. Par conséquent, les fibres DPF offrent une meilleure performance de durabilité de composite DPC à long terme, et un avantage dans l'affaiblissement de l'attaque acide.

IV.3. Effets des traitements

IV.3.1. Résistance à la compression

La résistance mécanique du composite DPC est considéré comme un indicateur significatif de matériaux de construction, pour cette raison, dans le présent travail, nous allons étudier la résistance à la compression dans deux cas; traités et non traités. L'étude est effectuée sur des composites de mortier de ciment renforcés par différentes concentrations de fibres DPF (0, 5, 10 et 15 %). Pour l'état traité les solutions alcalines utilisé sont (5% NaCl et 5%NaOH).

Néanmoins, dans ces solutions l'eau est présente avec 95% de la composition totale. Donc, Il est possible ce pourcentage d'eau influence le comportement mécanique de composite DPC. C'est pour cela, on doit traiter les composites DPC dans l'eau séparément.

Les résultats des traitements alcalins (5% NaCl et 5% NaOH) et de l'eau sur la résistance à la compression pour le mortier renforcé par 0%, 5%, 10% et 15% de fibres DPF sont présentés par la figure IV.8. Les résultats montrent que la résistance à la compression du mortier témoin et de composite DPC dans le cas traité significativement améliorée par rapport au mortier témoin et au composites renforcé par les fibres DPF dans le cas non traité.

D'après la figure IV.8, les pourcentages d'augmentation de la résistance à la compression du mortier renforcé avec les fibres DPF se situaient entre 32% et 53% dans le cas du traitement de 5% NaCl, entre 40% et 80% dans le cas du traitement de 5% NaOH et entre 10% et 15% dans le cas de traitement par l'eau.

L'augmentation de la résistance à la compression du mortier témoin (MR) traité dans 5% NaCl est d'environ 3% et 5% pour les échantillons MR traités dans l'eau. Par contre, il y a une diminution de la résistance à la compression par d'environ de 30% pour les échantillons MR traités dans 5% NaOH.

Sur la base de ces résultats, on peut déduire que l'effet de l'eau a également un effet favorable sur la résistance à la compression des composites DPC mais avec des taux moins élevés que ceux obtenus avec les traitements alcalins.

Cette augmentation de la résistance à la compression du mortier renforcé par des fibres ou sans fibres peut s'expliquer par le durcissement des échantillons dans l'eau, ce qui permet une hydratation continue de mortier de ciment [11].

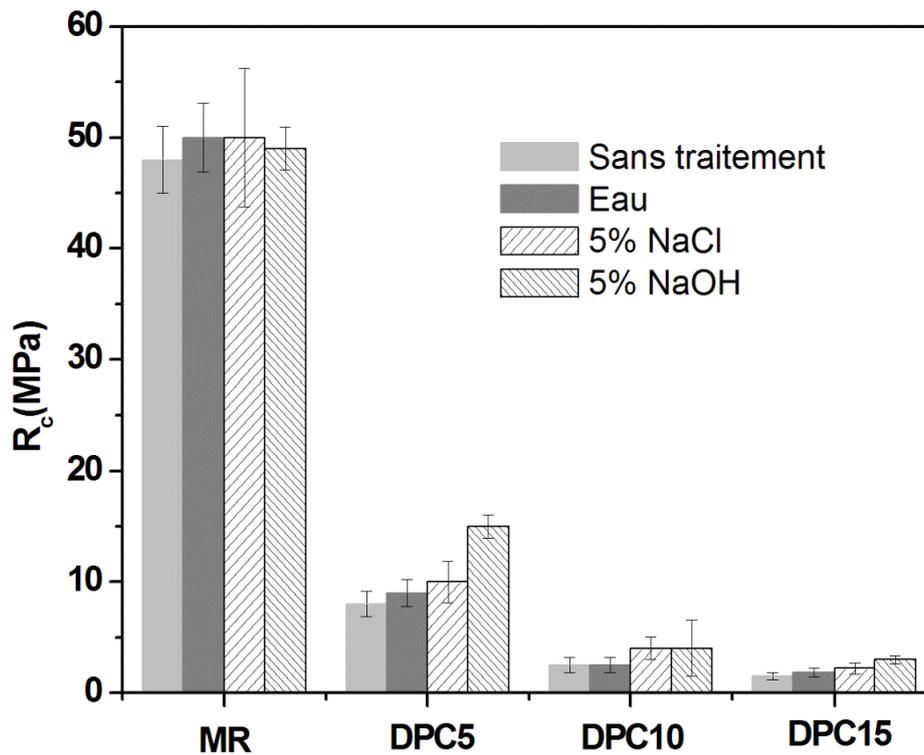


Figure IV.8. Résistance à la compression des composites DPC en fonction de la teneur en fibres DPF.

On note que les trois traitements (Eau, 5% NaCl et 5% NaOH) s'avère que la résistance à la compression des composites DPC est amélioré. Pour le cas non traité, une moyenne de différence de la résistance à la compression par rapport aux cas traités de 3.5 MPa, 2 MPa et 1.5 MPa, est obtenus pour les composites renforcés par 5%, 10% et 15% de fibres DPF respectivement. Cependant, le traitement avec (5% NaOH) réduite la résistance à la compression du mortier témoin à un pourcentage de 30%.

Selon la figure IV.9, il est évident que l'effet des traitements (Eau, 5% NaCl et 5% NaOH) sur les résistances à la compression des mortiers témoins MR n'est pas accord avec les résistances à la compression des composites DPC, dans le même cas des traitements. Par exemple, l'augmentation de la résistance à la compression des mortiers témoins MR traités, ce que correspond dans le même cas une diminution de la résistance à compression des composites DPC.

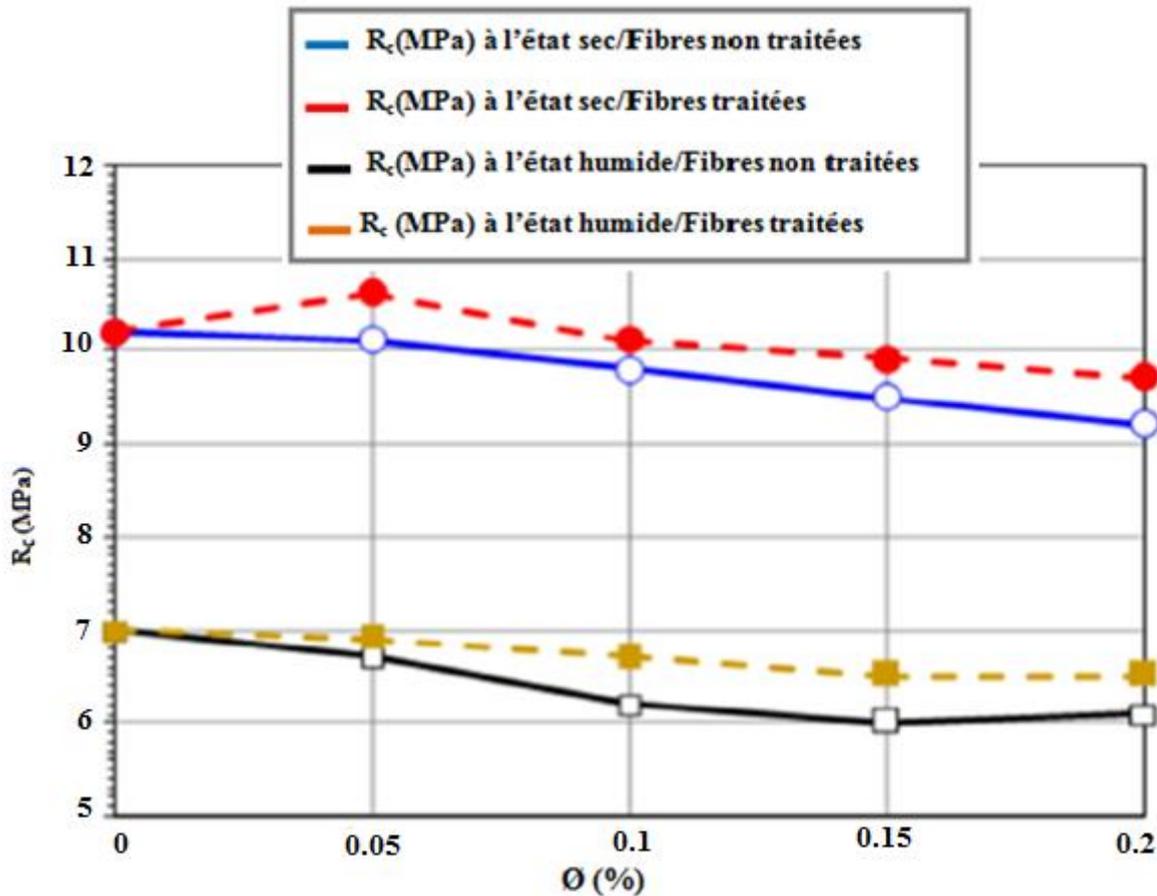


Figure IV.9. Effet des traitements sur la résistance à la compression de composite [12].

Cette diminution de la résistance à la compression des composites DPC après les traitements a confirmé, qu'il y a toujours de mauvaise adhérence entre la matrice de mortier et de fibres DPF. L'explication de cette mauvaise liaison est la même que dans le cas de la recherche précédente [12]. Cette dépendance est due des phénomènes aux interfaces fibres/matrice.

Les phénomènes de fragilisation des fibres DPF en milieu basique sont pas la seule cause des pertes de performances au cours du temps des composites renforcés par ces fibres. Plusieurs

facteurs attribuent à la perte de ductilité au cours du temps à la modification de la zone de transition existant autour des fibres.

Ces facteurs ont été déterminés par de nombreux auteurs (Toledo *et al.*[13], Savastano *et al.*[14] et Macvicar *et al.* [15]), ils ont interprété ça par l'effet de la zone existée entre la fibre et la matrice, qu'est approximativement évaluée de 50 à 100 micromètres, or la zone la plus poreuse est plus fissurée que le reste de la matrice.

Toledo *et al.* [13], ont associé la dégradation du composite aux faibles performances mécaniques de cette zone qui peut aisément détériorer ou se fissurer.

D'après Savastano *et al.* [14], ont distingué qu'après le gâchage, il y a un mouvement d'eau du mortier à l'état frais vers les fibres, ce que correspond le gonflement des fibres. En fait, le mortier est durci rapidement que les fibres, ce qui provoque d'une zone poreuse entre les fibres et la matrice lors des fibres sont séchées ultérieurement. L'auteur confirme cette hypothèse grâce à des analyses EDS qui révèlent la présence préférentielle de macro-cristaux de portlandite dans cette zone attribuée à la plus grande mobilité des ions de calcium en phase aqueuse.

Au cours du temps et/ou après avoir subi plusieurs cycles d'affaiblissement, cette zone se compacte et les fibres DPF subissent un phénomène de minéralisation par pénétration des produits d'hydratation dans leurs pores ou leur lumen. Cette zone se rigidifie, les fibres perdent leur flexibilité et leur capacité de déformation, ce qui expliquerait la diminution de la résistance à la compression du composite DPC d'une part et l'augmentation de la résistance faite par les traitements d'autre part.

Il est observé aussi que les composites DPC traités ont subies une réduction significative de la résistance à la compression avec l'augmentation des teneurs en fibres DPF. Les valeurs moyennes de la résistance à la compression, après traitement, pour les composites renforcés par 5, 10 et 15%, sont 10 MPa, 3,5 MPa et 2 MPa, respectivement.

Les valeurs de résistance à la compression des composites DPC sont comprises dans l'intervalle des valeurs standards du béton léger selon la classification fonctionnelle de RILEM [16], dont les valeurs de résistance à la compression varient entre plus de 0,5 MPa et plus de 3,5 MPa selon le type d'utilisation (parois ou plafonds).

Des comportements similaires ont été rapportés dans la littérature, ou c'est considéré que les traitements alcalins sont parmi les moyens d'améliorer les propriétés mécaniques des matériaux naturels.

Taalah *et al.* [12], ont étudié l'effet du traitement alcalin sur la résistance à la compression des blocs de terre comprimés avec des fibres végétales. D'après leurs résultats, la résistance à la compression de ces composites traités, était supérieure à celles des composites non traités (voir la figure IV.9).

De plus, Rokbi *et al.* [17], ont étudié l'effet du traitement alcalin sur les performances mécaniques (Résistance à la flexion et module de flexion) des composites renforcés par les fibres végétales (Alfa). Leurs résultats montrent que la résistance à la flexion et le module de flexion des composites traités subissent une augmentation de la résistance de 30% par rapport à celle du composite non traité (voir la figure IV.10).

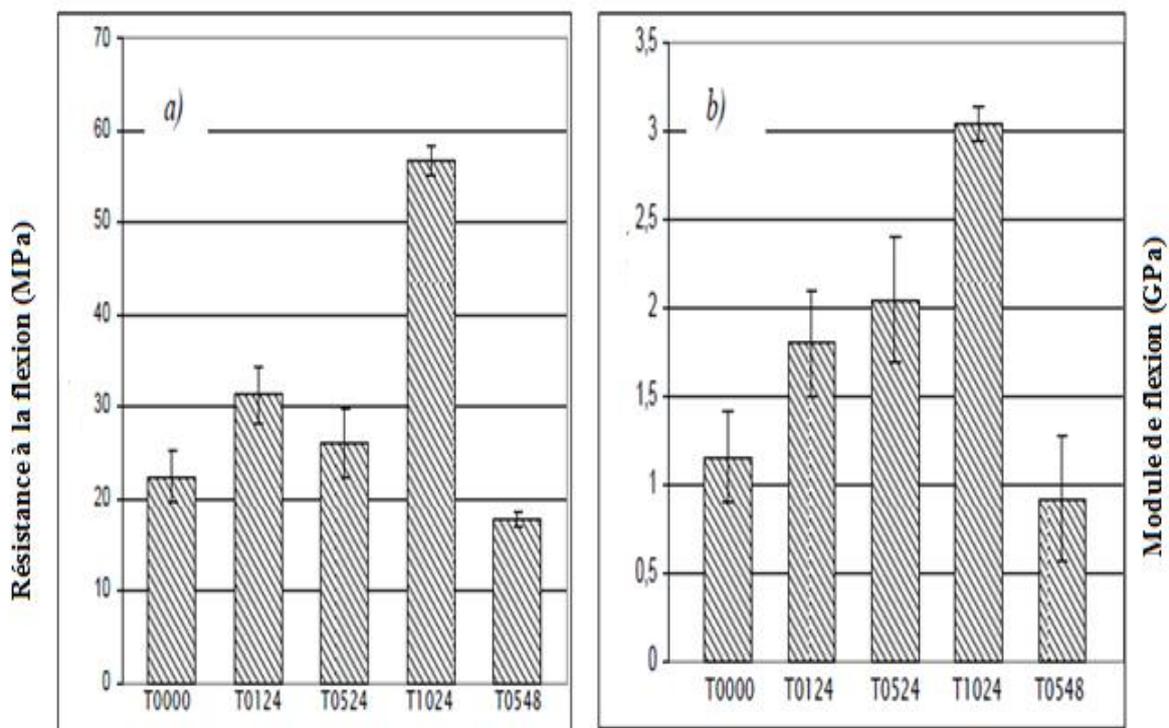


Figure IV.10. Résistance à la flexion; (a) et module de flexion; (b) des composites après les traitements alkalis [17].

De même, Alawar *et al.* [18], a étudié l'effet du traitement alcalin sur les fibres de bois de palmier dattier. Leurs résultats ont montré que la morphologie de surface de fibres DPF était améliorée et que le module de Young a augmenté significativement (voir la figure IV.11).

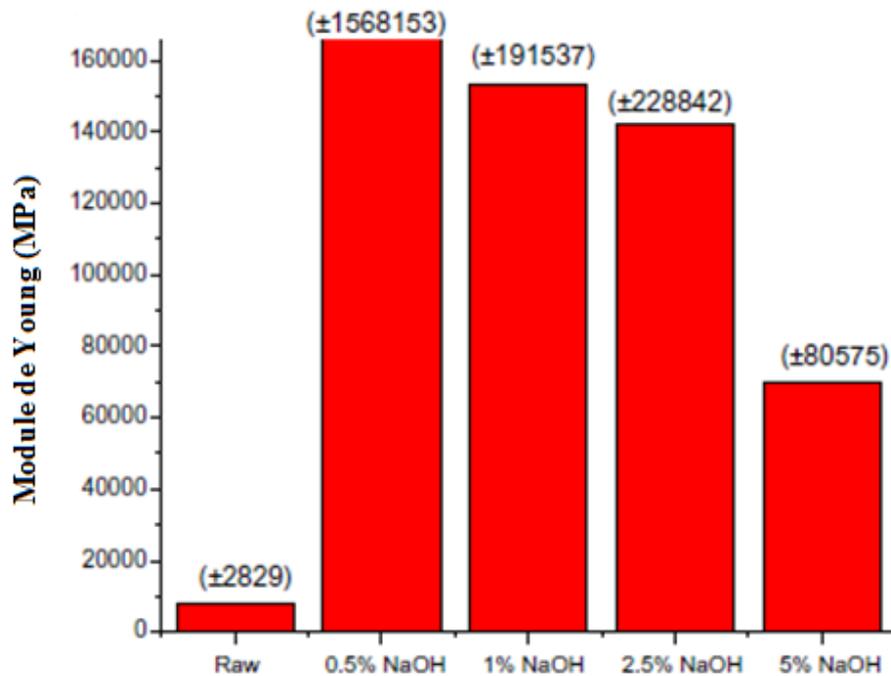


Figure IV.11. Effet du traitement de NaOH sur le module de Young de fibre DPF[18].

Dans le présent travail, l'effet des traitements alcalins sur la liaison de fibres/mortier est montré par la figure IV.12, cette image montre qu'il existe une bonne liaison entre la fibre et la matrice de mortier qui peut provoquer une augmentation de la force de liaison qu'est entre deux éléments (fibre et matrice) de composite DPC, conduisant à augmenter leur résistance à la compression.

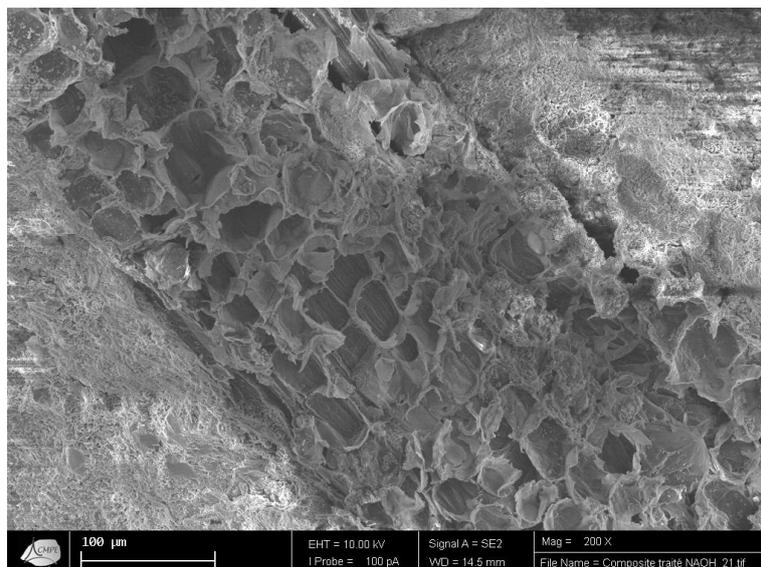


Figure IV.12. Image de MEB d'interface de DPF / mortier après le traitement alcalin.

Ainsi, il y a une amélioration de la réaction entre les fibres DPF et le mortier [19, 20]. En outre, selon la réaction chimique, l'ajout de NaOH à la fibre naturelle peut favoriser une ionisation du groupe hydroxyle selon la réaction chimique suivante:



Selon l'équation chimique (IV.3), les liaisons hydrogène dans la structure du réseau de fibres sont rompues, ce qui conduit à augmenter la rugosité de la surface et à éliminer une certaine quantité de lignine, cire et huiles recouvrant la paroi cellulaire de la fibre. De plus l'effet de NaOH sur les fibres végétales peut supprimer leur polymérisation [20]. Par conséquent, les composites qui absorbent la solution (NaOH) entraînent une amélioration du contact entre les fibres et la matrice [18, 21].

En outre, le poids des composites DPC est augmenté lorsqu'il est exposé aux traitements alcalins (voir la figure IV.15). Théoriquement, l'augmentation du poids de composite entraîne automatiquement une augmentation de la masse volumique. Par conséquent, la résistance à la compression du composite est améliorée. Dans le cas contraire, une diminution de la masse volumique d'un matériau a été accompagné par une diminution de la résistance à la compression [22, 23].

IV.3.2. La masse des composites DPC

Les mortiers témoins et les composites DPC renforcés par 5%, 10% et 15% de fibres DPF ont été traités avec les solutions (5% NaCl et 5% NaOH), pendant 28 jours. A la fin de l'essai, on n'observe aucun signe de dommage pour tous les échantillons immergés dans ces solutions.

Cependant, pour les échantillons immergés dans la solution de 5% NaOH, on remarque un changement de couleur à la couleur brune, ce qui est très visible dans les échantillons renforcés avec 15% de DPF. Cette couleur brune peut être expliquée par la couleur des fibres de palmier dattier, comme on a observé l'absence des fissures sur les surfaces des échantillons (voir la figure IV.13).

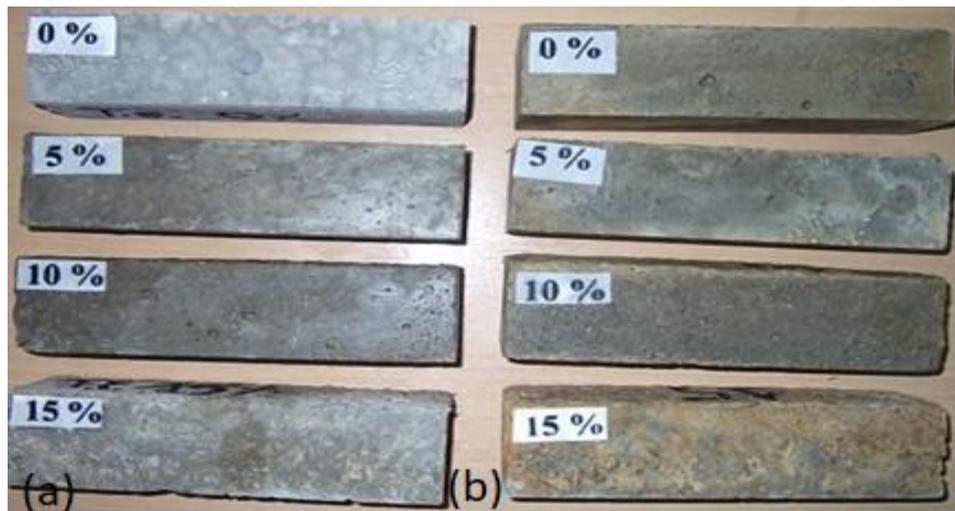


Figure IV.13.(a) :DPC non traité, (b):DPC traité dans une solution 5% NaOH.

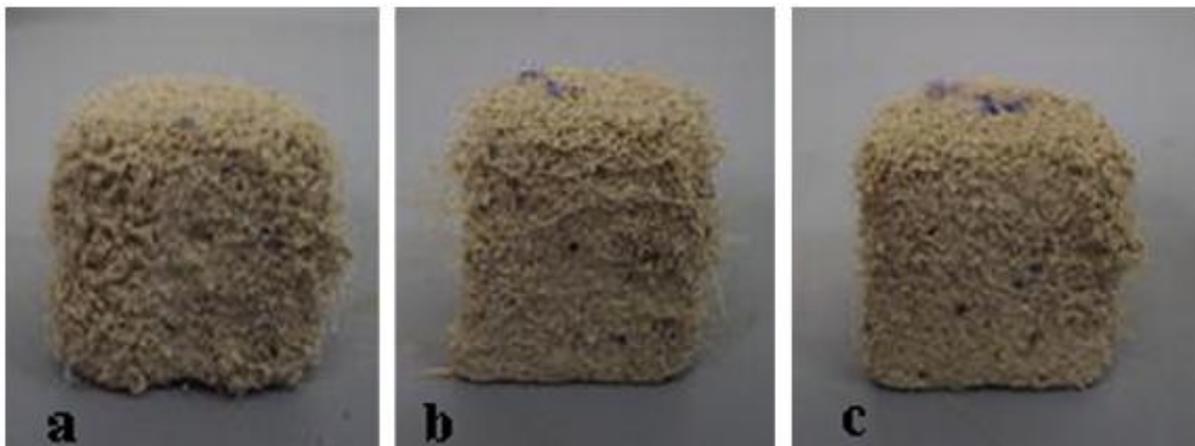


Figure IV.14.Différents composites traités dans NaCl: (a) plâtre-PP, (b) plâtre-sisal et (c) plâtre-kénaf [24].

Le comportement de composite DPC est plus durable, grâce à la matrice de mortier de ciment en comparant avec la matrice de plâtre [1, 24]. Par exemple, G. Di Bella *et al.* [24], ont étudié trois composites de la même matrice (plâtre) avec trois types de fibres (polypropylène, sisal et kénaf). Ils ont observé sur ces échantillons, une détérioration similaire pour tous les types de composites du fait de traitement avec NaCl (voir la figure IV.14).

La figure IV.15 montre le gain de poids des composites renforcés par trois concentrations de fibres DPF (5%, 10% et 15%), traités avec les solutions (5% NaCl et 5% NaOH) dans une période de 28 jours. Le gain de masse augmente légèrement en fonction de l'augmentation des teneurs en fibres DPF.

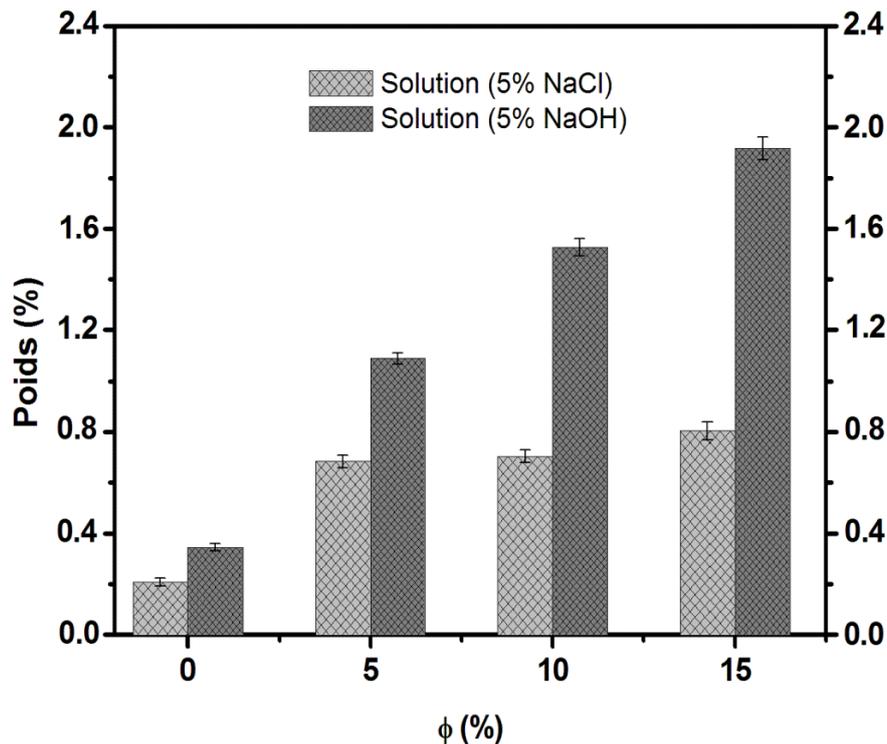


Figure IV.15. Evolution de poids de composite DPC en fonction de teneurs en DPF et de traitements.

Cependant, les rapports de gain de masse des composites exposés à la solution de 5% NaCl, ils sont négligeables. Par rapport à ceux-ci sont exposés à une solution de 5% NaOH. Le composite DPC renforcé avec une concentration élevée de fibres DPF (15%) traité dans le milieu de chlorure de sodium présente un gain de masse d'environ 0,80%. Cependant les gains de poids des composites renforcés par les concentrations 5% et 10% sont 0,69% et 0,70% respectivement.

De plus, le composite renforcé par la concentration (15%) traité dans un milieu d'hydroxyde de sodium a montré un gain du poids le plus élevé, d'ordre de 1,9%, tandis que les composites renforcés par les concentrations de fibres DPF (5% et 10%), ils ont marqué un gain de poids de 1,1% et de 1,5%, respectivement.

Le composite DPC étudié dans ce travail a avéré une bonne durabilité dans les milieux alcalins, selon la stabilisation de la masse, comme ce qu'il a été rapporté par Di Bella *et al.* [24]. Ces derniers ont étudié trois types de composites, d'une seule matrice (plâtre et chaux) renforcé par trois types de fibres (polypropylène, sisal et kénaf), exposés à un milieu alcalin. Ils ont observé que ces trois composites, ont été perdus la moitié de leurs masses initiales (voir la figure IV.16).

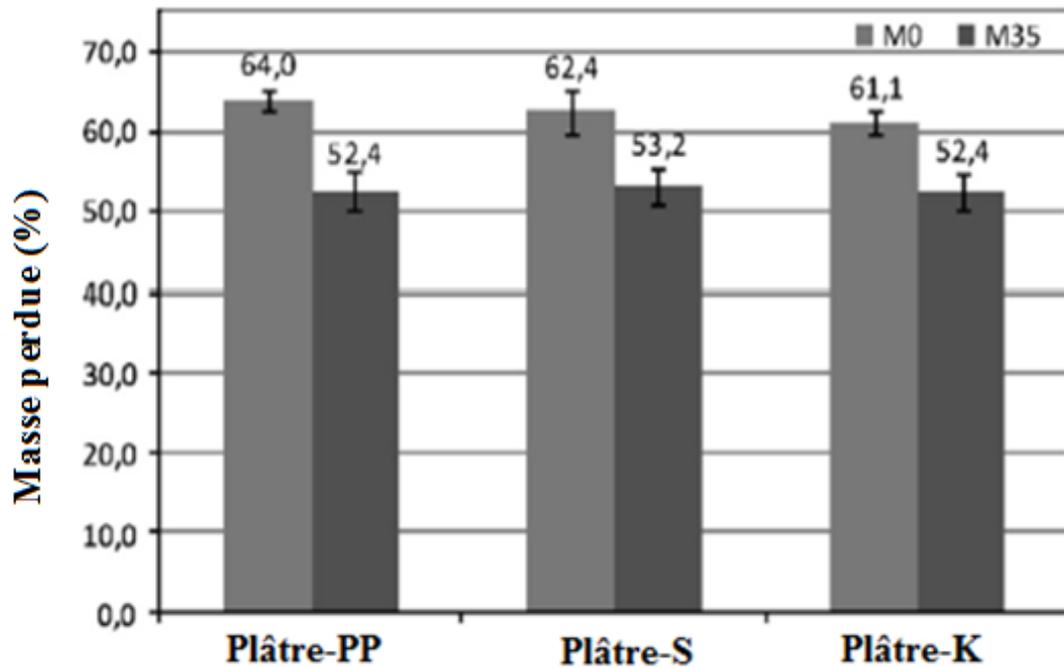


Figure IV.16. Différents composites traité dans NaCl: (a) plâtre-PP, (b) plâtre/sisal et (c) plâtre/ kénaf [24].

L'augmentation de poids observé sur les composites DPC peut s'expliquer par le dépôt des cristaux dans leurs pores (figure IV.17, a) et la forte concentration d'ions Na^+ et Cl^- au sein de composites DPC (voir la figure IV.17, b).

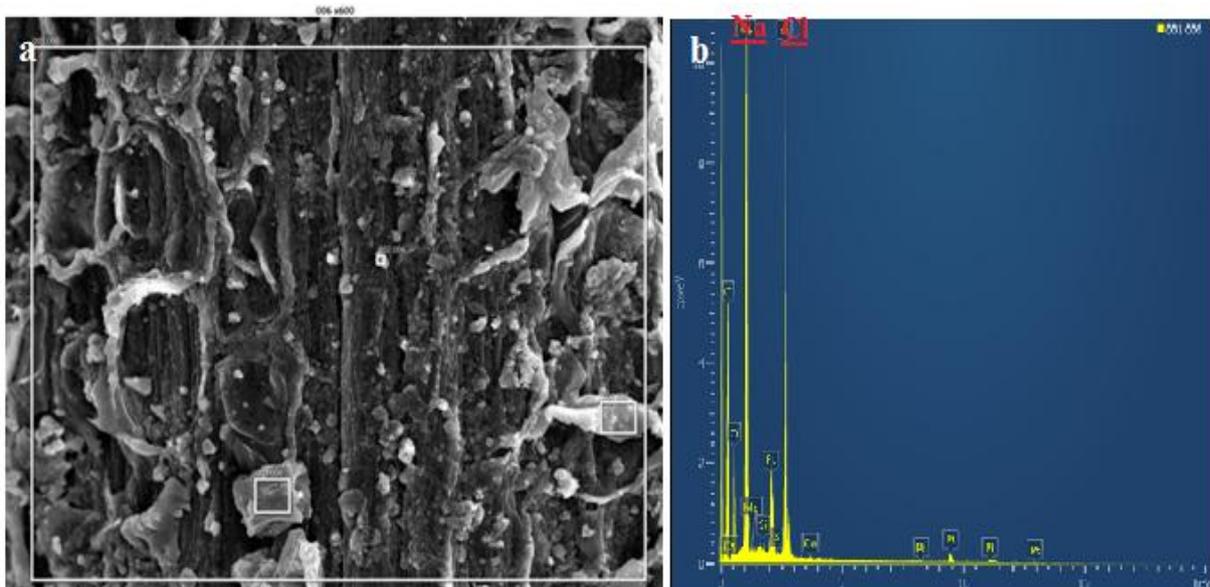


Figure IV.17. Composite DPC traité; a) Microstructure et b) Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS).

Un comportement similaire a été également observé par Walker *et al.* [25]. Quand' ils ont étudié l'exposition du béton de chanvre-chaux au sel. Ils ont expliqué l'augmentation de poids de ce composite par la cristallisation du sel dans leurs pores (voir la figure IV.18). Il y a donc un autre motif due à l'augmentation de la masse de ce composite, c'est que la pénétration des ions Na^+ et Cl^- dans la microstructure du composite qui provoquerait la formation du sel de Friedel à l'intérieur des pores de composite [26, 27].

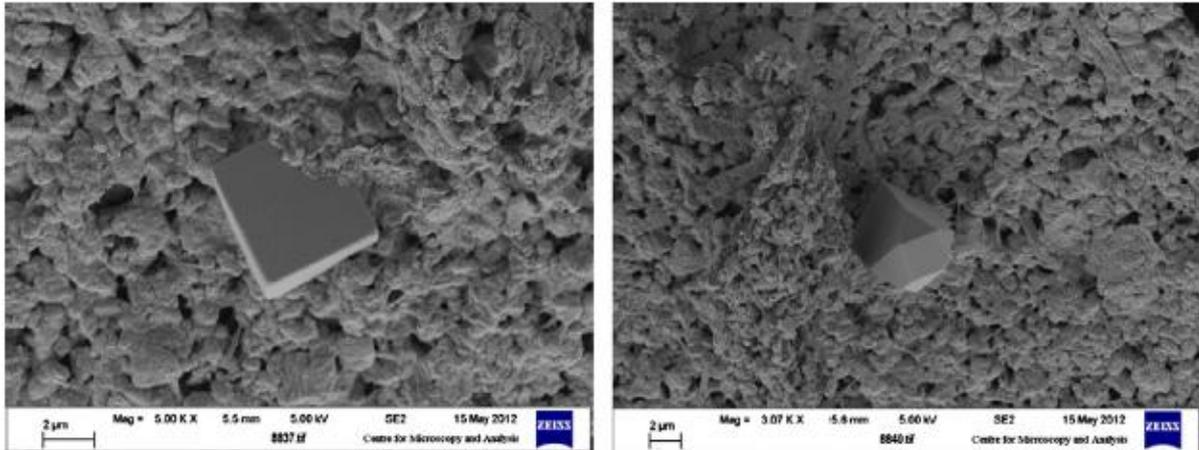


Figure IV.18. Image MEB: Cristaux de NaCl sur le composite de chanvre-chaux [25].

D'autre part, l'augmentation de poids des composites DPC soumis aux milieux alkalis (NaCl ou NaOH) a tendance d'augmenter avec l'augmentation de la teneur en DPF dans la matrice de mortier. Ceci est dû à la cristallisation du chlorure de sodium et de l'hydroxyde de sodium localisé dans les petits pores des fibres DPF. Cette observation a également été rapportée par Rodriguez-Navarro *et al.* [28]. Où ils ont trouvé que les chlorures préféraient cristalliser dans les petits pores des matériaux.

IV.3.3. Variation dimensionnelle

Les essais d'humidification et de séchage devront être menés pour établir la durabilité de ces composites étudiés dans ce travail, car une sensibilité de la moelle à des cycles d'humidification et de séchage à haute température sera montrer cette propriété de durabilité. La figure IV.19 montre la variation du volume des composites DPC, renforcés par les concentrations de fibres DPF (5%, 10% et 15%) en fonction de nombre de cycles de séchage et d'humidification.

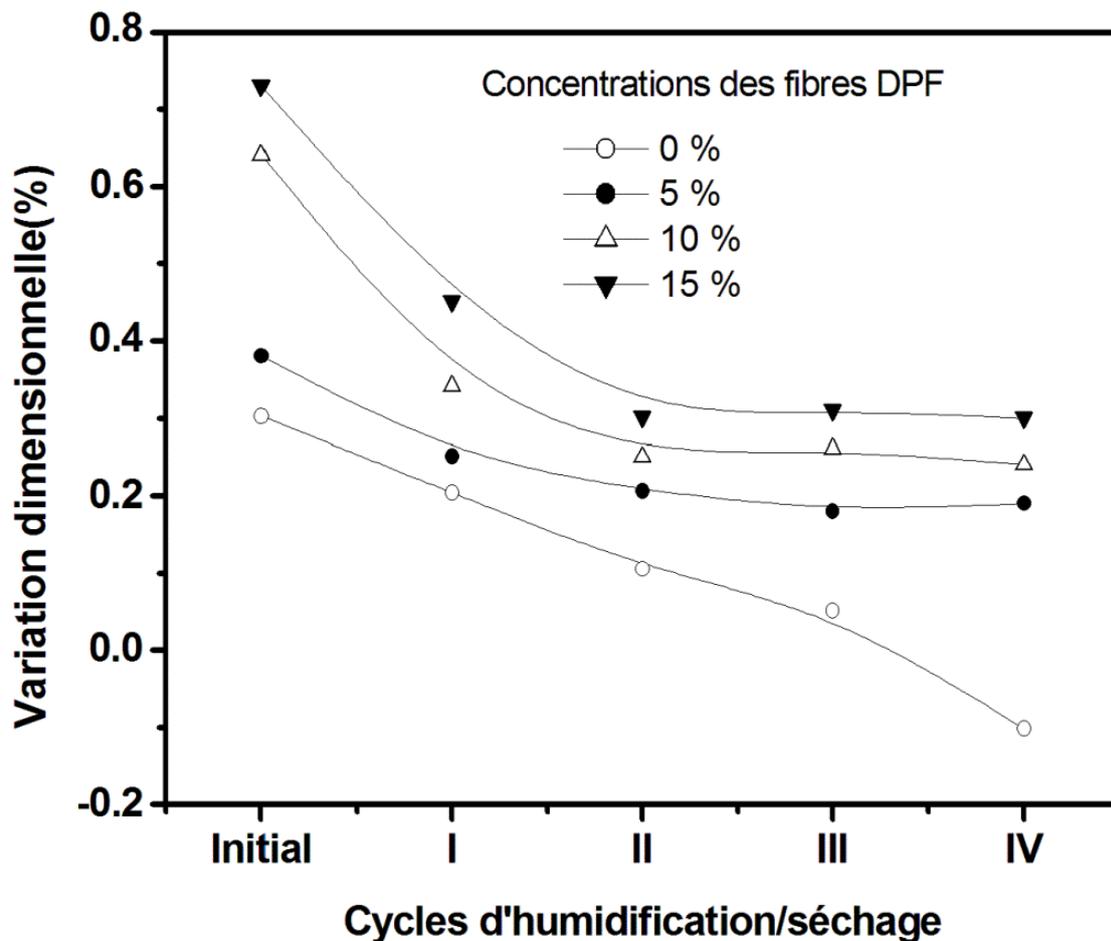


Figure IV.19. La variation dimensionnelle des composites DPC en fonction des concentrations des fibres et de cycles d'humidification et de séchage.

On peut clairement voir que le volume de composites DPC a changé, il est diminué à partir du premier cycle jusqu'à la seconde. Tandis que, ceux-ci contiennent des fibres de palmier dattier qui se stabilisent de deuxième cycle au quatrième cycle.

Ce changement de volume peut être considéré comme le gonflement ou le rétrécissement du composite DPC [8, 29]. Cependant, au quatrième cycle, le pourcentage de volume de mortier témoin est négatif, c'est-à-dire la matrice est comprimée [29]. Comme le montre la figure IV.20, les taux du volume modifié après le cycle initial de séchage et d'humidification pour les composites DPC renforcés par les concentrations des fibres; 0, 5, 10 et 15 sont 0,3, 0,4, 0,6 et 0,7%, respectivement.

On peut voir que les volumes gonflés des échantillons augmentent avec une augmentation de la teneur en fibres DPF, cette augmentation peut être liée à la grande quantité d'eau absorbée par les fibres DPF pendant les cycles d'humidification [22].

Cette tendance a évidemment été expliquée par Taallah *et al.* [29], quand ils ont étudié le gonflement du composite naturel. Ils ont constaté que le gonflement de ce composite augmente avec l'augmentation des concentrations de fibres végétales.

On peut voir sur la figure IV.19, après les deuxièmes, troisièmes et quatrièmes cycles de séchage et d'humidification, le volume modifié des échantillons DPC5, DPC10 et DPC15 est stabilisé à environ 0,2, 0,25 et 0,3%, respectivement.

Tandis que le mortier témoin (sans fibres DPF) est compris entre 0,1% (Gonflement) et 0,1% (Rétrécissement).

De plus, le volume de mortier sans fibres DPF est soumis au retrait. On peut supposer que dans notre cas, l'effet de la teneur en fibres DPF dans le mortier est la stabilisation leur volume et d'éviter leur rétrécissement lorsque les composites DPC se sont soumis au nombre de cycles d'humidification et de séchage.

Une étude similaire a été rapportée par les auteurs Gozed *et al.* [8], quand ils ont étudié l'effet des fibres végétales sur le rétrécissement de composite. Ils ont constaté que les fibres végétales conduisent à réduire les phénomènes de rétraction de composite.

En conclusion, on peut dire que la présence des fibres DPF dans le mortier peut offrir une stabilité dimensionnelle aux composites DPC, s'ils se soumettraient aux cycles d'humidification et de séchage.

IV.3.4. Résistance à la flexion: Effet de cycles d'humidification et de séchage

L'effet de cycles d'humidification et de séchage sur les résistances à la flexion du mortier renforcé avec les différents teneurs en fibres DPF (DPC5, DPC10 et DPC15) et du mortier témoin (MR) est présenté par la figure IV.20, résistance à la flexion des composites DPC en fonction du nombre de cycles d'humidification et de séchage et des concentrations des fibres.

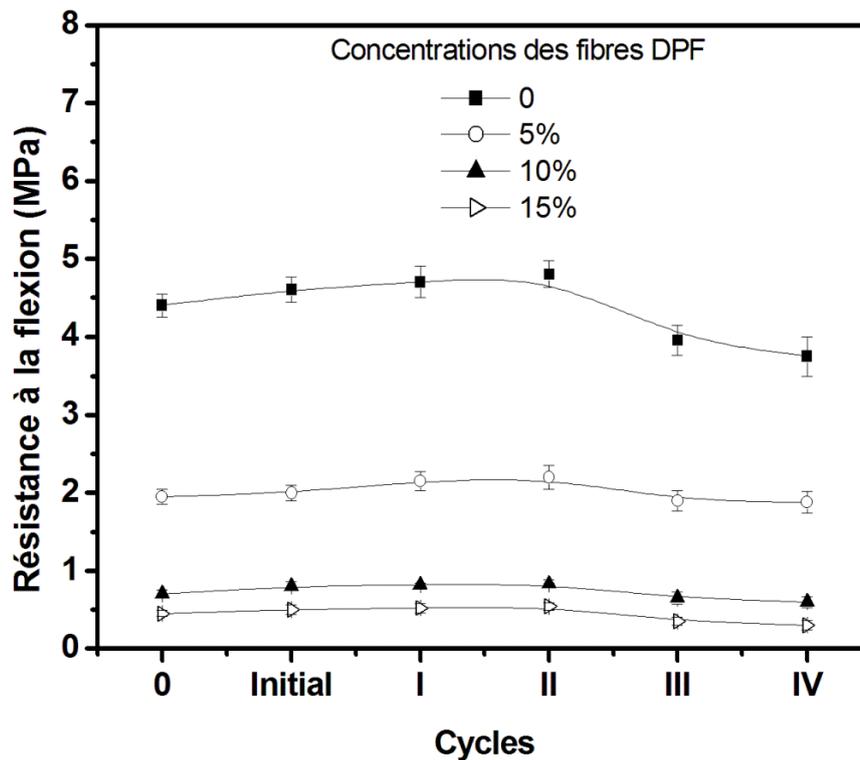


Figure IV.20. Résistance à la flexion des composite DPC en fonction des nombre de cycles d'humidification et de séchage et des concentrations des fibres.

D'après la figure IV.20, on peut voir que la résistance à la flexion des composites DPC augmente à partir de cycle initiale au deuxième cycle d'humidification et de séchage. Cette augmentation de la résistance à la flexion des composites MR, DPC5, DPC10 et DPC15 est 9%, 13%, 18% et 20%, respectivement. Nous remarquons que l'ajout de fibres DPF dans la matrice de mortier conduit à l'augmentation de la résistance à la flexion lorsque ces échantillons de DPC ont été soumis au deuxième cycle d'humidification et de séchage.

Ce comportement peut être lié à la cohérence de la matrice de mortier avec les fibres. Cette cohérence a eu lieu pendant les cycles d'humidification et de séchage à cause de l'augmentation de l'hydratation de transport des produits de la matrice vers les fibres, ceci peut être le principal facteur qui contribue à la réduction de la flexibilité et la capacité de déformation des fibres. En outre, les fibres sont plus rigides et cassables, de ce fait une meilleure force de liaison peut conduire aux composites avec une ductilité inférieure et de résistance plus élevée [30, 31].

Cependant, comme le montre dans la figure IV.20, il y avait une perte de résistance à la flexion dans les échantillons MR, DPC5, DPC10 et DPC15 à partir de troisième de cycle d'humidification et de séchage. Néanmoins, la réduction de la résistance à la flexion du mortier sans fibres est la plus élevée.

Un comportement similaire est discuté par Filho *et al.* [32], qui ont étudié l'effet des cycles d'humidification et de séchage sur les propriétés mécaniques du mortier de ciment renforcé par des fibres de sisal et de noix de coco. Ils ont également remarqué une réduction significative de la résistance à la flexion de ces composites après avoir été soumis à des cycles d'humidification et de séchage (voir la figure IV.21).

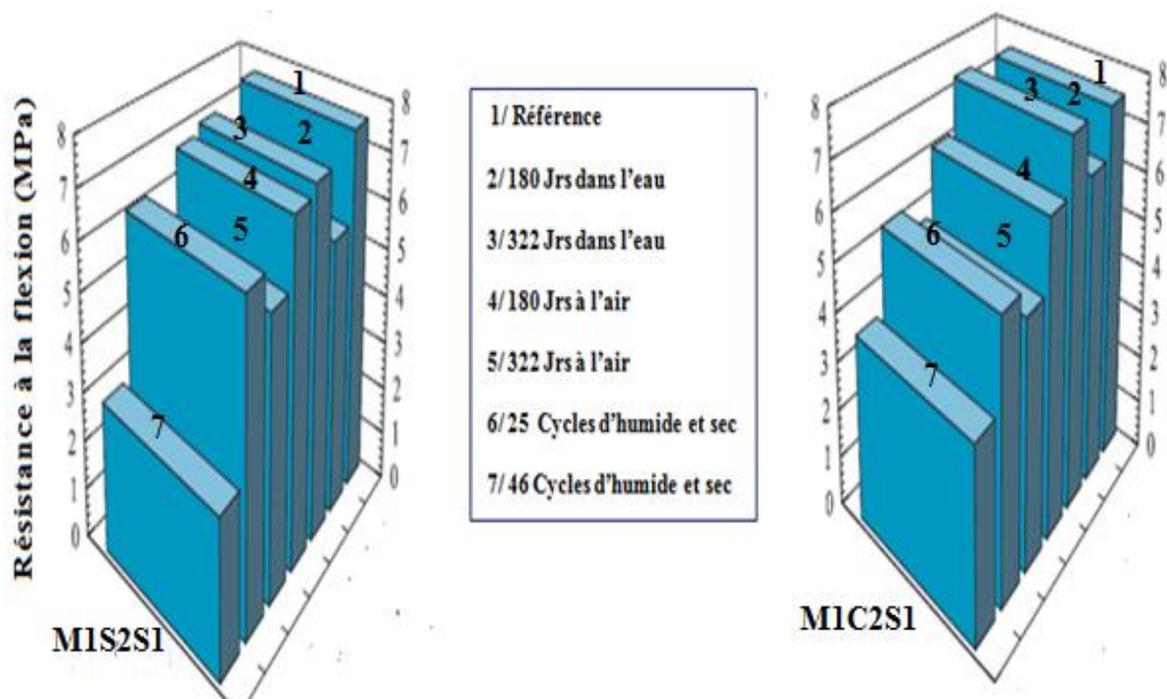


Figure IV.21. Résistance à la flexion des composites de ciment de sisal (MIS2S1) et de ciment et des fibres de noix de coco et de sisal (MIC2S1) après plusieurs cycles d'humidification et de séchage [32].

Cette réduction de la résistance à la flexion des composites DPC avec un certain nombre de cycles d'humidification et de séchage peut entraîner un phénomène de fissuration. L'humidification provoque un gonflement des particules de fibres dû à la croissance de la couche de double diffusion, tandis que le séchage produit le rétrécissement des particules de fibres dû à la perte d'eau.

De ce fait, plus le gonflement et le rétrécissement survenant au cours des cycles d'humidification et de séchage conduisent aux fissures de tension sur ces composites [32, 33]. Cela peut conduire à des composites avec une faible résistance à la flexion à cause de l'état de composite dégradé après le vieillissement (la figure IV.22).

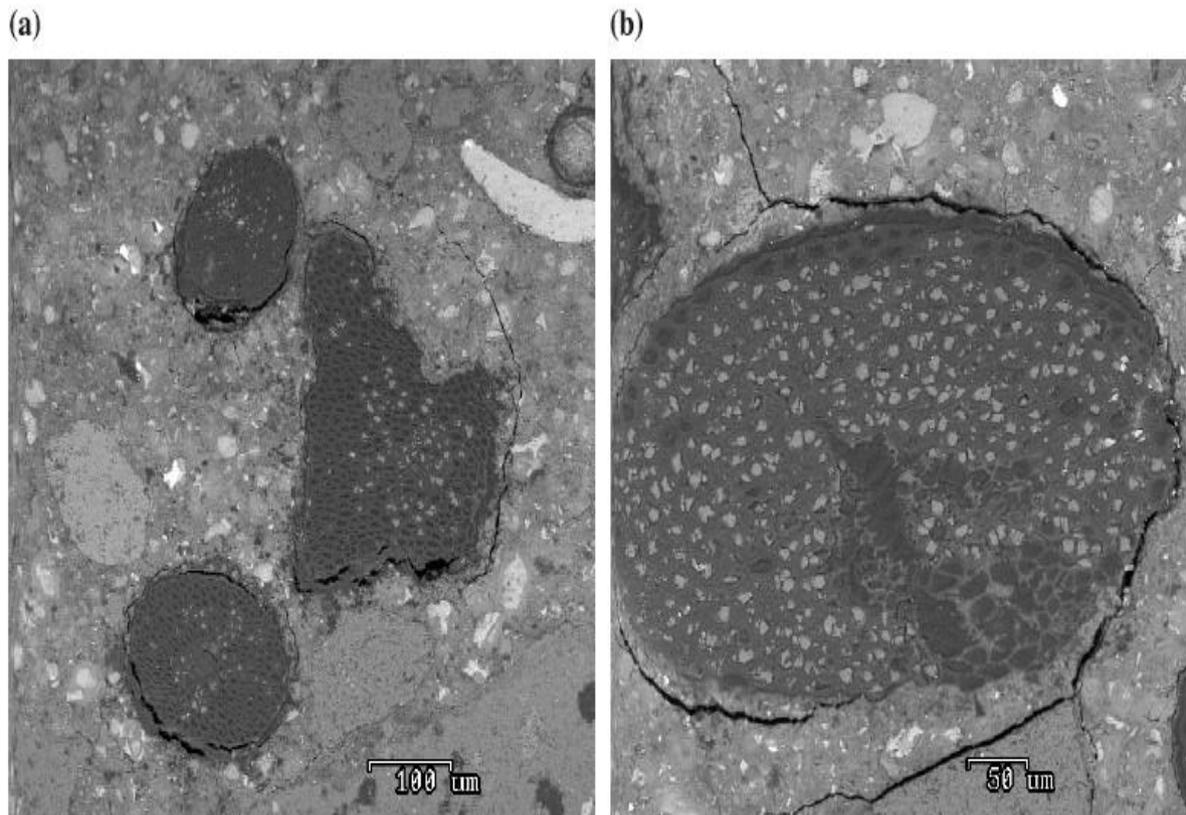


Figure IV.22. Images rétrodiffusées de sections transversales de composite (ciment et noix de coco) soumis aux cycles d'humidification et de séchage: (a) grossissement moyenne; (b) grossissement supérieur [32].

IV.3.5. Résistance à la flexion: Effet des traitements

L'effet des traitements alcalins sur la résistance à la flexion des composites renforcés par des différentes concentrations de fibres DPF est présenté dans la figure IV.23. On observe que la résistance à la flexion de ces bio-composites traités (5% NaCl et 5% NaOH) est significativement améliorée par rapport aux bio-composites non traités.

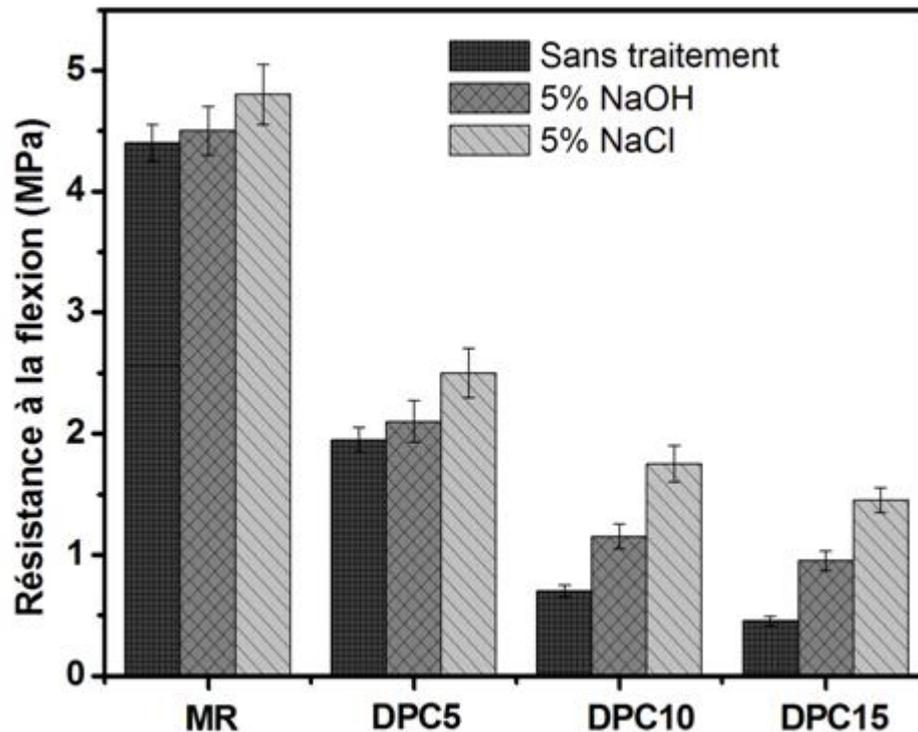


Figure IV.23. Résistance à la flexion des composites DPC en fonction des traitements alcalis et des concentrations des fibres.

D'après la figure IV.23, on note que l'augmentation de la résistance à la flexion est la plus significative pour les composites DPC traités dans les solutions 5% NaOH et 5% NaCl. Cette amélioration de la résistance à la flexion de composites traités (MR, DPC5, DPC10 et DPC15) est estimée à 2%, 7,7%, 64% et 110%, respectivement.

Cependant, les composites qui sont traités dans la solution, 5% NaCl. L'augmentation de la résistance à la flexion est comme suit 9% pour MR, 28% pour DPC5, 150% pour DPC10 et 220% pour DPC15. Par conséquent, il est clair que les composites DPC traités ayant des teneurs élevées en fibres DPF, ils ont la plus grande amélioration de la résistance à la flexion par rapport qu'ont des faibles teneurs en fibres DPF.

Des comportements similaires ont été rapportés par les chercheurs; Talah *et al.*, Haydaruzzaman *et al.* et Sever *et al.* [12, 34, 35]. Ces travaux ont traité l'effet des traitements sur les propriétés de résistance des composites naturels. Les résultats montrent que la résistance des composites traités est meilleure que celle des composites non traités.

Par exemple, Taalah *et al.*, ont étudié l'effet de traitement chimique sur les propriétés mécaniques des blocs de sols comprimés renforcés par des fibres végétales. Ils ont

également remarqué une augmentation significative de la résistance à la traction de ces composites après avoir été soumis au traitement chimique (voir la figure IV. 24).

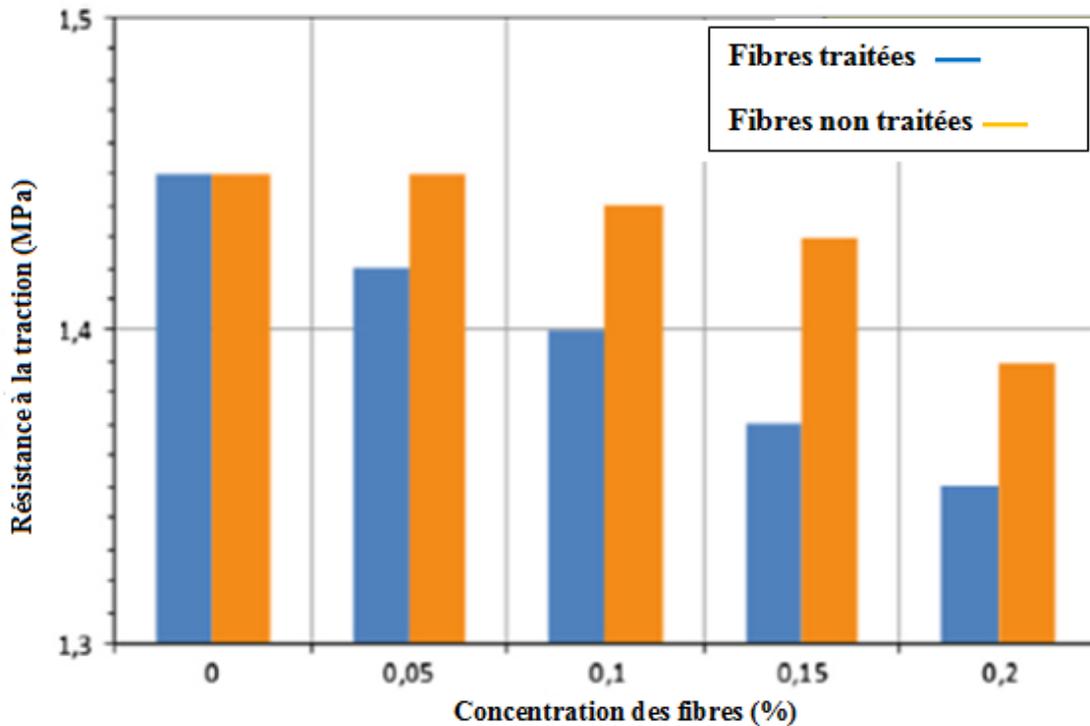


Figure IV.24. Résistance à la traction des blocks de sol comprimé renforcés par des fibres de bois de palmier dattier [12].

IV.4. Conductivité thermique

La conductivité thermique est une grandeur physique importante qui caractérise la capacité isolante d'un matériau. Plus, un matériau possède une conductivité thermique plus faible, plus son pouvoir isolant est plus grand. En revanche, il diffuse la chaleur plus rapidement. La conductivité thermique d'un matériau dépend de plusieurs facteurs [22, 23].

La conductivité thermique d'un matériau utilisé dans la structure et l'isolation des bâtiments. Elle est considérée comme le paramètre principal de la classification fonctionnelle de RILEM [16]. Ainsi, la présence de notre composite DPC dans l'environnement peut être exposée au milieu alcalin, comme les zones côtières et aux cycles de séchage et d'humidification, dans le cas des temps chauds et pluvieux. Dans cette partie nous discutons les différents conditions affectent la conductivité thermique des composites DPC étudiés dans ce travail.

Les résultats sont montrés sur la figure IV.25, on observe que l'évolution de la conductivité thermique du composite DPC en fonction de la teneur en fibres DPF et des traitements (5% NaCl, 5% NaOH et 4 cycles).

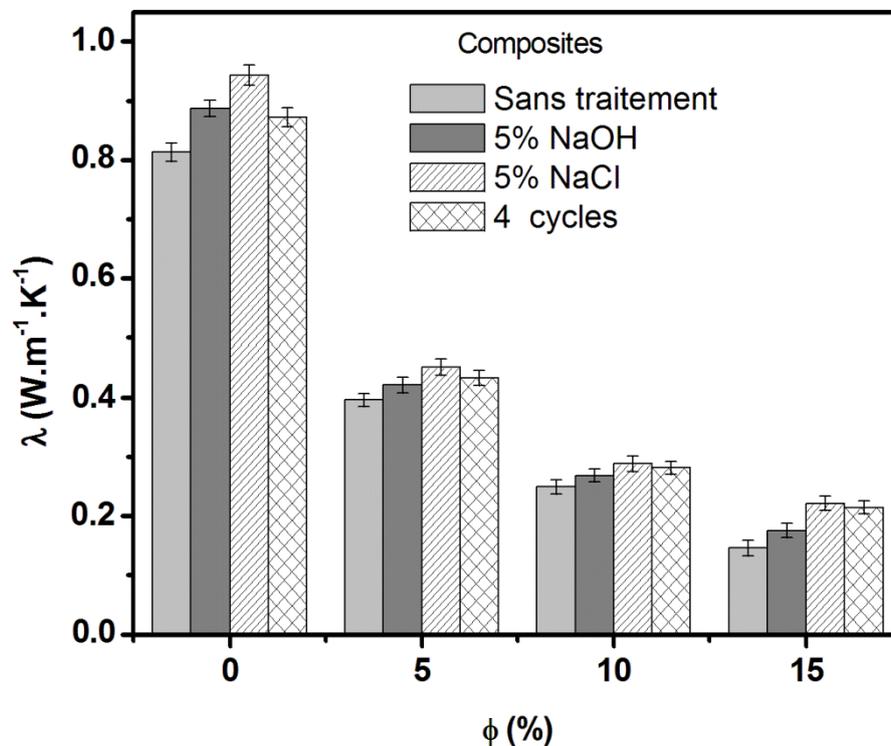


Figure IV.25. La conductivité thermique des composites DPC en fonction des traitements et de teneurs en fibres DPF.

Nous remarquons que l'ajout des fibres DPF dans la matrice de mortier réduit la conductivité thermique du composite DPC. Ce comportement a déjà été détaillé par Benmansour *et al.* [22]. Pour cette raison, dans cette étude, nous nous sommes basés uniquement sur l'effet des traitements alcalins et des cycles (humide et sec) sur la conductivité thermique du composite DPC. D'après la figure IV.25, la conductivité thermique des composites DPC augmente avec la soumission à la fois aux traitements alcalins et aux cycles d'humidification et de séchage, d'où une augmentation de la conductivité thermique avec l'augmentation de la teneur en fibres DPF.

On peut voir à partir du tableau IV.3, les valeurs de conductivité thermique se situaient entre $0,39 \text{ W.k}^{-1}.\text{m}^{-1}$ et $0,14 \text{ W.k}^{-1}.\text{m}^{-1}$ dans le cas non traité, entre $0,42 \text{ W.k}^{-1}.\text{m}^{-1}$ et $0,17 \text{ W.k}^{-1}.\text{m}^{-1}$ dans le cas du traitement à 5% de NaOH, entre $0,43 \text{ W.k}^{-1}.\text{m}^{-1}$ et $0,21 \text{ W.k}^{-1}.\text{m}^{-1}$ dans le cas

des cycles d'humidification et de séchage, et entre $0,45 \text{ W.k}^{-1}.\text{m}^{-1}$ et $0,22 \text{ W.k}^{-1}.\text{m}^{-1}$ dans le cas d'un traitement à 5% de NaCl, en variant la teneur en fibres DPF de 5% à 15%.

Ainsi, nous avons remarqué que l'effet de traitement (5% NaCl) sur les composites DPC5, DPC10 et DPC15, leurs conductivités thermiques sont supérieures de ceux qui sont soumises aux cycles d'humidification et de séchage et puis le traitement 5% NaOH.

Cependant, l'effet de traitement 5% NaOH et des cycles d'humidification et de séchage sur l'augmentation de la conductivité thermique du mortier sans DPF est le plus faible, tandis que l'effet de traitement 5% NaCl sur les composites DPC est significatif.

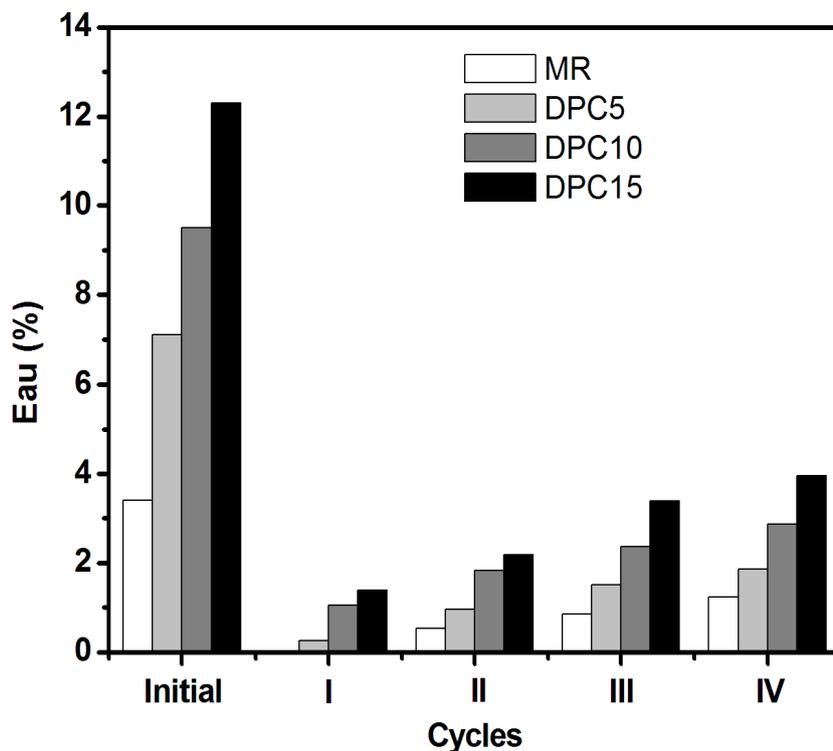


Figure IV.26. Eau stockée dans les composites DPC en fonction de nombre de cycles d'humidification et de séchage.

On conclut de cette analyse qu'il y a une augmentation de la conductivité thermique de composites DPC qui a subi à la fois des traitements alcalins et des cycles d'humidification et de séchage.

Cette augmentation de la conductivité thermique a été provoquée par des cycles d'humidification et de séchage. Cela peut s'expliquer par l'eau stockée dans les composites DPC après des cycles d'humidification (voir la figure IV.26). Ou les composites DPC ont

absorbé une quantité d'eau pendant les cycles d'humidification, cela conduit à une augmentation de la masse volumique de composites DPC.

Par conséquent, la conductivité thermique des composites humides est supérieure à celles des composites secs. Formellement, la conductivité thermique de l'eau est beaucoup plus élevée que celle de l'air [22].

En outre, cette augmentation de la conductivité thermique a également été provoquée par des traitements alcalins, elle peut être liée à deux facteurs principaux: (i) la conductivité thermique des éléments alcalins soient élevée [37] et (ii) la pénétration des ions Na^+ et Cl^- dans la microstructure de composites DPC provoquent la formation du sel de Friedel à l'intérieur des pores (figure IV.17, paragraphe II.2.2), ce qui augmente la masse volumique des composites DPC [38, 39]. Par conséquent, l'augmentation de la masse volumique conduit à augmenter la conductivité thermique des composites DPC [22].

De ce fait, nous avons remarqué que les traitements alcalins ont un effet défavorable sur l'isolation thermique des composites DPC. Ce comportement est en accord avec les résultats rapporté par Taalah *et al.* [12], où ils ont étudié l'effet du traitement alcalin sur la conductivité thermique des composites naturels (voir la figure IV.27).

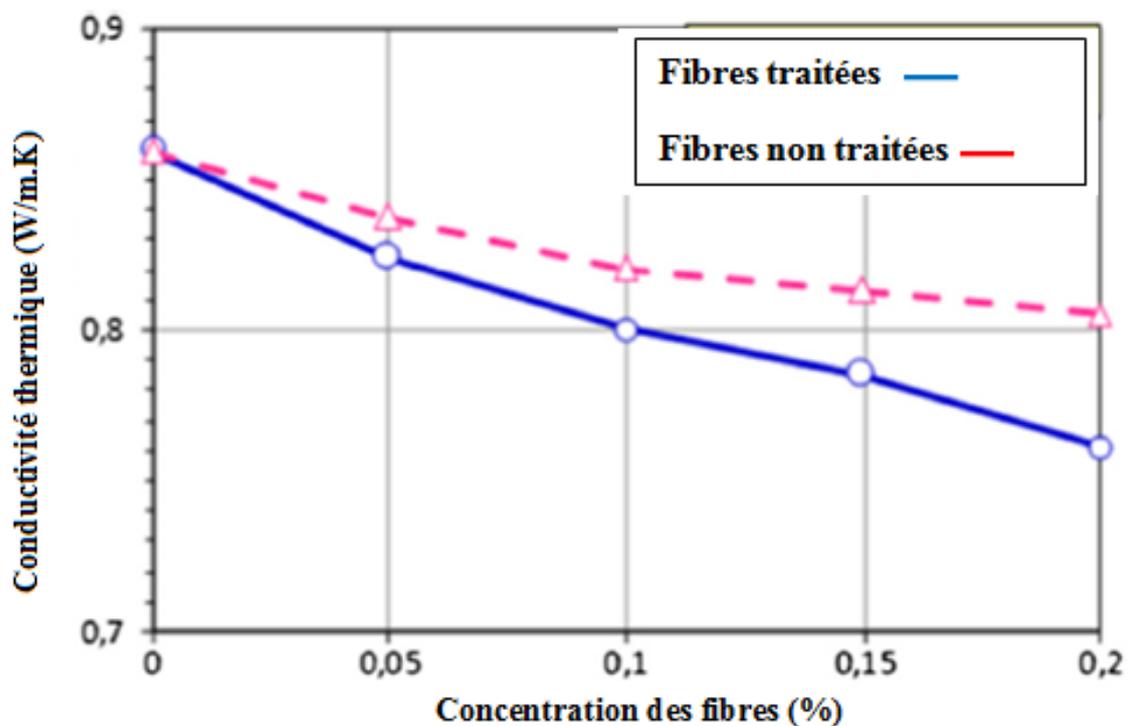


Figure IV.27. La conductivité thermique de composite (traité et non traité) [12].

Ils ont montré par la suite que l'augmentation de la conductivité thermique avec l'augmentation de la masse volumique apparente était meilleure dans les composites traités que dans les composites non traités.

IV.5. Corrélation entre la résistance et la conductivité thermique

Le tableau IV.1 résume les mesures de la conductivité thermique et de la résistance à la compression des composites DPC soumis aux cycles d'humidification et de séchage et aux traitements alcalins.

Tableau IV.1: Résistance à la compression et conductivité thermique après et avant les traitements des composites DPC.

Composites	Non traité		5% NaOH		5% NaCl		4 Cycles	
	k (W/K.m)	R _c (MPa)	k (W/K.m)	R _c (MPa)	k (W/K.m)	R _c (MPa)	k (W/K.m)	R _c (MPa)
MR	0.8	48.6	0.89	31.75	0.94	50	0.87	40
DPC5	0.39	8	0.42	15.98	0.45	10.70	0.43	7.76
DPC10	0.25	2.67	0.27	3.72	0.29	4.18	0.28	2.60
DPC15	0.14	1.44	0.17	2.90	0.22	1.44	0.21	0.96

Il peut être constaté de la figure IV.26, paragraphe III.4, qu'il y a une augmentation de la conductivité thermique des composites DPC soumis aux conditions de cycles (humide et sec) et de traitements. Cependant, dans les traitements alcalins, les valeurs de résistance à la compression des composites DPC augmentent, alors qu'elles diminuent dans le cas des cycles d'humidification et de séchage (voir le tableau IV.2).

Tableau IV.2: Classification fonctionnelle de béton léger [16].

	Béton de granulats légers		Bétons cellulaire autoclavé	
	Classe II	Classe III	Classe II	Classe III
	Structurel et isolant	Isolant	Structurel et isolant	Isolant
R _c (MPa)	> 3.5	> 0.5	> 2.5	> 0.5
k (W.m ⁻¹ . K ⁻¹)	< 0.75	< 0.30	< 0.75	< 0.3

D'autre part, on se base sur les tableaux IV.1 et 2, il a été démontré expérimentalement que les composites DPC soumis aux traitements alcalins et aux cycles d'humidification et de séchage peuvent conserver leur propriété d'isolation et de résistance mécanique, selon RILEM [16].

De ce fait, en conclusion, la teneur optimal en fibres DPF est de l'ordre de 5% à 15%, selon la recherche Benmansour *et al.* [22]. Pour ces teneurs en fibres DPF, la résistance mécanique et la conductivité thermique sont toujours compatibles avec l'utilisation des composites étudiés dans le domaine de l'isolation thermique des bâtiments soit dans les conditions normales ou les conditions de dégradation.

On peut conclure donc, que le mortier renforcé par les fibres DPF satisfait les exigences mécaniques et thermiques des matériaux de construction, et il pourrait être utilisé pour les murs et autres éléments de construction dans les différents climats.

IV.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié les effets des cycles humides et sec et des traitements alcalins sur les propriétés physiques et mécaniques de mortier renforcé par fibres de bois de palmier dattier (DPC). A partir des résultats obtenus de cette étude expérimentale, on peut tirer les conclusions suivantes :

- La présence de fibres de palmier dattier (DPF) dans la matrice de mortier entraîne une stabilité dimensionnelle du bio-composite DPC, après les deuxièmes cycles d'humidification et de séchage.

Mais, il est contraire que ceux observés avec les mortiers témoins qui sont soumis à l'instabilité dimensionnelle au cours des quatre cycles. Ceci peut être un signe de durabilité de l'incorporation des fibres DPF dans le mortier à moyen et long terme.

- Une diminution de la résistance à la flexion de DPC avec l'augmentation de la teneur en fibres DPF a été obtenue. Il a été indiqué également que ce type de fibres végétales peut améliorer la ductilité du composite DPC.

Ce qui permet d'avoir un gain de plasticité et d'éviter une ruine brutale des composites DPC, même à faible quantité des fibres DPF, permet un gain appréciable de cette propriété.

- Une augmentation de la résistance à la flexion du composite DPC avec une augmentation de la teneur en fibres DPF est observée, à partir du cycle initial au second cycle d'humidification et de séchage, au de là, après le second cycle une faible réduction de la résistance de composites DPC est obtenus.

Ceci peut être un avertissement de dégradation des composites DPC au cours du temps. Donc, il est nécessaire, à l'avenir, de réaliser des essais à long terme de durabilité sur les composites DPC.

- Par comparaison entre un traitement de 5% NaCl et un traitement de 5% NaOH, on observe un gain de résistance en faveur d'un traitement de 5% NaCl, alors que les traitements alcalins conduisent à renforcer la résistance de composites DPC.

De plus, nous avons remarqué qu'il y a une augmentation des résistances de composites DPC traités avec une augmentation de la teneur en DPF.

- La conductivité thermique et la masse volumique de composites DPC ont diminué avec l'augmentation de la teneur en fibres DPF. Ces deux caractéristiques peuvent jouer en faveur d'une meilleure isolation thermique des matériaux de construction ou d'isolation.

- Les cycles d'humidification et de séchage et les traitements alcalins ont un effet léger défavorable sur la conductivité thermique de composites DPC.

- Une forte corrélation a toujours été établie entre la conductivité thermique et la résistance de composites DPC après des cycles (humides et secs) et des traitements alcalins.

- Analyse thermogravimétrique effectuée sur les composites DPC non traité et traité. Plusieurs notes ont été observées, dont: (i) aucun effet du traitement alcalin sur les composites DPC est observé sur les plages 20-138 °C et 800-900 °C , (ii) des comportements distincts dans la gamme 200-800 °C, suggérant que le traitement alcalin peut être affecté par le mécanisme de décomposition de composites DPC et (iii) la perte de poids de composites DPC non traité est plus faible que le DPC traité, à 900 °C. Ce qui peut dépendre aux composés qui sont moins

stables et le réarrangement des molécules organiques ont été provoqués par le traitement alcalin.

- Calcite, phases anhydres (C3S et/ou C2S), ettringite ont été détectés dans les composites DPC non traités et traités par le ray-x, et d'autres carbonates de calcium (amorphe, aragonite) ont été détectés uniquement dans les composites DPC traités.

References

- [1] S. Oza, H. Ning, I. Ferguson, and N. Lu, "Effect of surface treatment on thermal stability of the hemp-PLA composites: Correlation of activation energy with thermal degradation," *Composites: Part B*, vol. 67, pp. 227–232, 2014.
- [2] F. S. U.S.D.A, "Thermal degradation of wood components: a review of the literature.<<http://www.fpl.fs.fed.us/documnts/fplrp/fplrp130.pdf>>; 1970. [cited 02.02.13]."
- [3] D. Sedan, "Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite," in *Thèse de doctorat de l'Université de Limoges*, 2007.
- [4] J. Monteny, E. Vincke, A. Beeldens, N. D. Belie, L. Taerwe, and D. V. Gemert, "Chemical, microbiological, and in situ test methods for biogenic sulfuric acid corrosion of concrete," *Cement and Concrete Research*, vol. 30, pp. 623-634, 2000.
- [5] Z. Makhloufi, T. Bouziani, M. Hadjoudja, and M. Bederina, "Durability of limestone mortars based on quaternary binders subjected to sulfuric acid using drying-immersion cycles," *Construction and Building Materials*, vol. 71, pp. 579-588, 2014.
- [6] V. Pavlík and S. Uncík, "The rate of corrosion of hardened cement pastes and mortars with additive of silicafume in acids," *Cement and Concrete Research*, vol. 27, pp. 1731-1745, 1997.
- [7] W. Kaempfer and M. Berndt, "Polymer modified mortar with high resistance to acid and to corrosion by biogenous sulfuric acid," presented at Presented at IXth ICPIC Congress, Bologna, Italy, 1998.
- [8] N. G. Ozerkan, B. Ahsan, S. Mansour, and S. R. Iyengar, "Mechanical performance and durability of treated palm fiber reinforced mortars," *International Journal of Sustainable Built Environment*, vol. 2, pp. 131-142, 2013.

- [9] N. D. Belie, M. Debruyckere, D. V. Nieuwenburgs, and B. D. Blaeres, "Attack of concrete floors in pig houses by feed acids: Influence of fly ash addition and cement-bound surfacelayers," *J. Agric. Engng Res.*, vol. 68, pp. 101-108, 1997.
- [10] G. Ji, S. Anjum, S. Sundaram, and R. Prakash, "Musa paradisiaca peel extract as green corrosion inhibitor for mild steel in HCl solution," *Corrosion Science*, vol. 90, pp. 107-117, 2015.
- [11] A. A. Raheem, A. A. Soyingbe, and A. J. Emenike, "Effect of curing methods on density and compressive strength of concrete," vol. 3, pp. 55-64, 2013.
- [12] B. Taallah and A. Guettala, "The mechanical and physical properties of compressed earth block stabilized with lime and filled with untreated and alkali-treated date palm fibers," *Construction and Building Materials*, vol. 104, pp. 52–62, 2016.
- [13] R. T. Filho, K. Scrivener, G. England, and K. Ghavami, "Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites," *Cement & concrete composites*, vol. 22, pp. 127-143, 2000.
- [14] H. Savastano, V. Agopyan, A. M. Nolasco, and L. Pimentel, "Plant fibre reinforced cement components for roofing," *Construction and Building Materials*, vol. 13, pp. 433-438, 1999.
- [15] R. MacVicar, L. M. Matuana, and J. J. Balatinecz, "Aging mechanisms in cellulose fiber reinforced cement composites," *Cement and Concrete Composites*, vol. 21, pp. 189-196, 1999.
- [16] RILEM, "Functional classification of lightweight concrete, Recommendation of RILEM LC 2," 1978.
- [17] M. Rokbi, H. Osmani, A. Imad, and N. Benseddiq, "Effect of Chemical treatment on Flexure Properties of Natural Fiber-reinforced Polyester Composite," *Procedia Engineering*, vol. 10, pp. 2092-2097, 2011.
- [18] A. Alawar, A. M. Hamed, and K. Al-Kaabi, "Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement," *Composites: Part B*, vol. 40, pp. 601-606, 2009.
- [19] S. Mishra, A. K. Mohanty, L. T. Drzal, M. Misra, S. Parija, S. K. Nayak, and S. S. Tripathy, "Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 1377-1385, 2003.

- [20] Y. Cao, S. Shibata, and I. Fukumoto, "Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments," *Composites: Part A*, vol. 37, pp. 423-429, 2006.
- [21] A. K. Bledzki and J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres," *Progress in Polymer Science*, vol. 24, pp. 221-274, 1999.
- [22] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, A. Kareche, and A. Boudenne, "Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building," *Energy and Buildings*, vol. 81, pp. 98-104, 2014.
- [23] M. Chikhi, B. Agoudjil, A. Boudenne, and A. Gherabli, "Experimental investigation of new Bio-composite with low cost for thermal insulation," *Energy and Buildings*, vol. 66, pp. 267-273, 2013.
- [24] G. D. Bella, V. Fiore, G. Galtieri, C. Borsellino, and A. Valenza, "Effects of natural fibres reinforcement in lime plasters (kenaf and sisal vs. Polypropylene)," *Construction and Building Materials*, vol. 58, pp. 159–165, 2014.
- [25] R. Walker, S. Pavia, and R. M. b, "Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes," *Construction and Building Materials*, vol. 61, pp. 340–348, 2014.
- [26] C. Hill, A. Norton, and G. Newman, "The water vapor sorption behavior of natural fibers," *Applied polymer science*, vol. 112, pp. 1524-1537, 2009.
- [27] S. Ismail and M. Ramli, "Mechanical strength and drying shrinkage properties of concrete containing treated coarse recycled concrete aggregates," *Construction and Building Materials*, vol. 68, pp. 726-739, 2014.
- [28] M. Segetin, K. Jayaraman, and X. Xu, "Harakeke reinforcement of soil-cement building materials:Manufacturability and properties," *Building and Environment*, vol. 42, pp. 3066-3079, 2007.
- [29] B. Taallah, A. Guettala, S. Guettala, and A. Kriker, "Mechanical properties and hygroscopicity behavior of compressed earth block filled by date palm fibers," *Construction and Building Materials*, vol. 59, pp. 161-168, 2014.
- [30] R. T. Filho, K. Scrivener, G. L. England, and K. Ghavami, "Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites," *Cement and Concrete Composites*, vol. 2, pp. 127-143, 2000.
- [31] H. Gram, "Durability of natural fibres in concrete," in *Swedish Cement and Concrete Research Institute*, vol. 83. Stockholm: Research Fo., 1983, pp. 255.

- [32] J. d. A. M. Filho, F. d. A. Silva, and R. D. T. Filho, "Degradation kinetics and aging mechanisms on sisal fiber cement composite systems," *Cement & concrete composites*, vol. 40, pp. 30-39, 2013.
- [33] A. Kampala, S. Horpibulsuk, N. Prongmanee, and A. Chinkulkijniwat, "Influence of Wet-Dry Cycles on Compressive Strength of Calcium Carbide Residue-Fly Ash Stabilized Clay," *Journal of materials in civil engineering*, vol. 26, pp. 633-643, 2014.
- [34] Haydaruzzaman, A. H. Khan, M. A. Hossain, M. A. Khan, and R. A. Khan, "Mechanical Properties of the Coir Fiber-reinforced Polypropylene Composites: Effect of the Incorporation of Jute Fiber," *Journal of composite materials*, vol. 44, pp. 401-416, 2010.
- [35] K. Sever, M. Sarikanat, Y. Seki, G. Erkan, and U. Erdogan, "The Mechanical Properties of c-Methacryloxypropyltrimethoxy silane-treated Jute/Polyester Composites," *Journal of composite materials*, vol. 44, pp. 1913-1924, 2010.
- [36] T. R. Yang, T. P. Chang, B. T. Chen, J. Y. Shih, and W. L. Lin, "Effect of alkaline solutions on engineering properties of alkali-activated ggbfs past," *Journal of Marine Science and Technology*, vol. 20, pp. 311-318, 2012.
- [37] S. Goñi, M. Frias, R. V. d. l. Villa, and R. García, "Sodium chloride effect on durability of ternary blended cement. Microstructural characterization and strength," *Composites: Part B*, vol. 54, pp. 163-168, 2013.
- [38] F. P. Glasser, J. Marchand, and E. Samson, "Durability of concrete-degradation phenomena involving detrimental chemical reactions," *Cement and Concrete Research*, vol. 38, pp. 226-246, 2008.

Conclusion générale et perspectives

I. Conclusion générale

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'un projet qui vise le développement des composites biosourcés innovants destinés à la construction avec un faible impact environnemental et une efficacité énergétique importante.

Dans ce cadre, nous nous proposons à travers ce travail de thèse de caractériser un nouveau béton formulé à partir d'une matrice à base du ciment au sein de laquelle les granulats conventionnels (sable de carrière) seraient substitués par des fibres végétales locales, renouvelables et abondantes en Algérie: fibres de bois de palmier dattier.

La ressource végétale de notre matériau est considérée comme des déchets, et la valorisation de cette matière première gratuite en Algérie aurait un impact significatif sur l'environnement et contribuerait à réduire la consommation de matières premières non renouvelables.

Ce travail a été porté dans un premier temps sur la cratérisation expérimentale des propriétés physiques et mécaniques de béton de palmier dattier (DPC), puis en deuxième étape, sur l'étude de son comportement de durabilité et de dégradation à l'échelle du matériau sous des conditions spécifiques.

La première partie d'étude expérimentale a révélé que le comportement des composites DPC est amélioré significativement par rapport au comportement de mortier sans fibres. Dans ce cadre, les composites DPC présentent différentes qualités, notamment un changement dans l'ensemble de propriétés physiques et mécaniques: La faible masse volumique, la porosité élevée, le retrait faible, la ductilité améliorée, bonne isolation phonique etc.

A la lumière de ces résultats obtenus, il convient donc de souligner, que le composite DPC satisfait aux exigences mécaniques et thermiques de bétons autoclavé, en tant que matériaux de structure et d'isolation ($R_c > 2.5$ MPa, $k < 0.75$ W. m⁻¹.K⁻¹). En outre, notre composite DPC peut être utilisé comme isolants porteurs, avec $R_c > 0.5$ MPa et $k < 0.30$ W.m⁻¹. K⁻¹.

La deuxième partie de cette thèse a été consacrée à l'étude du comportement du composite DPC sous des conditions climatiques et environnementales réels. Comme les matériaux de construction sont soumis souvent à de nombreux effets physico-chimiques telle que: La température, l'humidité, les ions de chlorure et de sodium, l'acide. Dans cette partie, le béton de palmier dattier a été exposé à des milieux qui représentent ces effets. Les résultats ont révélé que les composites DPC exhibent une stabilité dimensionnelle, un coefficient d'isolation thermique important (Confondu avec la RILEM) et une bonne résistance mécanique envers les cycles de l'humidification et de séchage. Cela reflète une bonne

durabilité du DPC dans des conditions climatiques extrêmes entre les longues journées chaudes d'été et les longues journées pluviales d'hivers. Ces avantages de durabilité ont supplié sur notre composite DPC, peuvent être expliqué par l'efficacité du renfort à base des fibres de bois de palmier dattier, qui est tributaire de plusieurs paramètres: Les propriétés microstructurales des fibres, l'élanement des fibres, la qualité de l'interface fibre /matrice, la méthodologie de préparation de composite DPC etc.

Parfois l'eau de pluie est acide à cause des rejets dans l'atmosphère de dioxyde de l'azote et de dioxyde de soufre par l'industrie ou les fossiles combustibles. Cela peut avoir un impact important sur l'utilisation de notre composite dans l'environnement. À partir de cette hypothèse, nous avons effectués des essais de l'attaque de l'acide sulfurique sur notre composite DPC. Les résultats montrent que la dégradation du mortier sans fibres par l'altération de la matière s'accompagne par une perte de masse considérable. Cependant, le reste des composites renforcés par des concentrations élevées de fibres de palmier dattier sont mieux conservés et ils n'ont pas montré une perte de masse significative.

Dans les zones maritimes, l'humidité induit la dissolution des sels solubles (de Na, Cl, Ca...), l'hydratation de certains ions, ceci peut conduire à la création des structures cristallines. Dans ce cas, nous avons vérifié les propriétés physiques, mécaniques et thermiques de notre composite DPC envers les milieux alcalins. Les résultats obtenus montrent que les composites DPC ne posent aucun problème d'altérabilité, ni à l'échelle du matériau, ni au niveau de performances.

Les résultats obtenus montrent que la stabilité thermique de composite DPC par l'analyse thermogravimétrique se traduit par une très faible perte de matière, à une température inférieure à 500°C. On peut donc réellement parler de la stabilisation thermique des composite DPC étudié dans cette thèse.

A base de ces résultats obtenus, l'étude de durabilité a permis de montrer que les fibres de bois de palmier dattier ont un impact positif sur le comportement de composite DPC. En outre, la durabilité des structures en composite DPC est une caractéristique très importante, car c'est la garantie d'une sécurité et d'une durée de service accrues de ces structures en composite DPC. Cette durabilité garantie aussi une économie considérable sur le long terme, car les structures d'isolation thermique en composite DPC nécessitent peu ou même pas de réparations, d'où une économie de coûts induits par ces réparations, qui peuvent être

très élevés, et peuvent même dépasser les coûts initiaux de construction des structures en composite DPC.

Enfin, cette étude a permis d'obtenir des précisions sur la performance du composite DPC. Des gammes de variations des propriétés en fonction des concentrations des fibres de bois de palmier dattier sous des conditions climatiques simulées sont déterminées. L'approche globale de ces propriétés a permis de révéler le côté polyvalent de ce composite DPC qui peut servir à la fois à l'isolation thermique et acoustique tout en conservant les propriétés mécaniques, même dans les conditions de vieillissement. Toutefois, ces performances de durabilité ne sont pas suffisantes pour permettre un usage incontrôlable. Les travaux devraient se poursuivre en développant un modèle théorique unit entre les propriétés physiques et mécaniques et différentes conditions climatiques pour mieux comprendre la durabilité du composite DPC.

II. Perspectives

D'après les résultats expérimentaux obtenus au cours de ce travail, nous recommandons d'effectuer d'autres tests et quelques modifications sur le composite DPC:

Des essais de "résilience" et divers essais classiques d'identification des paramètres de la mécanique linéaire de la rupture, en particulier l'énergie dissipée lors d'un choc en utilisant par exemple des appareils comme le mouton de Charpy.

Effectuer d'autres caractérisations mécaniques et physiques comme la caractérisation de la résistance à la traction, le fluage, la dureté, résistance au feu, gel-dégel etc.

En raison de l'aspect économique et de l'impact environnemental. On recommande d'augmenter le taux de sable et aussi d'utiliser un ciment à base d'argile pour constituer une alternative écologique à notre composite DPC. Ce qui a également permis d'économiser le ciment portland utilisé. Dans ce cas, il peut être tombé dans le problème d'hydratation et pour cela, nous recommandons:

- Traitement des fibres de palmier dattier par des méthodes chimiques, physiques ou mécaniques pour gérer le problème de l'hydratation de ciment.
- Ajouter des adjuvants aux mélanges durant la confection du composite DPC pour améliorer les propriétés mécaniques comme la chaux dont les accélérateurs artificiels de prise de ciment.

Ajouter certains produits argileux aux mortiers de ciment pour améliorer la compatibilité de ciment avec les fibres DPF comme la pouzzolane et ses dérivés.

Annexes



Study on the Durability of New Construction Materials Based on Mortar Reinforced with Date Palm Fibers Wastes

Abdelhak Kareche^{1,2} · Boudjema Agoudjil¹ · Bourhaneddine Haba^{1,3} · Abderrahim Boudenne⁴

Received: 27 September 2018 / Accepted: 30 March 2019 / Published online: 9 April 2019
© Springer Nature B.V. 2019

Abstract

The present work aims to investigate the feasibility to use date palm waste as reinforcement to improve durability and performance of concrete. Four formulations (0 wt %, 5 wt %, 10 wt % and 15 wt %) were prepared according to the date palm fibers weight contents. The performance of all these formulations was studied in terms of swelling, drying shrinkage, weight change, compressive strength and volume change. The investigations were performed by exposing the samples to various environments: immersion in water, drying, salts exposure and cyclic wetting/drying. The results revealed that mortar reinforced with date palm fibers offers better shrinkage prevention, and thus allows decreasing the cracking effect. Moreover, the composites prepared with high content of natural fibers showed better resistance against sulphuric acid attack and therefore better resistance to deterioration. A significant enhancement in mechanical behavior following alkali treatment was recorded. Finally, date palm fibers can mainly contribute for minimizing the deterioration of cement mortar composites following cyclic wetting and drying

Keywords Biocomposites · Date palm waste · Fibers · Durability · Mortar

Statement of Novelty

Date palm concrete is a new material dedicated for building insulation. This material is developed in our laboratory based on cement mortar reinforced with date palm fibers waste. In the last decade, several works were focused on the study of the thermophysical, mechanical and hygrothermal properties of this material. However, this construction material can undergo very significant changes during its service life inducing negative consequences on its properties. Thus,

it is very important to study the durability of this material. The present work shows significant advance over past work on date palm fibers reinforced mortar. In the present paper, we have highlighted the efficiency of addition the date palm fibers wastes in cement mortar to improve the durability performances of new kind of environmentally friendly construction materials.

Introduction

In recent years, extra attention has been paid to the development of alternative building materials in terms of energy conservation alongside the reduce of raw materials consumption, prevent greenhouse gas emission [1]. Considerable effort has been directed towards using vegetal fibers (often are waste with no economic utilization value) as reinforcement in cement composites for producing cost-effective building materials with a view to have a sustainable development [2]. This bioprocess presents promising opportunities for alleviating the environmental problems associated to waste disposal and to non-renewable raw materials consumption.

✉ Boudjema Agoudjil
boudjema.a.agoudjil@univ-batna.dz

✉ Abderrahim Boudenne
boudenne@u-pec.fr

¹ Université Batna -1 (LPEA), 1 Rue Chahid Bouklouf
Mohamed El-hadi, 05000 Batna, Algeria

² Département de Mécanique, Faculté de Technologie,
Université Batna2, 53 Route de Constantine Fésdis,
Batna 05078, Algeria

³ Ecole Normale Supérieure in Setif, ENS-Setif, El Eulma
19600, Setif, Algeria

⁴ Université Paris-Est Créteil Val de Marne (UPEC)/CERTES,
61 Av. du Général de Gaulle, 94010 Créteil Cedex, France

The date palm tree is an important multi-purpose tree cultivated in various arid and semi-arid regions of the world, with an average age of about 100 years [3]. Algeria is a phoenicicole country with approximately 18 million date palms cultivated on an area of 169,380 hectares, mainly in southern regions [4]. This kind of trees generates large amount of waste which remains largely underutilized, and causes potential waste disposal problems. Several promising approaches were evaluated for addressing this waste problem, such as ruminant nutrition [5], bio-stimulants or bio-fertilizers to reduce the problems associated with soil organic matter deficiency [3], preparation of porous carbon [6], formulation of a new culture medium for *Lactococcus lactis*, which is a bacteria used for most mesophilic dairy starters [4]. On the other hand, the development of eco-friendly building materials using date palm waste wood or fibers has received much attention in terms of reducing raw materials and energy consumption. Agoudjil et al. [7] underlined that the date palm waste is a good candidate for the development of efficient and safe insulating materials. For this purpose, Chikhi et al. [8] developed a new biocomposite material containing date palm fibers and gypsum. The natural fibers were obtained by grinding the date palm waste wood. These authors revealed that this kind of biocomposite exhibits good thermal and mechanical performances, which allows for being suitable for thermal insulation in building. In a similar way, Benmansour et al. [9] investigated the use of new material composed of ordinary mixture (*i.e.*, Portland cement, sand and water) reinforced with date palm fibers. The authors reported that using these fibers reduces the thermal conductivity and the density of the cement-based binder. Relating to RILEM classification [10], these biocomposite materials (according to the fibers size and concentration) can satisfy both thermal and mechanical requirements of lightweight concrete.

Following these two last studies, Haba et al. [11] reported in their work that the thermophysical and mechanical investigations are not sufficient for understanding all multiphysics phenomena. In the same way, Collet et al. [12] showed that the hygrothermal behavior can strongly affect the energy efficiency of buildings. Thus, Haba et al. [11] focused their study on the investigation of the hygric properties and thermal conductivity of a new insulation material for building based on date palm concrete (DPC). One formulation was studied consisting of cement-based binder and filled with 15 wt % of short date palm fibers. This formulation showed interesting thermophysical and mechanical properties [9]. The authors revealed that this biocomposite is a permeable material to water vapor due to its microstructure, where the water vapor resistance factor is very low compared to traditional building materials such as solid concrete and aerated autoclaved concrete. Furthermore, this formulation showed hygroscopic behavior of type II (according to the IUPAC

classification of sorption isotherms), which can mainly contribute to moderate the indoor relative humidity variations, and consequently ensuring the comfort of occupants and reducing the energy consumption. Besides to these results, Chennouf et al. [13] revealed that DPC composite is classified as hygroscopic and breathable material with excellent moisture buffering capacity.

In contrast, natural fiber reinforced concretes can undergoes significant alterations that often have an adverse consequences on their properties [14]. Walker et al. [15] evaluated the resistance of hemp-lime concretes to 5% NaCl solution by comparing the compressive strength of concretes before and following one-month exposure. They revealed that sodium chloride exposure does not appear to damage the compressive strength. Moreover, an increase in weight of the material was observed due to the crystallization of salt within the pores. Other investigation on the durability of cement composites reinforced with natural fibers (coir and sisal) were conducted by Ramakrishna et al. [2]. These authors revealed that compressive and flexural strength of natural fiber reinforced mortar using corroded fibers (*i.e.*, after exposing to alkaline mediums) is less to the strength of the mortar (*i.e.*, without fibers) and to the mortar reinforced with dry natural fibers.

This work is a part of bilateral project concerning the study of the potential of using date palm wood as building material. Hence, our past research activities on date palm fibers reinforced concretes were focused only on thermo-physical, mechanical and hygrothermal properties. Nevertheless, to the best of our knowledge, no thorough investigation have been carried out so far on the durability of construction materials based on mortar reinforced with the date palm wastes. Therefore, in the present paper, we focused on the study of the durability of date palm concrete (DPC). The performance of several formulation (swelling, drying shrinkage, weight change, compressive strength and volume change) was studied after exposing to various environments.

Materials and Experiment

Materials

The material of this study is a biocomposite consisting of various concentrations (Table 1) of Portland cement (CPJ-CEM II/A 42.5), sand, water and short date palm fibers (DPF). The used fibers were obtained from the oasis of Biskra (Algeria), where the date palm waste wood (*i.e.*, petiole and rachis) are dried under natural conditions and grinded into a crusher to produce small fibers of maximum length 5 cm and mean diameter 3 mm. The thermophysical and dielectric properties, the morphology and the chemical

Table 1 Weight concentration of DPC components

Mixture	Cement (wt %)	Sand (wt %)	DPF (wt %)	W/C
Pure mortar	73	27	00	0.35
DPC-5	69	26	05	0.42
DPC-10	66	24	10	0.54
DPC-15	62	23	15	0.68

W/C: water-to-cement ratio

composition of the used date palm wood were also investigated and presented in our previous work [7].

The composites were prepared by mixing cement, sand (with maximum size of 5 mm) and several weight fractions of palm fibers (0, 5, 10 and 15%) in a mixer (40 turn/min) during 5 min. Dry mixing was first carried out to homogenize the components, and tap water (7.7 pH) was then added gradually; then, the mixture was poured into several molds (cubic: 150 mm × 150 mm × 150 mm; and prism: 40 mm × 40 mm × 160 mm), and a manual compaction was performed using a steel rod. The water to cement ratio used was obtained experimentally and depends on the used constituents as well as the presence of fibers; this ratio leads to the production of homogeneous pastes, no overload in water, easy to work and can easily be molded, as reported by [9, 11]. The curing process of the samples was performed firstly in open air during 48 h in the molds, and 28 days after demoulding at room temperature. Next, the samples were dried at 70 °C using an oven until weight stabilization. The thermophysical and mechanical properties of date palm concrete (DPC) mixes were also investigated and discussed in previous work [9].

Open Porosity

Porosity is a very important physical parameter which may affect both hygric and thermal properties of building materials [11]. Open porosity is widely used to investigate the open void content of building materials. The measurement of open porosity was performed using hydrostatic weighing method (NF ISO 5017: 2013-05). Dry samples (40 mm × 40 mm × 50 mm) were placed in desiccators and air was evacuated during around 1.5 h using a vacuum pump. Afterward, distilled water was added until total immersion of the samples. The open porosity of DPC can be then deduced using three weight measurements: (i) dry weight (W_s), (ii) saturated weight obtained by weighing in air (W_2) and (iii) saturated weight obtained by hydrostatic weighing (W_1). The open porosity can be expressed using the following equation:

$$Nt = \frac{(W_2 - W_s)}{(W_2 - W_1)} \quad (1)$$

Resistance to Swelling by Immersion Test

To investigate the swelling of DPC, an experience was performed according to the standard XP P 13-901. The measurement is based on immersion of DPC samples (40 mm × 40 mm × 160 mm of dimension) in water (at 23 °C) during 96 h, and then drained for about 10 min at room temperature. For each mix, length variation of three samples was carefully measured with 0.01 mm of accuracy. The swelling rate (%) can be expressed using the following equation:

$$\Delta L_s = \frac{(L_1 - L_0)}{L_0} \times 100 \quad (2)$$

where L_0 , L_1 : length of the tested sample before and after immersion in mm, respectively.

Resistance to Drying Shrinkage and Density Changes

The curing process of DPC mixes was performed in open air during 48 h in the molds and during 28 days after demoulding, as we mentioned previously. The weight loss was measured periodically with 1 mg of accuracy. During this period of time, the drying shrinkage of the DPC was investigated using the distance control method. This method allows the measurement of the distances of the samples with resolution of 0.01 mm using mechanical dial gauge extensometers located on the upper surface of the samples. The dimensions of the samples (40 mm × 40 mm × 160 mm) were carefully measured at different ages (*i.e.*, after 7, 14, 21 and 28 days, respectively). Regarding the evaluation of the density changes, the measurements were carried out on cubic samples (150 mm × 150 mm × 150 mm). The drying shrinkage (%) and density changes (%) can be determined respectively using the following equations:

$$\epsilon_{sh} = \frac{(L_0 - L_t)}{L_0} \times 100 \quad (3)$$

$$\Delta \rho = \frac{(\rho_1 - \rho_t)}{\rho_1} \times 100 \quad (4)$$

where L_0 : length of the sample after 48 h in the mold in mm, L_t : length of the sample at t day after demoulding in mm, ρ_1 : density of the sample after demoulding in kg m^{-3} , ρ_t : density of the sample at t day after demoulding in kg m^{-3} .

Resistance to Acidic Attack and Alkaline Salt Solution Exposure

With the aim to investigate the resistance of DPC to attack by sulphuric acid, saturated samples (by immersion in water) were fully soaked in sulphuric acid solution (5 wt % H_2SO_4) at room temperature. The solution was renewed at specified intervals. During the 28 days of treatment, the weight loss (%) of all DPC mixes was determined using the following equation:

$$\Delta m = \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \times 100 \quad (5)$$

where m_i : weight of the sample before immersion in chemical solution in kg, m_f : weight of the sample after immersion at specific time in kg.

Besides attack by sulphuric acid, alkalization is one of the most studied chemical treatments, which consists on treating lignocellulosic fibers in an alkaline solution in order to modify the external surface of the fiber cell wall. This chemical process can lead to improve the interfacial adhesion between fibers and the matrix. Thus, we have evaluated the compressive strength and the weight change of treated DPC mixes with sodium chloride solution (5 wt % NaCl) and sodium hydroxide solution (5 wt % NaOH). These tests were performed according to ASTM C 267-96 standard. The compressive strength was measured using a compression machine with standard NF EN 169-1, type Controlab, precision of 0.001 MPa and loading speed of 0.5 MPa per second. For each DPC mix, three cubic specimens (150 mm × 150 mm × 150 mm) were tested and average values were reported.

Resistance to Cyclic Wetting and Drying

In this part of study, the effect of DPF content was investigated to identify the DPC mixes that may minimize effects of degradation during wet-dry cycles. This kind of tests usually involves comparative analysis of the physical and mechanical performance of the composites, before and after this test.

DPC composites were dried at 60 °C for 3 days in a ventilated oven, and then they soaked in water at room temperature (23 °C) during 4 days. The dimension of the tested samples was recorded periodically during the cyclic wetting and drying, and the volume change (%) was deduced using Eq. (6). Each soak and dry set represents one cycle, which was repeated four times (*i.e.*, 4 cycles).

$$\Delta V = \frac{(V_n - V_0)}{V_0} \times 100 \quad (6)$$

where V_0 : initial volume of the sample (*i.e.*, before submitted into wet-dry cycles) in mm^3 , V_n : volume of the sample after n wet-dry cycle in mm^3 .

Results and Discussion

Open Porosity

Figure 1 shows the results of the open porosity measurements as function of fibers content. It can be seen that the open porosity of the tested composites increases with increasing fibers content, where the pure mortar exhibits the lowest value ($\approx 27\%$). In contrast, the DPC-15 showed the highest open porosity value ($\approx 51\%$). High open porosity often leads to high moisture vapor permeability and this would contribute to let the building breathe. In their study, Habab et al. [11] revealed that DPC with 15 wt % of short date palm fibers showed a high content of open pores (58%) which represents (91%) of the whole porosity. This increase in voids content may be related to the fibers porosity and also the inter-particle spaces created between fibers [11]. Besides, this formulation showed a very low water vapor resistance factor (water vapor diffusion resistance in dry point was estimated at 4.4) compared to traditional building materials as solid concrete and aerated autoclaved concrete, which exhibit high values, 130 and 10, respectively [11]. This behavior may contribute to let the building ‘breathe’ allowing water vapor to be transmitted to the outside [11].

Resistance to Swelling by Immersion Test

The test was performed by immersion of DPC samples in water during 4 days, and then the evaluation of the length variation. The water absorption up to saturation for each mix is shown in Table 2. It can be clearly observed an increase in water absorption capacity with the increase in the fibers content (from 0 wt % to 15 wt %). This behavior

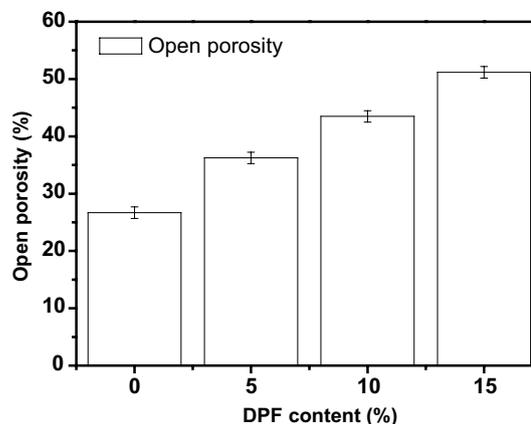


Fig. 1 Open porosity of DPC versus DPF content

Table 2 Water absorption up to saturation

Mixture	Water absorption (wt %)
Pure mortar	15
DPC-5	28
DPC-10	34
DPC-15	40

is related to the main result of the previous section, where the presence of date palm fibers within a cement-based binder allows increasing the void content within the composite.

Figure 2 illustrates the swelling evolution of DPC as function of fibers content. The results reveal that the swelling increases with increasing fibers content. The rates of swelling of all DPC mixes are ranged between 0.4% and 0.98%. The lowest value of swelling corresponds to pure mortar (0.4%), whereas the highest value corresponds to 15 wt % of fibers content, with an increase of about 145% compared to pure mortar. The swelling registered in this study can be attributed to the effect of water on the physicochemical properties of the cement-based binder and on the variation in fibers dimension. In fact, the hydrophilic character of DPF can lead them to absorb water, and the swelling of the fibers may push the matrix away, at least at micro-level. Similar behavior was observed by Taalah et al. [16] for compressed earth blocks filled by date palm fibers (natural fibers that pulled out from trunk of male date palm tree in Algeria). Their study revealed that there is a general decrease in the total absorption of the blocks, and therefore in the swelling rate with increasing cement content and decreasing palm fibers content. The highest palm fibers content tested was 0.2%, whereas the highest swelling rate was 0.53%.

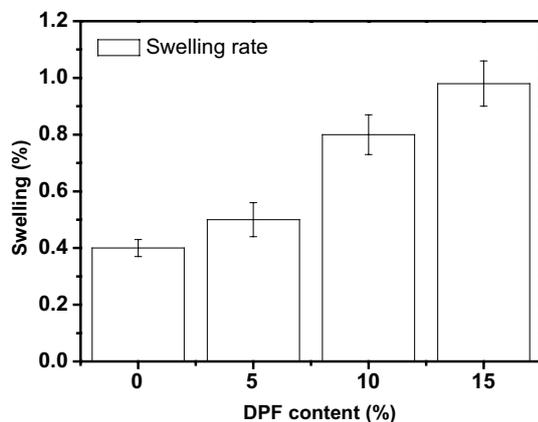


Fig. 2 Swelling by immersion test as function of DPF content

Resistance to Drying Shrinkage and Density Changes

The drying shrinkage of concrete during drying is a source of residual stress and cracks [17], thus, the reduction of shrinkage is strongly recommended. Various admixtures such as silica fume, carbon fibers, and liquid chemicals have been used to reduce the drying shrinkage [17].

In contrast, the using of natural date palm fibers can also contribute to solve this problem as is shown in Fig. 3. Indeed, we can clearly see that the samples shrinkage which result of water loss increase with the increase of the drying days. The results show also that for the same drying days the shrinkage decreases strongly with the increase of the date palm fibers in cement matrix. In fact, the higher the fibers content the smaller the drying shrinkage of DPC mixes. For example, after 28 days the value of drying shrinkage of pure mortar (0.7%) is higher than for DPC with 15 wt % of fibers contents (0.2%). This shows that adding more date palm fibers contributes to better shrinkage prevention. These results are in accordance with those observed by Ozerkan et al. [18, 19], where using maximum palm fibers ratio of 2 wt % have shown an effect on drying shrinkage of mortar. This probably related to the physical properties of the natural palm fibers.

Figure 4 shows the density values of pure mortar and the DPC mixes measured at different ages (i.e., after 7, 14, 21 and 28 days). It is clear that DPC samples filled with natural fibers exhibit a low density compared to the pure mortar. Indeed, this is due to the porosity of the fibers which affect the samples weight, and therefore their density. We notice that the density of pure mortar decreases of 6% at 28 days of age. This decrease is significant with the increasing of fiber content. Indeed, for DPC-15 sample, the density decreases by 27% compared to the pure mortar. This indicates that the presence of natural date palm fibers increases the matrix porosity, and therefore leads to high water loss.

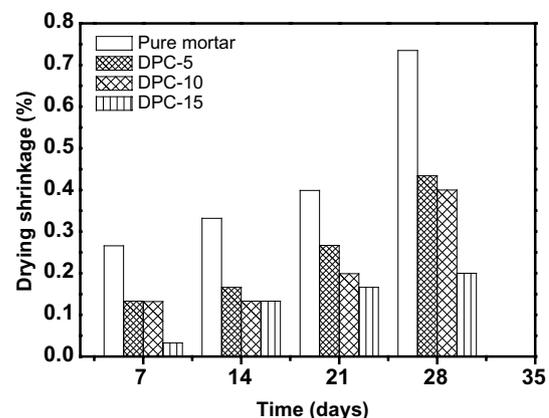


Fig. 3 Drying shrinkage of DPC

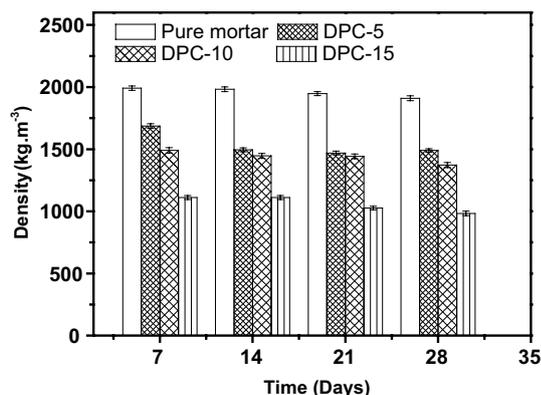


Fig. 4 Density of DPC mixes

Resistance to Chemical Mediums

Attack by Sulphuric Acid

Sulphuric acid is corrosive, and concrete is susceptible to acid attack due to its high alkalinity. Complex chemical reactions can be occurred and eventually leads to the disintegration of concrete and strength loss. Although, other solutions can be used for neutralization of chemical attacks [20–22], the green corrosion inhibitors have received much attention in the recent years. In our case, the effect of sulphuric acid exposition on the properties of DPC was identified in terms of weight loss for different ages. The results are presented in Fig. 5, where it is clear that the pure mortar exhibit a higher weight loss as function of exposition time compared to DPC samples. Indeed, we notice that the increase of natural fibers content in DPC composites allow to reduce the weight loss. In fact, after 28 days of sulphuric acid exposition, we notice 1.33% of weight loss for DPC-15 compared to 1.55% and 16.34% for DPC-10 and DPC-5, respectively.

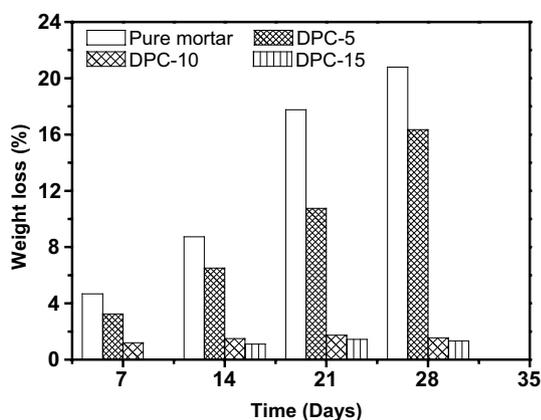


Fig. 5 Weight loss of DPC versus time of immersion in acid

Consequently, using natural date palm fibers in cement based binder can offer better durability performance for resisting the attack by sulphuric acid. This results is in agreement with the work of Ji et al. [21, 23] revealed that natural products are a great source of organic compounds, contain organic moieties that are rich in oxygen and nitrogen atoms as well as aromatic rings, which meet with the fundamental requirements of a good inhibitor.

Alkali Treatment

The effect of alkali treatment on the compressive strength of DPC was investigated using sodium chloride and sodium hydroxide solutions. The alkaline solutions exposure during 28 days does not appear to damage the compressive strength and this for each DPC mix, as shown in Fig. 6. Similar behavior was reported by Walker et al. [15] for hemp-lime concretes exposed during 1 month to sodium chloride. On the other hand, the decrease in compressive strength with the date palm fibers content was well discussed and analyzed by Benmansour et al. [9] for untreated composites. These authors reported that the reasons for this reduction can be related to: (i) the low mechanical strength of the inclusions, (ii) the increase of the porosity in the matrix due to air entrainment, and (iii) the poorer fibers/matrix adhesion. In fact, the recorded increase in compressive strength of the pure mortar (mix without fibers) following salt exposure can be attributed to the additional hydration due to the presence of water, and to salt crystallization within the pores that makes them denser. Besides to that, the increase in compressive strength is higher for samples exposed to sodium hydroxide compared to those exposed to sodium chloride (Table 3).

For example, DPC-15 samples treated with sodium chloride showed an increase in compressive strength of about 47%, while, those treated with sodium hydroxide exhibited

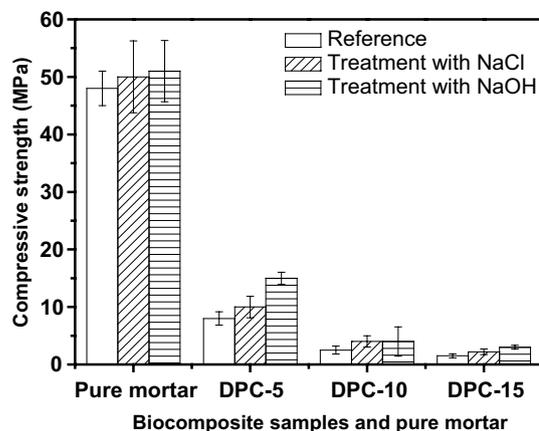
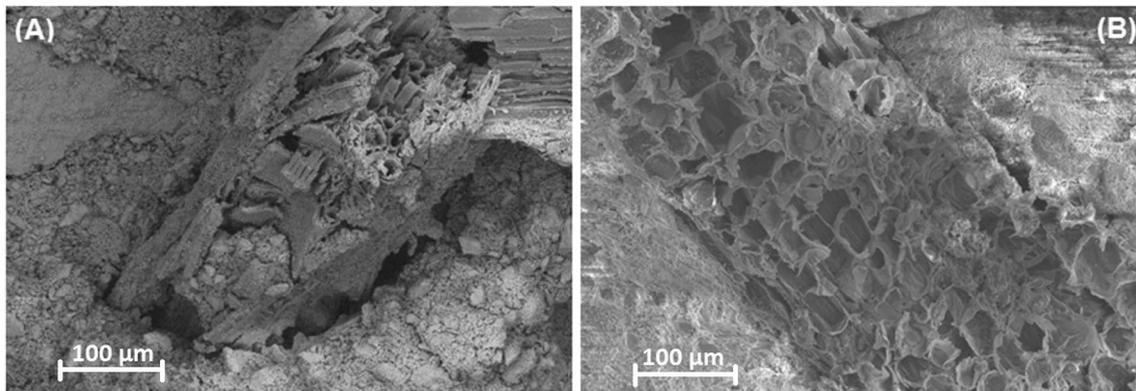


Fig. 6 Compressive strength of DPC

Table 3 Compressive strength results

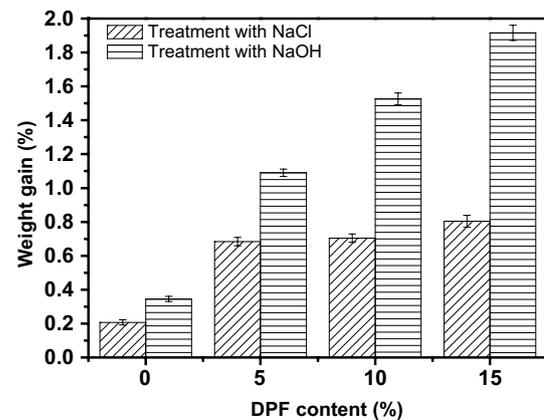
Mixture	Reference (MPa)	Treatment with NaCl (MPa)	Increase in compressive strength (%)	Treatment with NaOH (MPa)	Increase in compressive strength (%)
Pure mortar	48	50	4	51	6
DPC-5	8	10	25	15	88
DPC-10	2.5	4	60	4	60
DPC-15	1.5	2.2	47	3	100

**Fig. 7** SEM images of interfacial bonding DPF-matrix without alkali treatment (a), and with alkali treatment (b)

an increase of 100%. Besides to the additional hydration of cement, the presence of salt may contribute in modifying the natural fiber surface properties with a level depending on the type of salt (sodium hydroxide or sodium chloride), which leads to improve the adhesion with the matrix.

In this context, it is important to indicate that the main drawback associated with cellulose fibers in cement application is the compatibility between both phases [24]. Thus, high degree of adhesion between fibers and matrix is desired in order to obtain the best mechanical properties [25]. Alkali treatment is one of the most common methods employed for enhancing the interfacial bonding. Alkali treatment has been reported to improve the interfacial adhesion between the fiber and matrix [18], whereas, the sodium hydroxide is the most commonly used chemical for that purpose. Oushabi et al. [26] reported in their study that alkali treatment allows the elimination of major parts of lignin and hemi-cellulose of date palm fibers. Besides, date palm fibers treated with a 5 wt % NaOH solution were found to give optimum tensile strength, while 10 wt % NaOH results in surface damage of the fibers and consequently a decrease of their tensile strength [26].

In the present study, the increase in compressive strength following alkali treatment (5 wt % NaOH) can be attributed to many reasons: (i) additional hydration of cement-based binder due to the presence of water; (ii) surface modification of date palm fibers due to the presence of salt (containing

**Fig. 8** Weight change of DPC

impurities and some components expected to be residual lignin [7]), which consequently leads to reshape and improve the interfacial bonding between fibers/matrix (Fig. 7); and probably also (iii) salt crystallization.

All DPC biocomposites presented in Fig. 8 showed weight increase with fibers content, probably due to both the presence of salt and additional hydration. Similar behavior was observed by Walker et al. [15] for hemp-lime concretes, where the studied mixes showed an increase in weight due to the crystallization of sodium chloride within

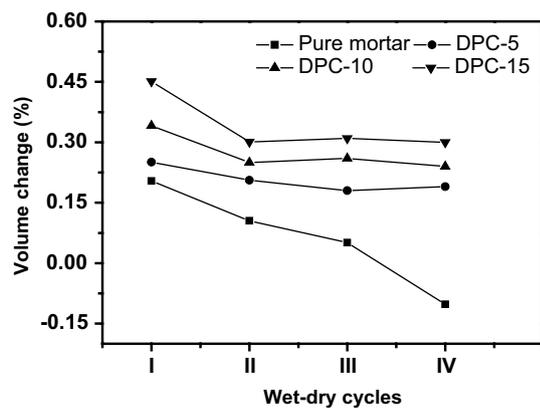


Fig. 9 Volume change of DPC mixes during wet-dry cycles

their pores. Besides, the hemp-lime concretes with smaller pores exhibited higher salt contents, and this is due to the small pores, which facilitate salt crystallization. These authors reported that chlorides preferentially crystallized in small pores ranging between 0.1 and 1 μm .

The crystallization of sodium chloride within the DPC seems less significant compared to sodium hydroxide. For example, the weight gain of DPC-15 is 1.9% for samples treated with sodium hydroxide, compared to 0.8% for samples treated with sodium chloride. This difference can be attributed to the pores size within the DPC mixes.

Resistance to Cyclic Wetting and Drying

Cyclic wetting and drying was performed to evaluate the effect of DPF content on minimizing the degradation of DPC mixes. Figure 9 shows the volume change of DPC biocomposites during wet-dry cycles. It can be seen that the volume change of all samples decreases during the two first cycles. However, fibers act as a stabilized agent against volume change after the second cycle as shown for DPC-5, DPC-10 and DPC-15. The volume change of these mixes is estimated at about 0.2, 0.25 and 0.3%, respectively. In contrast, shrinkage can be occurred during the drying process and DPC samples showed a significant resistance against the shrinkage. This trend is in agreement with that shown in “Resistance to Swelling by Immersion Test” section, where the value of adding more fibers contributes to better shrinkage prevention. On the other hand, the increase in fibers content leads to increase the volume change of the composites, probably related to the swelling of DPF due to their hydrophilic behavior during the wetting process. This finding is in agreement with that reported in “Open Porosity” section, where the swelling rate did not exceed 1%.

Conclusion

The present study aims to investigate the durability of the palm fiber wastes reinforced concrete. The results indicate that the performance of the composites increases with the increase of date palm fibers content in the cement mortar. The presence of natural palm fibers improves the porosity of the system. This allows increasing the moisture vapor permeability of the material, and therefore probably would contribute to let the building breath. In the same way, the natural fibers affected the water absorption capacity, and therefore the swelling behavior of the composite. However, the swelling rate recorded in the present study did not exceed 1% for the tested range of fibers. The obtained results show also that adding date palm fibers contributes towards reducing drying shrinkage of concrete, hence allows better shrinkage prevention, and consequently reduced the cracking problems. In addition, the increase of the fibers loading allows reducing the effect of the sulphuric acid attack and this can be attributed to their organic composition. Moreover, the enhancement of compressive strength after alkali treatment can be attributed to many reasons, and probably to the surface modification of fibers, which consequently leads to improve the interfacial bonding between fiber/matrix. Likewise, significant resistance to cyclic wetting and drying is observed, which mainly associated to the presence of date palm fibers. Finally, considering the highly availability and the low cost of date palm waste, their incorporation with limited amount (5 wt % to 15 wt % to maintain sufficient structural and insulating properties) in mineral binder to produce eco-friendly composites can be regarded as a valuable contribution towards durable construction.

Acknowledgements This research was conducted with financial support of PHC TASSILI Project 16MDU976.

References

1. Moreira, A., Antonio, J., Tadeu, A.: Lightweight screed containing cork granules: mechanical and hygrothermal characterization. *Cem. Concr. Compos.* **49**, 1–8 (2014)
2. Ramakrishna, G., Sundararajan, T.: Studies on the durability of natural fibers and the effect of corroded fibers on the strength of mortar. *Cem. Concr. Compos.* **27**, 575–582 (2005)
3. Abid, W., Magdich, S., Ben Mahmoud, I., Medhioub, K., Ammar, E.: Date palm wastes co-composted product: an efficient substrate for tomat (*Solanum lycopersicum* L.) seedling production. *Waste Biomass Valor.* **9**, 45–55 (2018)
4. Ras El Gherab, F.Z., Hassaine, O., Zadi-Karam, H., Karam, N.E.: Statistical optimization for the development of a culture medium based on the juice of waste-dates for growth of *Lactococcus lactis* LCL strain by using the Plackett–Burman and response surface methodology. *Waste Biomass Valor.* (2018). <https://doi.org/10.1007/s12649-018-0283-0>

5. Rajae Rad, A., Ahmadi, F., Mohammadabadi, T., Ziaee, E., Polikarpov, I.: Combination of sodium hydroxide and lime as a pretreatment for conversion of date palm leaves into a promising ruminant feed: an optimization approach. *Waste Biomass Valor.* **6**, 243–252 (2015)
6. Reddy, K.S.K., AlShoaibi, A., Srinivasakannan, C.: Activated carbon from date palm seed: process optimization using response surface methodology. *Waste Biomass Valor.* **3**, 149–156 (2012)
7. Agoudjil, B., Benchabane, A., Boudenne, A., Ibos, L., Fois, M.: Renewable materials to reduce buildings heat loss: characterization of date palm wood. *Energy Build.* **43**, 491–497 (2011)
8. Chikhi, M., Agoudjil, B., Boudenne, A., Gherabli, A.: Experimental investigation of new biocomposite with low cost for thermal insulation. *Energy Build.* **66**, 267–273 (2013)
9. Benmansour, N., Agoudjil, B., Gherabli, A., Kareche, A., Boudenne, A.: Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building. *Energy Build.* **81**, 98–104 (2014)
10. RILEM: Functional classification of lightweight concretes. *Mater. Struct.* **11**, 281–282 (1978)
11. Haba, B., Agoudjil, B., Boudenne, A., Benzarti, K.: Hygric properties and thermal conductivity of a new insulation material for building based on date palm concrete. *Constr. Build. Mater.* **154**, 963–971 (2017)
12. Collet, F., Pretot, S.: Thermal conductivity of hemp concretes: variation with formulation, density and water content. *Constr. Build. Mater.* **65**, 612–619 (2014)
13. Chennouf, N., Agoudjil, B., Boudenne, A., Benzarti, K., Bouras, F.: Hygrothermal characterization of a new bio-based construction material: concrete reinforced with date palm fibers. *Constr. Build. Mater.* **192**, 348–356 (2018)
14. Glasser, F.P., Marchand, J., Samson, E.: Durability of concrete: degradation phenomena involving detrimental chemical reactions. *Cem. Concr. Res.* **38**, 226–246 (2008)
15. Walker, R., Pavia, S., Mitchell, R.: Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes. *Constr. Build. Mater.* **61**, 340–348 (2014)
16. Taallah, B., Guettala, A., Guettala, S., Kriker, A.: Mechanical properties and hygroscopicity behavior of compressed earth block filled by date palm fibers. *Constr. Build. Mater.* **59**, 161–168 (2014)
17. Xu, D.D.L.C.: Reducing the drying shrinkage of cement paste by admixture surface treatments. *Cem. Concr. Res.* **30**, 241–245 (2000)
18. Ozerkan, N.G., Ahsan, B., Mansour, S., Iyengar, S.R.: Mechanical performance and durability of treated palm fiber reinforced mortars. *Int. J. Sustain. Built Environ.* **2**, 131–142 (2013)
19. Toledo Filho, R.D., Ghavami, K., Sanjuan, M.A., England, G.L.: Free, restrained and drying shrinkage of cement mortar composites reinforced with vegetable fibres. *Cem. Concr. Compos.* **27**, 537–546 (2005)
20. de Andrade Silva, F., Dias Toledo Filho, R., de Almeida Melo Filho, J., de Moraes Rego Fairbairn, E.: Physical and mechanical properties of durable sisal fiber–cement composites. *Constr. Build. Mater.* **24**, 777–785 (2010)
21. Cizer, Ö., Elsen, J., Feys, D., Heirman, G., Vandewalle, L., Van Gemert, D., De Schutter, G., Desmet, B., Vantomme, J.: Microstructural changes in self-compacting concrete by sulphuric acid attack. Presented at 13th ICCI International Congress on the Chemistry of Cement, Madrid, Spain (2011)
22. Juarez, C., Duran, A., Valdez, P., Fajardo, G.: Performance of “Agave lecheguilla” natural fiber in portland cement composites exposed to severe environment conditions. *Build. Environ.* **42**, 1151–1157 (2007)
23. Ji, G., Anjum, S., Sundaram, S., Prakash, R.: Musa paradisica peel extract as green corrosion inhibitor for mild steel in HCl solution. *Corros. Sci.* **90**, 107–117 (2015)
24. Tonoli, G.H.D., Rodrigues Filho, U.P., Savastano, H., Bras, J., Belgacem, M.N., Rocco Lahr, F.A.: Cellulose modified fibres in cement based composites. *Composites A* **40**, 2046–2053 (2009)
25. Al-Khanbashi, A., Al-Kaabi, K., Hammami, A.: Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: fiber characterization. *Polym. Compos.* **26**, 486–497 (2005)
26. Oushabi, A., Sair, S., OudrhiriHassani, F., Abboud, Y., Tanane, O., El Bouari, A.: The effect of alkali treatment on mechanical, morphological and thermal properties of date palm fibers (DPFs): study of the interface of DPF-polyurethane composite. *S. Afr. J. Chem. Eng.* **23**, 116–123 (2017)

Publisher's Note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Titre de thèse: Durabilité et dégradation des composites bio-sourcés à base de bois de palmier dattier

Option: Science des matériaux.

Auteur: KARECHE Abdelhak.

Mots clés: Bois de palmier dattier, bâtiment, matériaux bio-sourcés, durabilité, dégradation.

Adresse: Université Batna 2, 53, Route de Constantine. Fésdis, Batna 05078, Algérie & Laboratoire de Physique Energétique Appliquée (LPEA), Université Hadj Lakhdar Batna, 1, rue Boukhrouf Med El Hadi, 05000 Batna, Algérie.

Résumé:

L'objectif principal de ce travail consiste à contribuer à la valorisation des ressources naturelles et locales, tels que le bois de palmier dattier et le mortier de ciment, afin de les intégrer dans le domaine de l'isolation thermique des bâtiments. Cette thèse porte donc sur l'étude expérimentale des propriétés de durabilité et de dégradation du composite bio-sourcé préparé par le mélange de mortier de ciment et de fibres de bois de palmier dattier dont l'objectif est de l'utiliser dans les applications de l'isolation thermique des bâtiments. Le bois de palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) récolté des oasis de Laghrou (Biskra-Algérie) a été utilisé sous forme des fibres fines, avec un diamètre moyen de 3 mm. Les résultats obtenus montrent que le composite renforcé par les fibres de palmier dattier est caractérisé par nombreux avantages: la légèreté, bonne stabilité dimensionnelles, résistance acoustique, la faible conductivité thermique, thermogravimétries claires et la résistance favorable à la compression et à la flexion. En outre, l'influence de la concentration des fibres sur les propriétés physique, mécaniques et thermiques du composite est plus significative avec les concentrations élevées des fibres. En effet, pour les concentrations de fibres égales à 10% et à 15%, en ce qui concerne la durabilité, les composites satisfait toujours les exigences thermiques et mécaniques des matériaux de construction et ils pourraient être utilisés comme des matériaux composites bio-sourcés pour l'efficacité énergétique dans l'habitat. Cependant, le mortier de ciment sans fibres, et celui qui contiens des faibles quantités de fibres (5 %) n'ont pas pu résister aux différents types de dégradation.

Report title: Durability and degradation of bio-sourced composites based on date palm wood

Keywords: Date palm wood, building, bio-sourced materials, durability, degradation.

Abstract:

The main objective of this work is to contribute to the valorization of natural and local resources, such as date palm wood and cement mortar, in order to integrate them in the field of thermal insulation of buildings. This thesis focuses on the experimental study of the durability and degradation properties of the bio-sourced composite prepared by mixing cement mortar and date palm fibers for use in thermal insulation applications for thermal buildings. Date palm wood (*Phoenix dactylifera L.*) harvested from oases of Laghrou (Biskra-Algeria) was used in the form of fine fiber, with an average diameter of 3 mm. The results obtained show that the composite reinforced with date palm fiber has many advantages: lightness, good dimensional stability and acoustic resistance, low thermal conductivity, clear thermogravimetry and favorable compressive and flexural strengths. In addition, the influence of fiber content on the physical, mechanical and thermal properties of the composite is more significant with the high fiber concentrations. Indeed, for fiber concentrations equal to 10% and 15%, from point of view of durability, the composites have always maintained their thermal and mechanical requirements of the building materials and they could be used as bio-sourced composite materials for energy efficiency in the habitat. However, the cement mortars are without the fibers, and that it introduced small amounts of date palm fibers (i.e. 5%) cannot resist to different types of degradation.

عنوان الرسالة: متانة وتدهور المركبات العضوية الحيوية ذات قواعد خشب النخيل

الكلمات المفتاحية: خشب النخيل المثمر ، البناء ، المواد الحيوية ، المتانة ، التدهور

الملخص:

الهدف الرئيسي من هذا العمل هو المساهمة في تقييم الموارد ذات المصدر الطبيعي والمحلي ، مثل خشب نخيل والأسمنت ، لتشكيل منهم مركبات صلبة لتوظيفها في مجال العزل الحراري للسكنات ويرتكز هذا العمل على دراسة العوامل الأساسية للمتانة وأسباب التدهور تلك المركبات. وقد حصلنا على النتائج الدراسات التطبيقية التي جرت على تلك المركبات أن هناك تحسينات كبيرة على خصائصها الفيزيائية والميكانيكية والحرارية مثل الخفة في الوزن ، الاستقرار في الإبعاد أثناء تعرضهم للحرارة، معامل الناقل للحرارة، مقاومة الصوت، وضوح التحليل الحراري القياسي، المقاومة الملائمة أثناء تعرضهم لقوة الضغط او الانحناء. وكما يمكن لهاته المركبات خاصة التي تحتوي على نسب ضئيلة أو المنعدمة تماما من الألياف النخيل قد تتعرض إلى التدهور عكس المركبات التي تحتوي على نسب عالية من الألياف وهذا في خصائصها السالفة الذكر أثناء تعرضها للأوساط الحمضية أو دورات الترطيب والتجفيف وكذلك درجات الحرارة العالية.