République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ YAHIA FARES MEDEA

Faculté De Technologie

Département de génie mécanique

Thèse présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES en génie mécanique

Par

Amina LACHENANI

THÈME

Elaboration et Etude d'un Matériau Composite à Fibres Cellulosiques, d'une Matrice Organique (PVC) et d'une Matrice Minérale (Mortier de Ciment)

Soutenue le 15/01/2024 devant le Jury:

Farid DEBIEB	Professeur	Univ. Médéa	Président
Zoubida CHEMAT	Professeur	Univ. Blida 1	Examinateur
Smain BENYAMINA	MCA	Univ. Khemis Miliana	Examinateur
Ilyes IRKI	MCA	C.Univ. Tipaza	Examinateur
Mohamed BENTCHIKOU	Professeur	Univ. Médéa	Directeur de thèse
Salah HANINI	Professeur	Univ. Médéa	Co-Directeur
Maamar LAIDI	Professeur	Univ. Médéa	Invité

2024

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier en premier lieu Allah, le Tout Puissant, de m'avoir donné autant de courage, de patience et de volonté pour atteindre ce but. Je remercie très vivement les membres de ma famille pour leur compréhension, encouragement et aide pendant toute la période de préparation de cette thèse.

A mon directeur de thèse Monsieur Mohamed Bentchikou, Professeur de l'Université de Médéa, Je tiens à le remercier pour avoir dirigé cette étude et m'avoir fait partager son savoir faire et sa rigueur scientifique, ainsi que ses multiples compétences. Qu'il soit assuré de toute ma gratitude et ma reconnaissance.

A mon co-directeur de thèse Monsieur Salah Hanini, Professeur de l'Université de Médéa Je tiens à le remercier pour m'avoir guidé avec perspicacité tout au long de ces années. sa disponibilité, son encadrement, sa rigueur scientifique, son attention et son soutien sont, sans doute, les éléments majeurs qui m'ont permis de mener à bien cette thèse.

Je remercie Monsieur Maamar Laidi, Professeur à l'université de Médéa, qui a apporté une précieuse contribution à la révision de mon travail de recherche. Votre expertise et votre soutien ont été d'une aide inestimable.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Monsieur Farid Debieb Professeur de l'Université de Médéa, d'avoir accepté l'examen de ce travail et d'avoir accepté la présidence du jury de cette thèse.

Je remercie vivement Madame Zoubida Chemat, Professeur de l'Université de Blida1, Monsieur Smain Benyamina, Maître de conférences de l'université de Khemis Miliana, Monsieur Ilyes Irki, Maître de conférences du centre universitaire de Tipaza, d'avoir accepté de faire partie du jury d'évaluation de cette thèse, pour leur déplacement et le temps qu'ils ont consacré à l'examen et à la critique de ce document.

ملـخص

في هذه الدراسة ، درسنا مادتين مركبتين مبتكرتين ، تم تطويرهما من خلال الجمع بين الألياف السليلوزية والمصفوفات المعدنية أو العضوية. المادة الأولى عبارة عن خليط من الألياف السليلوزية وملاط الأسمنت ، بينما المادة الثانية عبارة عن خليط من الألياف السليلوزية والـ PVC. كان هدفنا هو توصيف خصائص هذه المواد من خلال إجراء الاختبارات الميكانيكية والحرارية والكهربائية والفيزيائية الكيميائية، ثم نمذجة النتائج التجريبية.

بالنسبة للمركب الأول المُصنع :أظهرت النتائج المُحصل عليها أن تعزيز ملاط الأسمنت بالألياف يؤدي إلى انخفاض في كثافته، وبالتالي انخفاض مقاومته للضغط، وزيادة مساميته، وبالتالي زيادة قدرته على امتصاص الماء .علاوة على ذلك، أظهرت ملاط الأسمنت المُعززة بالألياف بنسبة 5% أفضل مقاومة للانثناء، مع تحسن بنسبة 26% عند تطبيق حمولة استخراج ماء 8 كجم .أدت النمذجة الرياضية لديناميكيات عملية التجفيف إلى تحديد نموذج MR9 كأفضل نموذج مناسب للبيانات التجريبية، حيث يتميز بأعلى قيمةR^2 ، والتي تصل إلى 0.9996، وأقل خطأ مطلق متوسط (MAE) يقدر بـ 0.41.%

بالنسبة للمركب الثاني المدروس (مصفوفة PVC وألياف السليلوز من ليفة اللوف) : أظهرت خطة التجربة المُعدّة أن نسبة الألياف تؤثر على استجابات IPD و FPE وPR .علاوة على ذلك، هناك تفاعل هام بين العاملين التاليين : درجة الحرارة و نسبة الألياف.

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة ، الألياف السليلوزية ، المصفوفة المعدنية / العضوية ، التجريب ، النمذجة.

Résumé

Dans cette étude, nous avons examiné deux matériaux composites innovants, qui ont été développés en combinant des fibres cellulosiques avec des matrices minérales ou organiques. Le premier matériau est un mélange de fibres cellulosiques et de mortier de ciment, tandis que le second est un mélange de fibres cellulosiques et de PVC. Notre objectif était de caractériser les propriétés de ces matériaux en effectuant des essais mécaniques, thermiques, électriques et physico-chimiques, puis de modéliser les résultats expérimentaux.

Pour le premier composite élaboré. Les résultats obtenus montrent que le renforcement des mortiers de ciment avec les fibres induit une diminution de leurs masses volumiques et par conséquent des résistances à la compression ainsi qu'une augmentation de leur porosité et donc de leur capacité d'absorption en eau. De plus, les mortiers renforcés des fibres aux taux de 5%, montrent les meilleures résistances à la flexion avec une amélioration de 26% en appliquant une charge d'extraction d'eau de 8 kg.

La modélisation mathématique de la cinétique du processus de séchage a conduit à l'identification du modèle MR9 comme le plus approprié aux données expérimentales, se distinguant par la valeur la plus élevée de R^2, atteignant 0,9996, et la plus faible erreur absolue moyenne (MAE) évaluée à 0,41 %.

Concernant le second composite étudié (matrice PVC et fibres cellulosique de la luffa cylindrica) le plan d'expérience établi a montré que le pourcentage de fibres influence les réponses IPD, FPE et PR. De plus, il existe une interaction significative entre les deux facteurs suivants : la température et le pourcentage de fibres.

Mots–clés: matériaux composites, fibres cellulosiques, matrice minérale/organique, expérimentation, modélisation.

Abstract

In this study, we examined two innovative composite materials that were developed by combining cellulosic fibers with mineral or organic matrices. The first material is a mixture of cellulosic fibers and cement mortar, while the second is a mixture of cellulosic fibers and PVC. Our objective was to characterize the properties of these materials by conducting mechanical, thermal, electrical and physico-chemical tests and then modeling the experimental results.

The results obtained demonstrate that the reinforcement of cement mortars with fibers leads to a decrease in their bulk densities and consequently in their compressive strengths, as well as an increase in their porosity and thus their water absorption capacity. Moreover, the fiber-reinforced mortars at 5% rates exhibit the best flexural strengths, with a 26% improvement when applying an 8 kg water extraction load.

The mathematical modeling of the drying process kinetics led to the identification of the MR9 model as the most suitable for the experimental data, distinguished by the highest R^2 value, reaching 0.9996, and the lowest mean absolute error (MAE) evaluated at 0.41%.

Regarding the second composite studied (PVC matrix and cellulose fibers from luffa cylindrica), the experimental design established showed that the fiber percentage influences the IPD, FPE, and PR responses. Furthermore, there is a significant interaction between the two factors: temperature and fibers percentage.

Keywords: composite materials, cellulosic fibers, mineral/organic matrix, experimentation, modeling.

Table des matière

Remerciements _____ i

ملخص _____ ii

Résumé _____ iii

Abstract _____ iv

Table des matière _____ v

Liste des tableaux _____ vii

Liste des figures _____ ix

Introduction générale _____ 1

Chapitre 1 : Etat de l'art sur les matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosique _____ 4

1.1.Introduction _____ 4

1.2 Composition et types de matériaux composites _____ 5

1.2.1 Composition _____ 5

1.2.2 Types de matériaux composites _____ 6

1.2.2.1 Les composites renforcés par des particules _____ 6

1.2.2.2 Les composites renforcés par des fibres _____ 7

1.2.2.3 Les composites structuraux _____ 7

1.2.3 Composition de matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosiques _____ 8

1.2.3.1 Types de matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosiques 9

1.2.3.1.1 Les composites ciment-fibre _____ 9

1.2.3.1. 3 Les composites argile-fibre _____ 10

1.2.3.2 Les matrices _____ 10

1.2.3.3 Les renforts (ou fibres) _____ 11

1.2.3.4 Fibres naturelles végétales _____ 12

1.2.3.4.1 Fibre libérienne 13
1.2.3.4.2 Fibre de feuille 13
1.2.3.4.3 Fibre de graines 13
1.2.3.4.4 Fibre de tige 13
1.2.3.4.5 Herbe et autres résidus de cultures à fibres 14
1.2.3.4.6 Bois et fibres spéciales 14
1.2.4 Fibres cellulosiques 14
1.2.4.1 Composition chimique des fibres cellulosiques 15
1.3 Les propriétés des composites renforcés par des fibres végétales (cas ciment/fibre) 17
1.3.1 Propriétés à l'état frais [28] 17
1.3.1.1 la consistance et la maniabilité 17
1.3.1.2 Temps de prise 17
1.3.1.3 Le retrait plastique 18
1.3.2 Propriétés à l'état durci 19
1.3.2.1 Retrait de séchage 19
1.3.2.2 Propriétés mécaniques 20
1.4. Applications techniques des composites à matrice minérale et fibres cellulosiques 22
1.5 Effet de l'application d'une pression de compactage aux materiaux cimentaire 23
1.6 Conclusion 24
Références 26

Chapitre 2 : Etat de l'art sur les matériaux composites à matrice organiques et fibres cellulosiques 34
2.1 Introduction 34
2.2 Composition et types des composites à matrice organique 35
2.2.1 Matrice PVC 36
2.2.1.1 Généralités 36
2.2.1.2 Formulation et mise en oeuvre du PVC 37
2.2.1.2.1. Préparation du chlorure de vinyle 37
2.2.1.2.2. Préparation du polychlorure de vinyl 38
2.2.1.2.3 Mélange de PVC prêt à l'emploi 39

2.2.1.3 Propriétés du PVC 42
2.2.1.3.1. Propriétés mécaniques 42
2.2.2 Les renforts 43
2.3 Propriétés des composites à matrice organiques et fibres cellulosiques 43
2.3.1 Propriétés mécaniques 44
2.3.2 Propriétés physiques et thermiques 45
2.3.3 Propriétés électriques 45
2.4 Applications techniques des composites à matrice organiques et fibres cellulosiques 46
2.5 Conclusion 47
Références 48

Chapitre 3 Elaboration et caractérisation physique et mécanique des deux composites élaborés 52
3.1 Introduction **52**
3.2 Composites à matrice minérale **53**
3.2.1 Matériaux de base nécessaire à l'élaboration des mortiers 53
3.2.1.1 Fibre de Cellulose 53
3.2.1.2 Caractérisation des granulats 53
3.2.1.2.1 Masses volumiques 53
3.2.1.2.2 Propretés des granulats 54
3.2.1.3. Caractérisation du ciment 58
3.2.1.3.1 Essais physiques 58
3.2.1.3.2. Essais mécaniques sur le ciment 58
3.2.1.4 Essais sur mortier 59
3.2.1.4.1 Mortier frais 59
3.2.1.4.2. Mortier durci 59
3.2.1.4.2.1. Essais mécaniques 59
3.2.1.4.2.2. Essai d'absorption d'eau par capillarité 61
3.2.1.4.2.3. Essai de retrait 61
3.2.1.4.2.4. Mesure des variations de masse 62

3.2.2 Organigramme des essais d'extraction de l'eau du mortier renforcé par les fibres cellulosiques 62
3.2.2.1 Planification des expériences 63
3.2.2.1.1 Déterminations du nombre des facteurs et des niveaux de chaque facteur. 63
3.2.2.1.2 Définition du plan d'expérience à utiliser 64
3.2.2.1.3 Définition de la matrice de planification 64
3.2.2.1.4 Réalisation des essais 65
3.2.2.1.5 Calcul des coefficients du modèle 65
3.2.2.1.6 Analyse des résultats par l'analyse de variance (ANOVA) 65
3.2.2.1.7 Interprétation des résultats 66
3.2.3 Essais de séchage 66
3.2.3.1. Matériels 66
3.2.3.1. Processus de séchage 68
3.3 Composites à matrice organique **69**
3.3.1 Matériaux de base nécessaire à l'élaboration 69
3.3.1.1 Préparation des fibres 70
3.3.1.2 Préparation des échantillons 71
3.3.2 Matériel de caractérisation et essais réalisés 72
3.3.2.1 Dispositifs expérimentaux 72
3.3.2.2 Conditionnement des éprouvettes 73
3.3.2.3 Essais électriques réalisés 73
3.3.2.4 Essais mécaniques réalisés 74
3.3.2.5 Essai de perte de masse surfacique 75
3.4 Conclusion **75**
Références **76**
Chapitre 4 : Résultats et discutions 78
4.1 Introduction **78**
4.2 Composites à matrice minérale **79**
4.2.1 A l'état frais 79
4.2.1.1 Extraction de l'eau du mortier renforcé par les fibres cellulosiques 79
4.2.1.2 Masse volumique des éprouvettes 81

4.2. 2 A l'état durci 82
4.2. 2.1 Masse volumique des éprouvettes 82
4.2. 2. 2 Performances mécaniques 82
4.2.3 Modélisation Mathématique et Discussion 85
4.2.3.1Modélisation de la résistance à la compression du composite 88
4.2.4 Etude du mécanisme de séchage des mortiers renforcés par les fibres cellulosiques 90
4.2.4.1 Effet de la température de séchage 91
4.2.4.2 Effet de la teneur en fibres sur la cinétique de séchage 93
4.2.4.3 Modélisation du processus de séchage 97
4.2.4.4 Évaluation des modèles les mieux ajustés 102
4.2.5 Paramètres thermodynamiques 105
4.2.5.1. Diffusivité de l'humidité (Deff) 105
4.2.5.2. L'énergie d'activation (Ea) 106
4.2.5.3. Enthalpie (ΔH) 107
4.2.5.4. Entropie (ΔS) 107
4.2.5.5. Energie libre de Gibbs (ΔG) 107

4.3 Composites à matrice organique 108
4.3.1 Matériaux de base nécessaire à l'élaboration 108
4.3.2 Essais de caractérisation des composites à matrice organique 109
4.3.2.1 Planification des essais 110

4.4 Conclusion 119

Références 121

Conclusion générale 124

Annexe A Résultats des essais sur les granulats 126

Liste des tableaux

Tableau 1. 1 Types de matériaux composites 11
Tableau 1. 2 Constituants chimiques et indice de cristallinité (IC) pour divers types de fibres. 16
Tableau 1. 3 Résistance mécanique à 28 jours des composites cimentaires renforcés de différentes fibres végétales 21
Tableau 1. 4 Effet de la saturation d'eau pendant 48 h sur la résistance mécanique 22
Tableau 2. 1 Principaux polymères utilisés comme matrice pour les composites 34
Tableau 2. 2 Principaux adjuvants pour résines et leurs rôles 41
Tableau 2. 3 Propriétés des principaux polymères utilisés en isolation électrique 44
Tableau 3. 1 Evolution de la résistance du ciment en fonction de l'âge 59
Tableau 3. 2 Facteurs et niveaux 63
Tableau 3. 3 Matrice du plan factoriel complet 64
Tableau 3. 4 Analyse de variance (ANOVA) 65
Tableau 3. 5 Composition des matériaux et proportions massiques 67
Tableau 4. 1 Facteurs et niveaux 85
Tableau 4. 2 Matrice du plan factoriel complet 86
Tableau 4. 3 Coefficients du plan factoriel complet à 23 86
Tableau 4. 4 Analyse de variance 88
Tableau 4. 5 Modèles de séchage 98
Tableau 4. 6 Performances des modèles 101
Tableau 4. 7 Comparaison avec des travaux antérieurs 104
Tableau 4. 8 Diffusivité de l'humidité 106
Tableau 4. 9 Paramètres thermodynamiques pour CF 5%, T=70 °C 107
Tableau 4. 10 Facteurs et niveaux 110
Tableau 4. 11 Matrice du plan factoriel complet 111
Tableau 4. 12 Coéfficients du plan factoriel complet à 23, Réponse IPD 112
Tableau 4. 13 Coéfficients du plan factoriel complet à 23, Réponse RT 112
Tableau 4. 14 Coéfficients du plan factoriel complet à 23, Réponse FPE 113
Tableau 4. 15 Coéfficients du plan factoriel complet à 23, Réponse PR 113

Tableau 4. 16 Analyse de variance, Réponse PR.....115
Tableau 4. 17 Facteurs et niveaux.....115
Tableau 4. 18 Matrice du plan factoriel complet.....115
Tableau 4. 19 Coefficients du plan factoriel complet à 23, Réponse IPD.....116
Tableau 4. 20 Analyse de variance, Réponse IPD.....116
Tableau 4. 21 Coefficients du plan factoriel complet à 23, Réponse RT.....116
Tableau 4. 22 Analyse de variance, Réponse RT.....117
Tableau 4. 23 Coefficients du plan factoriel complet à 23, Réponse FPE.....117
Tableau 4. 24 Analyse de variance, Réponse FPE.....117
Tableau 4. 25 Coefficients du plan factoriel complet à 23, Réponse PR.....117
Tableau 4. 26 Analyse de variance, Réponse PR.....118

Liste des figures

Figure 1. 1 Classification des composites renforcés 7
Figure 1. 2 Types de composites renforcés 8
Figure 1. 3 Différents classes de renforts 12
Figure 1. 4 Schéma de la structure des fibres végétales 15
Figure 1. 5 Différence entre le béton armé de fibres végétales et le béton sans fibres 19
Figure 3. 1 schéma de principe des phases du traitement du déchet de papier 53
Figure 4. 1 Eau extraite du mortier pour différent pourcentage de fibres 79
Figure 4. 2 **V**ariation de la masse volumique des éprouvettes à l'état frai**s** 81
Figure 4. 3 Variation de la masse volumique des éprouvettes à l'âge de 90 jours 82
Figure 4. 4 Rt, exposition à l'air ambiant : a) 28 jours et b) 90 jours 83
Figure 4. 5 Rt, immersion dans l'eau: a) 28 jours et b) 90 jours 83
Figure 4. 6 Rc, exposition à l'air ambiant: a) 28 jours et b) 90 jours 84
Figure 4. 7 Rc, immersion dans l'eau: a) 28 jours et b) 90 jours 84
Figure 4. 8 Rc expérimental et Rc prédite 87
Figure 4. 9 Résistance à la compression prédite par ANN, après 28 jours 89
Figure 4. 10 Résistance à la compression prédite par ANN, Compactage par 8 Kg 89
Figure 4. 11 Résistance à la compression expérimentale versus résistance à la compression prédite 90
Figure 4. 12 Effet de la température sur la cinétique de séchage, CF=0% 91
Figure 4. 13 Effet de la température sur la cinétique de séchage, CF=5% 91
Figure 4. 14 Effet de la température sur la cinétique de séchage, CF=10% 92
Figure 4. 15 Effet de la température sur la cinétique de séchage, CF=20% 92
Figure 4. 16 Effet de la teneur en fibres cellulosiques sur la cinétique de séchage, T=70°C 93
Figure 4. 17 Effet de la teneur en fibres cellulosiques sur la cinétique de séchage, T=85°C 94
Figure 4. 18 Effet de la teneur en fibres cellulosiques sur la cinétique de séchage, T=105°C 94

Figure 4. 19 Effet de la teneur en fibres cellulosiques sur la cinétique de séchage, T=120°C 95
Figure 4. 20 Perte de masse à T=70° 95
Figure 4. 21 Perte de masse à T=85° 96
Figure 4. 22 Taux de séchage à T=70°C 97
Figure 4. 23 Taux de séchage à T=85°C 97
Figure 4. 24 Taux d'humidité, T=70 °C, CF=5% 102
Figure 4. 25 Taux d'humidité, T=85 °C, CF=5% 102
Figure 4. 26 Taux d'humidité, T=105 °C, CF=5% 102
Figure 4. 27 Taux d'humidité T=120°C, CF=5% 102
Figure 4. 28 Comparaison entre les taux d'humidité calculé et mesuré, a) Modèle MR8, CF=5% .b), Modèle MR8, T=70 °C. 103
Figure 4. 29 Comparaison des courbes du taux d'humidité 104
Figure 4. 30 Paramètres thermodynamiques pour CF 5%, T=70 °C 108
Figure 4. 31 Organigramme des essais effectués sur le composite à matrice PVC 109
Figure 4.32 Profils des prévisions pour les trois facteurs 114
Figure 4. 33 Profils des prévisions pour deux facteurs X1 et X2 118

Introduction générale

L'industrie de la construction est l'un des secteurs les plus énergivores et les plus émetteurs de dioxyde de carbone, contribuant ainsi de manière significative aux problèmes environnementaux tels que le changement climatique. Dans ce contexte, l'utilisation de matériaux de construction respectueux de l'environnement est devenue une préoccupation majeure pour les chercheurs et les professionnels de l'industrie. Les matériaux à base de fibres végétales sont une option intéressante, en raison de leur disponibilité, de leur faible coût et de leur impact environnemental réduit.

Le sujet de recherche présenté dans cette thèse est une contribution à l'élaboration de deux nouveaux matériaux composites. Ces matériaux sont développés en combinant des fibres cellulosiques avec une matrice minérale (mortier de ciment) pour le premier matériau et une matrice organique (PVC) pour le second matériau.

Récemment, l'utilisation de matières cellulosiques naturels renouvelables, tels que le bois, les plantes, et les déchets de papier dans la préparation des matériaux de construction ont vécu un intérêt considérable. Les avantages économiques et environnementaux du recyclage sont importants pour ne citer que : l'économie de matières premières, l'impact sur le environnement (ressource renouvelable), la réduction des déchets, la protection de la nature, la légèreté des matériaux et l'amélioration de certaines propriétés. Il est donc essentiel de développer des méthodes pour améliorer les propriétés des matériaux à base de fibres végétales afin de les rendre plus durables et adaptés à des applications de construction.

Le principal objectif de cette recherche est de développer des matériaux composites à base de fibres cellulosiques présentant des propriétés améliorées. Il s'agit d'élaborer et de caractériser deux matériaux composites en étudiant l'effet des fibres cellulosiques sur les performances mécaniques, physiques et thermiques desdits matériaux.

Plus spécifiquement, les objectifs sont les suivants :

- Evaluer l'importance de l'application d'une pression de compactage sur les propriétés physiques et mécaniques des composites à matrice minérale.

- Etudier l'influence du mode de cure sur les propriétés des composites à matrice minérale.
- Utiliser la méthode des plans d'expérience pour concevoir des tests sur les deux types de composites élaborés.
- Utiliser une approche basée sur les réseaux de neurones artificiels pour prédire les propriétés des deux types de matériaux composites.
- Étudier la cinétique de l'opération de séchage notamment la variation de la masse relative et le taux de séchage pour les composites à matrices minérale.

La méthodologie de recherche suivie dans cette thèse comprend plusieurs étapes. Tout d'abord, une préparation des composites à matrices minérales et fibres cellulosiques en utilisant des dosages exprimés en pourcentage du poids du ciment. Ensuite, une caractérisation des différents constituants des matériaux de base utilisés est effectuée. Ensuite, l'élaboration des deux matériaux composites est réalisée en combinant les fibres cellulosiques avec les matrices minérales ou organiques. Des essais sont ensuite réalisés sur les deux matériaux composites pour étudier leurs performances mécaniques, physiques et thermiques. Enfin, Les résultats des essais sont traités de manière adéquate afin de modéliser les caractéristiques étudiées.

Les résultats de cette recherche sur les matériaux de construction à base de fibres cellulosiques présentent plusieurs avantages. Ils permettent de faire une avancée significative dans le domaine de la construction durable en proposant une alternative écologique aux matériaux de construction traditionnels. Ils permettent de mieux comprendre le comportement des matériaux composites renforcés avec des fibres végétales et de contribuer à l'optimisation de leur utilisation dans les applications de la construction. Ils apportent une contribution à la caractérisation des propriétés mécaniques et physiques des matériaux composites renforcés avec des fibres végétales, à l'identification des paramètres influençant leur performance, et à la modélisation de leur comportement pour l'amélioration de leur utilisation.

La thèse sera organisée en quatre chapitres.

Le premier chapitre consistera en une revue de l'état de l'art sur les matériaux composites à matrice minérale renforcés par des fibres cellulosiques. Ce chapitre comprendra également une présentation de leurs applications ainsi que de leurs propriétés physiques, mécaniques et thermiques.

Le deuxième chapitre portera sur les composites à matrice organique (PVC) renforcée par des fibres cellulosiques.

Le troisième chapitre sera consacré à l'élaboration expérimentale et à la caractérisation des composites à matrices minérales/organiques renforcés par des fibres cellulosiques dans différentes conditions expérimentales.

Le quatrième chapitre abordera la modélisation du comportement de ces matériaux, présentera les interprétations des résultats obtenus et proposera des recommandations pour leur amélioration.

Enfin, la thèse présentera les conclusions de l'étude, les apports dans le domaine de recherche investi ainsi que les orientations pour des travaux futurs. En outre, la bibliographie et les annexes seront incluses dans le document.

.

Chapitre 1 : Etat de l'art sur les matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosique

1.1. Introduction

Au cours des dernières années, les problèmes liés à l'environnement, à l'hygiène et à la sécurité ont motivé des recherches approfondies sur les matériaux respectueux de l'environnement. Un intérêt particulier a été porté à l'utilisation de fibres issues de sources végétales renouvelables dans les matériaux composites [1–4]. Leurs propriétés mécaniques et physiques importantes, ainsi que leurs avantages environnementaux, sont la principale motivation de leur utilisation comme alternatives aux renforcements conventionnels.

Les fibres végétales ou cellulosiques (VF) présentent une gamme d'avantages significatifs, tels qu'une large disponibilité à un coût relativement faible, la bio-renouvelabilité, la recyclabilité, la biodégradabilité, l'aspect non toxique, une faible émission de gaz carbonique et des propriétés physiques et mécaniques intéressantes (faible densité et ténacité équilibrées, dureté et résistance) [5, 6] .

Les fibres végétales existent dans une variété de formes, telles que des filaments, des pulpes ou des fibres, et présentent des différences en termes de diamètre, rapport d'aspect, longueur et rugosité de surface. De plus, leur surface peut être facilement modifiée pour avoir un caractère hydrophile ou hydrophobe ou pour y attacher des groupements fonctionnels [4].

Bien que les matériaux de construction fragiles aient été renforcés avec des fibres végétales depuis l'Antiquité, le concept de renforcement des VF dans les matériaux cimentaires a été développé dans les années 1940, lorsque ces fibres ont été évaluées comme des alternatives potentielles aux fibres d'amiante [7].

De nos jours, le besoin de matériaux de construction durables et économes en énergie a conduit à des recherches approfondies sur des matériaux alternatifs pour produire des produits de construction respectueux de l'environnement. Les applications des composites de ciment à fibres végétales sont diverses, telles que la fabrication

d'éléments non structuraux à parois minces, en particulier les produits à parois minces pour les cloisons, les enveloppes ou les toits de bâtiments, les panneaux plats, les tuiles et les composants préfabriqués en général [8].

Les composés de ciment avec VF présentent une ténacité, une ductilité, une capacité de flexion et une résistance aux fissures améliorées par rapport aux matériaux à base de ciment renforcés non fibreux. Le principal avantage du renforcement fibreux est le comportement du composé après le début de l'écrasement, car les fibres comblent les fissures de la matrice et transfèrent les charges. Leur durabilité après fissuration peut permettre une utilisation intensive de ces composés dans la construction. Les fibres de cellulose offrent une rigidité, une résistance et une capacité de liaison suffisantes aux matrices à base de ciment pour améliorer de manière significative la résistance à la flexion, la ténacité et la résistance aux chocs [9–11]. De plus, ces fibres peuvent réduire le retrait plastique libre [12], la conductivité thermique [13], améliorer les performances acoustiques, augmenter l'absorption acoustique, l'amortissement spécifique et la densité du composite [14].

Malgré tous les avantages cités précédemment, la production industrielle de composites à base de ciments renforcés de fibres végétales est actuellement limitée par la durabilité à long terme de ces matériaux. Le problème de durabilité est lié à une augmentation de la fracture des fibres et à une diminution de l'arrachement des fibres en raison d'une combinaison de facteurs, tels que l'affaiblissement des fibres par l'attaque alcaline, la minéralisation des fibres due à la migration des produits d'hydratation vers les lumens et la variation d'espace et de volume due à leur forte absorption d'eau [15–19]. Cela entraîne une réduction de la résistance et de la ténacité du matériau après la fissuration.

Le rôle des fibres cellulosiques en tant que renfort consiste à combiner de manière adéquate la bonne liaison interfaciale entre la fibre et la matrice, ainsi qu'à assurer la durabilité du matériau.

1.2 Composition et types de matériaux composites

1.2.1 Composition

De manière générale, tout matériau constitué de deux composants ou plus ayant des propriétés différentes et des limites distinctes entre les composants peut être appelé matériau composite. De plus, l'idée de combiner plusieurs composants pour produire un matériau doté de

propriétés qui ne peuvent être obtenues avec des composants individuels est utilisée par l'homme depuis des milliers d'années [20].

Les matériaux composites peuvent être classer en deux grandes categories:

La première comprend les composites appelés « matériaux chargés ». La principale caractéristique de ces matériaux est l'existence d'un matériau de base ou matriciel dont les propriétés sont améliorées en le remplissant de particules. Habituellement, la fraction volumique de la matrice est supérieure à 50 % dans de tels matériaux, et les propriétés du matériau, étant naturellement modifiées par les charges, sont principalement régies par la matrice. En règle générale, les matériaux chargés peuvent être traités comme homogènes et isotropes, c'est-à-dire que les modèles traditionnels de mécanique des matériaux développés pour les métaux et autres matériaux conventionnels peuvent être utilisés pour décrire leur comportement.

Le deuxième groupe de matériaux composites étudié ici concerne les composites appelés « matériaux renforcés ». Les composants de base de ces matériaux (parfois appelés « composites avancés ») sont des fibres longues et fines possédant une résistance et une rigidité élevées. Les fibres sont liées à un matériau matriciel dont la fraction volumique dans un composite est généralement inférieure à 50 %. Les principales propriétés des composites avancés (qui confèrent à ces matériaux une large application en ingénierie) sont régies par des fibres. [20]

1.2.2 Types de matériaux composites

Les matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosiques font partie de la famille des composites renforcés par des fibres. Sachant que, les composites renforcés sont classés en trois catégories principales en fonction du type de renfort utilisé. La Figure I.1 illustre cette classification schématique des composites renforcés, qui comprend les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres et les composites structuraux.

1.2.2.1 Les composites renforcés par des particules

Dans ces composites, des particules solides, telles que la silice, l'oxyde d'aluminium ou encore la céramique, sont dispersées dans une matrice polymère, métallique, cimentaire ou céramique. Ces composites sont souvent utilisés pour leur résistance à l'usure et leur résistance aux hautes températures.

1.2.2.2 Les composites renforcés par des fibres

Dans ces composites, des fibres, telles que la fibre de carbone, fibre de verre, fibre végétale ou la fibre d'aramide, sont incorporées dans une matrice polymère, métallique ou céramique. Ces composites sont souvent utilisés pour leur résistance mécanique élevée, leur légèreté et leur résistance à la corrosion.

1.2.2.3 Les composites structuraux

Dans ces composites, les renforts sont organisés de manière à supporter les charges appliquées dans une direction spécifique, tandis que la matrice assure la cohésion entre les renforts. Ces composites sont souvent utilisés pour leur capacité à supporter des charges élevées dans des directions spécifiques.

Il est important de noter que ces trois catégories de composites renforcés peuvent être subdivisées en de nombreuses autres sous-catégories en fonction des matériaux utilisés, de la géométrie du renfort, et des procédés de fabrication utilisés.

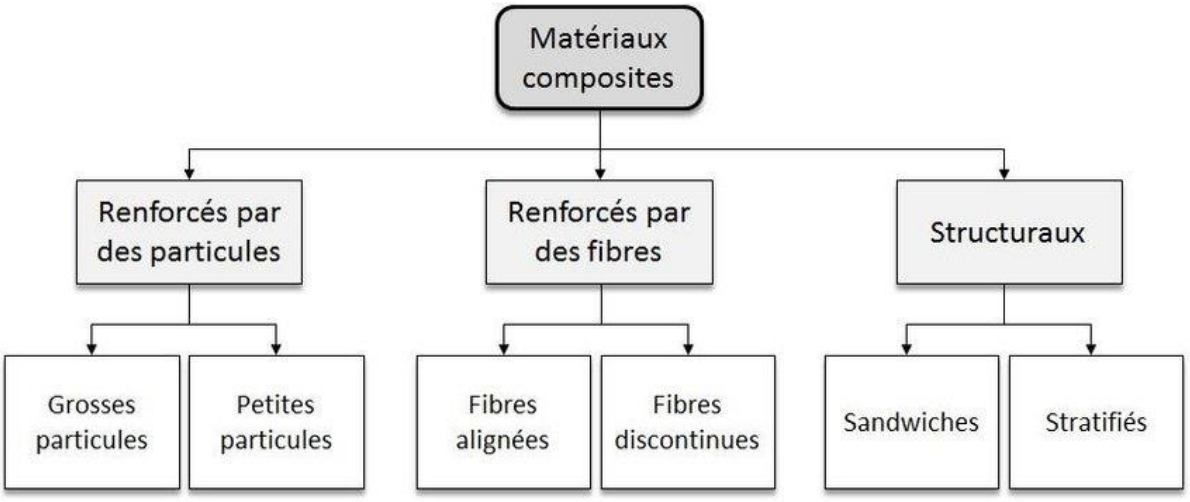


Figure 1. 1 Classification des composites renforcés

La Figure 1.2 présente une autre classification des matériaux composites en fonction du type de renfort utilisé.

- Les composites à renforts de particules utilisent des particules solides comme renfort, dispersées dans une matrice. Ils sont souvent utilisés pour améliorer les propriétés d'usure, de dureté ou de conductivité thermique.
- Les composites à renforts de paillettes utilisent des paillettes, généralement en métal, pour améliorer la conductivité électrique ou thermique de la matrice.

- Les composites à renforts de fibres utilisent des fibres, telles que la fibre de verre ou naturelle.
- Les composites stratifiés utilisent des couches de différents matériaux empilées les unes sur les autres pour former un matériau composite.

Chaque type de composite présente des avantages et des inconvénients en termes de propriétés et d'applications spécifiques. Le choix du type de composite dépend des exigences de l'application et des caractéristiques requises pour le matériau composite.

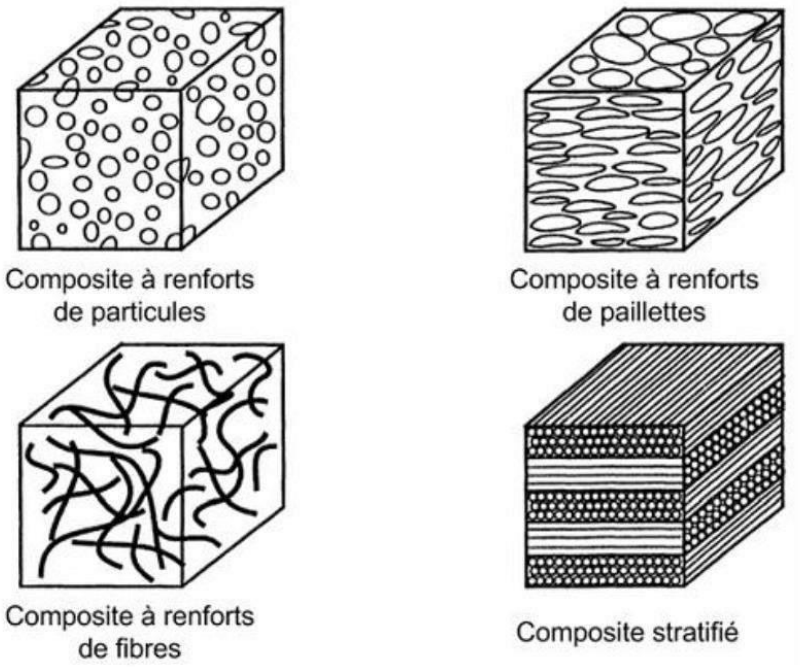


Figure 1. 2 Types de composites renforcés

1.2.3 Composition de matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosiques

Les matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosiques sont de plus en plus utilisés dans de nombreuses applications industrielles. Ces composites sont fabriqués en mélangeant une matrice minérale, telle que le ciment ou la chaux, avec des fibres cellulosiques telles que le bois, le bambou ou le chanvre.

L'incorporation de fibres de papier usagées (WPF) a amélioré les propriétés des composites à base de ciment. Grâce à l'homogénéité et à la composition bien connues des

fibres recyclées issues des vieux papiers, elles sont de plus en plus ajoutées en petites quantités aux mortiers de ciment, offrant ainsi un mortier/coulis performant avec une fonction isolante et un faible impact environnemental [21]. Selon Galan -Marin et.al [22], les composites cimentaires renforcés de fibres végétales ont un impact environnemental plus faible que les matériaux traditionnels, nécessitent moins de transformations industrielles et technologiques et améliorent l'évaluation du cycle de vie du produit final par rapport aux bétons classiques ou améliorés [23]. Les matériaux de construction renforcés de fibres sont utilisés dans une large gamme d'applications, depuis les systèmes de construction, de plâtre et de mortier jusqu'aux composites non porteurs et aux applications décoratives [24]-[25].

Les matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosiques sont des matériaux qui présentent des propriétés intéressantes, telles qu'une faible densité, une bonne résistance mécanique et une excellente résistance à la corrosion, ce qui les rend utiles pour diverses applications, telles que la construction et le génie civil, etc... Les produits connus fabriqués à partir de fibres cellulosiques recyclées sont les plaques de plâtre, les matériaux isolants pour l'isolation thermique des murs et des sols, l'isolation phonique des plafonds et des toitures, ainsi que les briques constituées de fibres de papiers recyclé agglomérées avec du ciment [26].

1.2.3.1 Types de matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosiques

Il existe plusieurs types de matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosiques. Nous présentons ci-dessous quelques exemples.

1.2.3.1.1 Les composites ciment-fibre

Ils sont fabriqués à partir de ciment et de fibres végétales telles que la cellulose, la paille ou le bambou. Ces composites sont utilisés dans la construction pour des applications telles que les panneaux de cloisonnement et les tuiles de toiture.

Les composites renforcés de fibres ont acquis une acceptation considérable dans les applications structurelles en raison de leurs caractéristiques technologiques et de leur faible coût, ce qui les rend attrayants pour l'industrie du ciment. Les composites renforcés de fibres naturelles sont connus pour être une alternative avantageuse et moins nocive pour l'environnement car ils proviennent de plantes [1]. Ces composites présentent des

avantages par rapport aux fibres synthétiques, telles que les composites en fibre de verre, qui nécessitent une consommation d'énergie plus importante pour leur fabrication.

En revanche, les fibres naturelles ont une biodégradabilité, une non-toxicité, une disponibilité facile, une faible densité, un coût faible, une bonne résistance spécifique et une grande résistance à la corrosion et à la fatigue. Cependant, elles ont également des inconvénients tels que la perte de maniabilité, la dégradation des fibres et l'hétérogénéité des matériaux [2].

Les composites ciment/fibres (CCF) constituent une alternative intéressante dans le domaine de la construction en raison de leur efficacité énergétique et économique ainsi que de leurs performances environnementales.

1.2.3.1. 2 Les composites géopolymères-fibre

Ils sont fabriqués à partir de géopolymères, qui sont des matériaux de construction à base de silicates alcalins, et de fibres de cellulose. Ces composites ont des propriétés mécaniques similaires à celles des composites ciment-fibre et sont également utilisés dans la construction.

1.2.3.1. 3 Les composites argile-fibre

Ils sont fabriqués à partir d'argile et de fibres végétales. Ces composites sont utilisés dans la construction pour des applications telles que les briques et les panneaux de cloisonnement. Chaque type de composite présente des propriétés uniques qui le rendent adapté à des applications spécifiques.

1.2.3.2 Les matrices

Le rôle principal des matrices dans les matériaux composites est de transférer les contraintes apportées sur le matériau, aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et de leur donner une forme. Les matrices doivent également être suffisamment déformables et présenter une certaine compatibilité avec le renfort.

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés comme suit : composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale (Voir le Tableau 1.1). Divers renfort sont associés à ces matrices. Seuls certains couples d'associations ont actuellement un usage industriel, d'autre faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche.

Tableau 1. 1 Types de matériaux composites

Matériaux composites		
	Matrices	Renforts
Matériaux composites organiques	Matrice organique (résines, polymères)	Renforts fibreux (verre, carbone, aramide, etc.) Renforts particulaires (poudres, granulés, etc.) Exemples : pièces automobiles, aéronautiques, nautiques, etc.
Matériaux composites métalliques	Matrice métallique (alliages métalliques)	Renforts fibreux (carbone, verre, etc.) Renforts particulaires (particules, poudres, etc.) Exemples : pièces de machines, de moteurs, de turbines, etc.
Matériaux composites minérale	Matrice minérale (céramique, ciment, béton, etc.)	Renforts fibreux (cellulose, verre, etc.) Renforts particulaires (poudres minérales, etc.) Exemples : revêtements, structures de bâtiments, produits abrasifs, etc.

1.2.3.3 Les renforts (ou fibres)

Les renforts sont utilisés dans les matériaux composites pour augmenter leurs propriétés mécaniques, telles que la rigidité, la résistance à la rupture, la dureté, etc., ainsi que pour améliorer leurs propriétés physiques, comme leur comportement face au feu et à l'abrasion, leur résistance à la température (conservation des caractéristiques mécaniques à haute température) et leurs propriétés électriques. En plus des propriétés mécaniques élevées qu'ils procurent, les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre. Les renforts peuvent être d'origines diverses, qu'elles soient animales, végétales, synthétiques, etc.

Il existe plusieurs classes de renforts fibreux utilisés dans les matériaux composites [27], notamment (Voir la Figure 1.3) :

- Les fibres de verre : elles sont couramment utilisées pour leur résistance à la traction, à la compression et à la flexion.
- Les fibres de carbone : elles sont très rigides et résistantes, offrant des performances mécaniques élevées aux matériaux composites.

- Les fibres d'aramide : elles sont appréciées pour leur résistance aux chocs et leur capacité à absorber l'énergie, ce qui les rend utiles pour les applications nécessitant une résistance aux impacts.
- Les fibres naturelles : elles sont souvent utilisées comme alternatives durables aux fibres synthétiques. Les exemples incluent les fibres de lin, de chanvre, de bambou et de sisal.
- Les fibres céramiques : elles sont utilisées pour leur résistance à la chaleur et aux produits chimiques, ce qui les rend utiles pour les applications à haute température.
- Les fibres métalliques : elles sont parfois utilisées dans les matériaux composites pour améliorer leur conductivité électrique ou leur résistance à la corrosion.

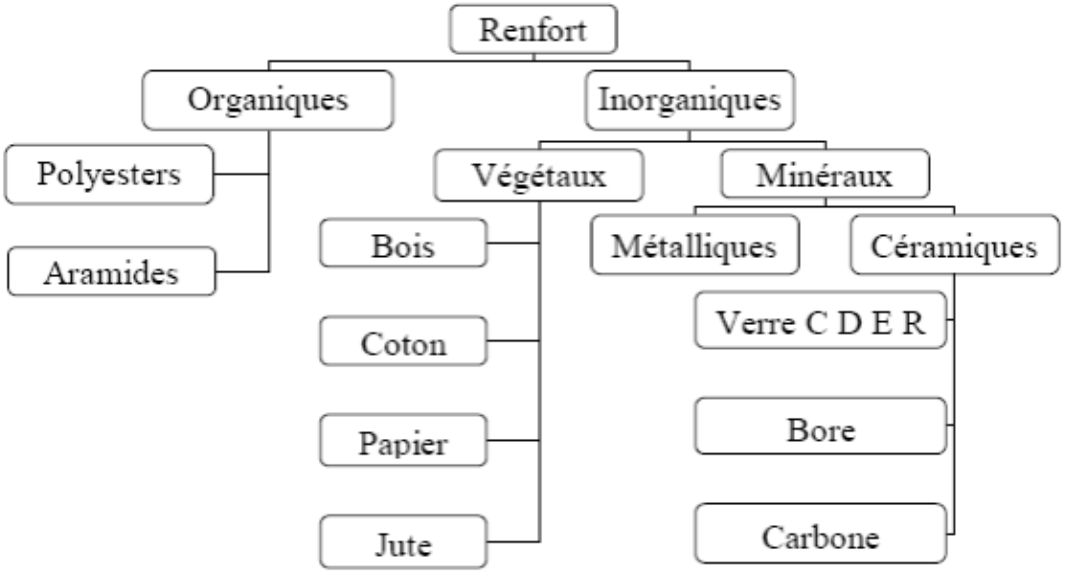


Figure 1. 3 Différents classes de renforts

Au fil des trois dernières décennies, plusieurs études ont été conduites par des chercheurs sur **les composites de ciment renforcés avec des fibres naturelles** issues de plantes. la section suivante se concentrera sur les connaissances actuelles relatives à l'utilisation **de fibres végétales** comme renfort pour la pâte de **ciment et le mortier** [28].

1.2.3.4 Fibres naturelles végétales

Il existe divers types de fibres naturelles végétales utilisées dans la fabrication de matériaux composites. Voici quelques exemples de ces fibres :

1.2.3.4.1 Fibre libérienne

Les fibres libériennes sont des fibres extraites de l'écorce des tiges de plantes telles que le jute, le lin, l'abaca et le kénaf. Le processus d'extraction, appelé rouissage, implique la dégradation biologique ou chimique des tiges coupées. Les fibres libériennes se caractérisent par des faisceaux de fibres longues et résistantes, ce qui les rend idéales pour la fabrication de fils, de textiles, de cordes, de sacs et autres produits similaires [28].

1.2.3.4.2 Fibre de feuille

Les fibres foliaires sont des fibres grossières et dures obtenues à partir des tissus foliaires par raclage manuel après un processus de battage/rouissage ou une extraction mécanique. En raison de leur résistance relativement élevée, les fibres de feuilles sont généralement utilisées pour la production de cordes, de tissus, de tapis et de nattes. Quelques exemples de fibres de feuilles sont le sisal, le caroa, le henequen et l'ananas [28].

.

1.2.3.4.3 Fibre de graines

La fibre de coco est un exemple typique de fibre de graine, extraite de la coque de la noix de coco. Ces fibres légères et résistantes sont principalement utilisées dans la production de cordes, de tapis, de sacs, de brosses, de géotextiles, etc. D'autres fibres de graines sont également extraites de la gousse ou de la capsule de certaines graines de plantes, comme le coton, le kapok et la soie d'asclépiade. Ces fibres douces et flottantes sont largement utilisées dans les textiles, les équipements de sécurité aquatique, l'isolation, les tissus d'ameublement et les matelas [28].

1.2.3.4.4 Fibre de tige

Les fibres de tige sont extraites des tiges de plantes telles que la canne à sucre, le maïs, l'aubergine, le tournesol, le bois et la paille de diverses céréales comme l'orge, le blé et le riz. Ces fibres sont utilisées dans diverses applications industrielles, notamment pour la fabrication de papier et de carton. Les fibres de tige sont particulièrement prisées pour leur haute résistance à la traction et leur faible coût. Toutefois, leur utilisation dans les textiles est relativement limitée en raison de leur rigidité et de leur manque de souplesse [28].

1.2.3.4.5 Herbe et autres résidus de cultures à fibres

Les herbes hautes comme le ray-grass, l'herbe à éléphant, le panic raide et le bambou sont des sources importantes de fibres. L'augmentation prévue de 55% des cultures mondiales d'ici 2030, selon la FAO [29], permettra également d'obtenir des résidus de culture fibreux, tels que les téguments de légumineuses, les coques d'arachides, de noisettes et de maïs, ainsi que les tiges de millet, pour renforcer les composites à base de ciment. Ces fibres peuvent être utilisées aussi dans la production de papier, de tissus et d'autres produits [28].

1.2.3.4.6 Bois et fibres spéciales

Les fibres de bois sont abondantes à travers le monde, provenant d'une grande variété d'arbres et sont généralement divisées en deux groupes : les résineux et les feuillus. Bien que les fibres de résineux soient généralement plus longues que les fibres de feuillus, le nombre de fibres dans un gramme donné de pâte est significativement plus élevé pour la pâte de feuillus. Les fibres de cellulose sont des fibres naturelles à base de plantes qui sont traitées industriellement, ce qui améliore la liaison et la résistance aux alcalis [28].

1.2.4 Fibres cellulosiques

Il existe plusieurs sources de fibres cellulosiques disponibles, comme le bois, le coton, le lin, le jute, le sisal et le chanvre. En outre, les sous-produits issus de la culture de plantes telles que le maïs, le blé, le riz, la canne à sucre, la banane et la noix de coco peuvent également être utilisés comme sources de fibres cellulosiques.

Les dimensions et la disposition des cellules unitaires au sein d'une fibre cellulosique influencent sa structure et ses propriétés, qui à leur tour affectent les propriétés des composites. Les caractéristiques des fibres, telles que la quantité, la morphologie et les propriétés, dépendent de facteurs tels que l'espèce végétale, la production agricole, le lieu et les conditions de culture. Ces variables représentent un obstacle majeur à la production à grande échelle de composites à base de cellulose [30].

La figure 1.4 montre que les fibres végétales sont structurées autour d'un canal central appelé le lumen, qui assure le transport de l'eau et des nutriments, et d'une paroi cellulaire. Cette dernière est composée de plusieurs couches : la lamelle moyenne, la paroi fine primaire et le mur secondaire, qui est lui-même subdivisé en trois parties : le mur secondaire externe (S1), la paroi secondaire médiane (S2) et la paroi secondaire interne

(S3). Chacune de ces couches est constituée de microfibrilles disposées dans l'espace selon une orientation définie (angles) [24-25].

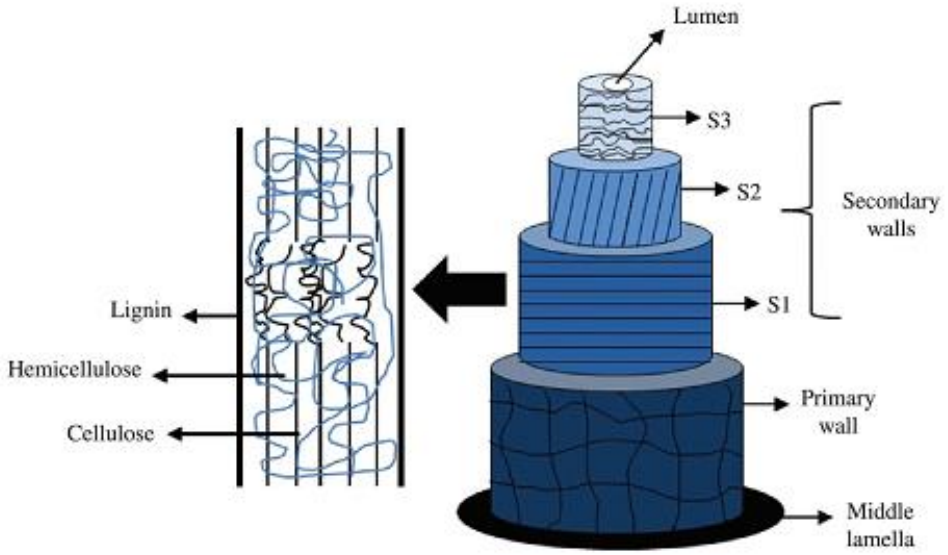


Figure 1. 4 Schéma de la structure des fibres végétales

La résistance de la fibre est un facteur important dans la sélection d'une fibre naturelle pour une application spécifique. Les fibres naturelles telles que les fibres cellulosiques ont une résistance mécanique intrinsèque qui dépend de leur structure, leur cristallinité, leur morphologie, leur composition chimique, et de leur traitement.

1.2.4.1 Composition chimique des fibres cellulosiques

Les fibres naturelles d'origine végétale sont composées de cellulose, d'hémicellulose, de lignine, d'extraits et de cendres. Les quantités de ces composants dépendent de facteurs tels que le type de fibre, les conditions de croissance, les dimensions, l'âge, l'emplacement sur la plante, l'extraction et les méthodes de transformation. Le tableau 1.1 présente les variations de composition chimique de certaines fibres sélectionnées. Ces fibres sont hautement hydrophiles en raison de la présence d'hémicelluloses et de groupes hydroxyle dans leurs parois cellulaires. Selon Alvarez et al. [33], la teneur élevée en groupes hydroxyle de la cellulose améliore les propriétés d'absorption de l'humidité dans les fibres végétales. Ainsi, la lumière ouverte, les pores de la paroi cellulaire et l'impact cumulatif des groupes hydroxyle rendent ces fibres sensibles à l'instabilité dimensionnelle induite par la sorption d'humidité. Faruk et al. [4] ont suggéré que la teneur en humidité des fibres végétales a un impact considérable sur leurs propriétés mécaniques et leurs performances dans les composites.

Des études antérieures ont montré que la composition chimique des fibres végétales a une grande influence sur ses propriétés mécaniques. En effet, la cellulose, l'hémicellulose et la lignine sont principalement responsables du comportement de liaison et de la dégradation des fibres naturelles dans les composites. Selon Li et al. [34], la résistance et la rigidité des fibres naturelles dépendent de la teneur en cellulose et de l'orientation des microfibrilles dans la paroi cellulaire.

Tableau 1. 2 Constituants chimiques et indice de cristallinité (IC) pour divers types de fibres [35].

Type de fibre		Densité (g/cm^{-3})	Cellulose (wt.%)	Hemicellulose (wt.%)	Lignine (wt.%)	Cendres (wt.%)	IC (%)	Reférence
Écorce Ou Fibres	Jute	1.3-1.4	60	22.1	15.9	1.0	58	[36–40]
	Ramie	1.5	80-85	3-4	0.5	-	62.9	[36, 38, 39, 41, 42]
	Kénaf	1.5	72	20.3	9	4.0	72.1	[4, 31, 32, 36]
	Lin	1.5	71	18.6-20.6	2.2	-	86.1	[4, 29, 31, 37, 38]
	Chanvre	1.5	72	10	3	2.3	79.9	[38]
Leaf	Sisal	1.5	74-75	10-13.9	7.6-7.9	0.4	72.2	[37, 38, 46, 47]
	Banane	1.5	60-65	6-8	5-10	1.2	39	[39, 47, 48]
	Abaca	1.5	56-63	20-25	7.9	-	68.7	[48, 49]
	Raphia	-	44.6	13.5	2.7	-	64	[50]
	Ananas	0.8-1.6	83	-	12	-	38	[36, 37, 48]
	Bromelia pinguin	1.4	70.7	21.1	7.5	0.8	75.6	[36, 41, 51]
	Piassava	28,6	31.6	-	48.4	-	-	[36, 52]
Fruit/ Graine	Kapok	-	50.7	49.3	13.4	-	35.3	[53, 54]
	Tige de coton	1.5	50,6	28.4	23.1	-	74	[50]
	Manche	-	55	20.6	23.8	-	-	[55]
	Herbe	-	69	-	17	-	74.1	[56]
	Lufa cylindrique	0.82	62	20	11.2	0.40	59.1	[57]
	Coco	1.2	43-53	14.7	38-40		44	[36, 37, 46, 52]]
Bois	Densité douce	-	30-60	20-30	21-37	<1	-	[58]
	Densité dur	-	31-64	25-40	14-34	<1	71.6	[58, 59]
Talus	Paille de riz	-	43.2	31.7	16.9	9.9	77	[50, 59]
	Paille de blé		43.2	34.1	22	4.99	54.4	[4, 52–56]
	Orge	-	31-45	14-15	24-29	-	-	[64]
	Paille de maïs	-	39.82	23.19	11.98	-	50.3	[48, 59]
Reed	Bambou	0.6-1.1	33-45	30	20-25	-	59.7	[36–38, 48, 49]
	Bagasse	1.25	69.4	21	4.4	0.6	45.2	[40, 43-55, 58]

1.3 Les propriétés des composites renforcés par des fibres végétales (cas ciment/fibre)

1.3.1 Propriétés à l'état frais [28]

1.3.1.1 la consistance et la maniabilité

La consistance (cohérence) fait référence à la résistance d'un matériau à la déformation, tandis que la maniabilité fait référence à la facilité avec laquelle un matériau peut être travaillé ou manipulé.

En général, les matériaux à consistance plus élevée ont tendance à avoir une maniabilité plus faible, car ils sont plus résistants à la déformation et nécessitent donc plus de force ou d'énergie pour être manipulés. Et inversement, les matériaux ayant une consistance plus faible ont tendance à avoir une meilleure maniabilité car ils sont plus faciles à déformer et à travailler.

La maniabilité des mélanges de ciment renforcés de fibres naturelles est influencée par le rapport d'aspect des fibres et la fraction volumique dans le mélange, entraînant une diminution de la maniabilité due à l'absorption d'humidité par les fibres naturelles hydrophiles. Mansur et Aziz [66] ont observé une réduction de la maniabilité avec l'augmentation de la longueur et de la teneur en fibre de jute dans le mélange de ciment et de mortier. Tandis que Savastano et al. [67] ont constaté une réduction de la maniabilité dans les composites de ciment renforcés de pulpe d'eucalyptus, de fibre de coco ou d'une combinaison de pulpe d'eucalyptus et de fibres de sisal.

Pour remédier à la diminution de la maniabilité, les fibres peuvent être prétraitées pour réduire leurs composants chimiques absorbant l'eau, et des mélanges ayant une maniabilité adéquate peuvent être obtenus en tenant compte de la propriété d'absorption d'eau des fibres dans la conception du mélange [28].

1.3.1.2 Temps de prise

Le temps de prise fait référence au temps qu'il faut à un matériau, tel qu'un mélange cimentaire, pour passer d'un état plastique à un état solide.

Les fibres naturelles d'origine végétale contiennent des composants chimiques, tels que la lignine, l'hémicellulose et la pectine, qui peuvent être hydrolysés dans des conditions alcalines pendant le processus d'hydratation du ciment. Cette hydrolyse produit des sucres hydrosolubles qui peuvent abaisser la température d'hydratation du

ciment et retarder la formation des produits d'hydratation. Par conséquent, la présence de ces fibres dans les composites de ciment peut retarder le temps de prise et réduire la chaleur d'hydratation, ce qui affecte négativement la résistance et la durabilité du produit final.

Les fibres naturelles d'origine végétale peuvent avoir un impact négatif sur l'hydratation des composites cimentaires. Des études ont montré que la présence de ces fibres dans les composites de ciment peut retarder le temps de prise, réduire la chaleur d'hydratation et abaisser la température d'hydratation du ciment. Cela est dû à l'hydrolyse des composants chimiques dans les fibres qui produisent des sucres solubles qui affectent la formation des produits d'hydratation. L'effet négatif peut être réduit en utilisant des fibres prétraitées avec de faibles quantités de lignine, en augmentant la température de durcissement et en ajoutant des accélérateurs chimiques ou des matériaux supplémentaires comme de la poudre de calcaire finement broyée pour améliorer l'hydratation précoce.

Bilba et al. [68] ont découvert que les composites de ciment renforcés de fibres de bagasse de canne à sucre présentaient un temps de prise retardé et une chaleur d'hydratation réduite. Cet effet était dû à la formation de sucres hydrosolubles résultant de l'hydrolyse alcaline de la lignine et de la solubilisation partielle de l'hémicellulose présente dans les fibres. De même, Sudin et Swamy [69] ont soupçonné que le temps de prise retardé observé dans la matrice de ciment Portland renforcée de flocons de bambou était causé par des niveaux élevés de sucres dans la fibre. Ces sucres solubles réagissent avec la matrice cimentaire en formant des composés calciques qui abaissent la température d'hydratation du ciment et ralentissent la formation des produits d'hydratation. Fan et al. [70]ont suggéré que les glucides et les hémicelluloses présents dans le bois étaient responsables de la réduction de l'hydratation du ciment observée dans les composites bois-ciment qu'ils ont étudiés.

1.3.1.3 Le retrait plastique

Le retrait plastique des mélanges à base de ciment frais se produit lorsque la surface fraîchement coulée perd de l'humidité en raison de l'évaporation, ce qui entraîne une réduction de volume et la formation de fissures qui peuvent avoir un impact sur la résistance et la durabilité du matériau. L'exposition à des conditions sèches, chaudes, venteuses ou à faible humidité peut aggraver le problème. Pour éviter le retrait plastique,

des techniques de durcissement appropriées, telles que l'utilisation de composés de durcissement ou le durcissement humide, sont recommandées.

Plusieurs études ont montré que l'ajout de fibres végétales, telles que les fibres de sisal, de noix de coco [64-65] pouvait améliorer les propriétés des mélanges de ciment. Les fibres permettent de contrôler la fissuration, retarder la corrosion des armatures et réduire le retrait plastique libre et le développement de fissures. L'amélioration de la résistance au retrait plastique peut être due à un module élastique plus élevé des fibres par rapport à la matrice de ciment et à un pontage des fissures induit par ces fibres. Les fibres de lin hydrophiles améliorent également la liaison fibre-matrice.

1.3.2 Propriétés à l'état durci

Le composite de ciment renforcé avec des fibres naturelles peut atteindre des caractéristiques mécaniques supérieures à celles des matériaux conventionnels couramment utilisés dans l'industrie. Les fibres inhibent l'initiation et la propagation des fissures. Elles atténuent la progression des microfissures, empêchant ainsi une rupture soudaine. En conséquence, la longueur des fissures dans la matrice durcie est plus courte, ce qui améliore considérablement l'imperméabilité et la durabilité des composites exposés à l'environnement [4]. La figure 1.5 présente une image comparant du béton renforcé de fibres végétales à un autre sans fibres incorporées.

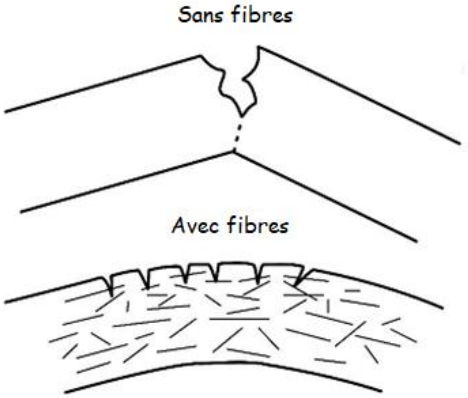


Figure 1. 5 Différence entre le béton armé de fibres végétales et le béton sans fibres incorporées

1.3.2.1 Retrait de séchage

Dans les mélanges de ciment, le retrait de séchage est un problème courant qui peut être maîtrisé en ajoutant des fibres naturelles d'origine végétale. Cependant, certaines

études [12] ont montré que l'ajout de fibres courtes de sisal et de noix de coco peut en fait augmenter le retrait au séchage de 2 à 3 %. Ceci est attribué à la forte absorption d'eau et à la surface moins lisse de la fibre de sisal, ce qui peut entraîner une augmentation de la porosité dans la matrice. Le comportement au retrait de séchage de ces mélanges dépend des caractéristiques et de la fraction volumique des fibres, ainsi que de leur effet sur la structure poreuse de la matrice.

1.3.2.2 Propriétés mécaniques

L'ajout de fibres synthétiques aux composites de ciment améliore généralement leur ténacité, leur ductilité et leur résistance aux chocs. Des effets similaires ont été observés dans certains composites de ciment renforcés de fibres végétales naturelles. Les recherches de Ramakrishna et Sundararajan [72] ont révélé que les dalles de mortier renforcé de fibres végétales avaient une résistance aux chocs 3 à 18 fois plus élevée que les dalles non renforcées, la résistance aux chocs la plus élevée étant enregistrée dans les dalles renforcées de fibres de coco. Selon Munawar et al. [73], la fibre de coco est la fibre naturelle la plus résistante, avec une capacité de déformation environ 4 à 6 fois supérieure à celle des autres fibres naturelles. La ductilité élevée des fibres de coco est bénéfique pour réduire la fragilité des composites de ciment.

Le tableau 1.3 donne un aperçu [74–78] des propriétés mécaniques des composites de ciment durcis à l'air renforcés avec diverses fibres de pâte à 28 jours. La résistance de la pâte de ciment renforcée de fibres de sisal à brins s'est avérée inférieure à celle des composites contenant des fibres de pâte de sisal en raison de la surface spécifique accrue de ces dernières et de leur rigidité réduite, entraînant une meilleure interaction fibre-matrice. Le raffinage des fibres de pâte par battage et l'augmentation de leur rapport d'aspect ont également contribué à une meilleure interaction. Les fibres d'abaca avaient une résistance mécanique élevée en raison de leur rapport d'aspect élevé, de leur ramollissement accru des fibres et de leur surface spécifique. La résistance à la flexion et la ténacité avaient des tendances différentes, la première culminant à 8-10% de teneur en fibres et la seconde augmentant avec un volume de fibres plus élevé.

Tableau 1. 3 Résistance mécanique à 28 jours des composites cimentaires renforcés de différentes fibres végétales

Matrice de cement	Type de fibre	Volume de fibres (% en masse)	Rapport d'aspect de fibres	Résistance à la flexion (MPa)	ténacité à la rupture (KJ/m^2)	Réference
Pâte	–	0	—	11.8 ± 3.7	0.04 ± 0.01	[74]
	Pâte kraft résineux raffinée	4	53	19.2 ± 1.9	0.64 ± 0.09	
		8		23.5 ± 0.8	1.32 ± 0.11	
		12		25.0 ± 2.1	1.93 ± 0.42	
	Pâte kraft de déchets de sisal non raffinée	4	122	16.5 ± 0.6	0.39 ± 0.06	
		8		21.5 ± 1.6	0.92 ± 0.13	
		12		20.3 ± 1.4	1.41 ± 0.20	
	Pâte kraft de bananier non raffinée	4	127	15.5 ± 1.3	0.21 ± 0.03	
		8		19.5 ± 1.4	0.53 ± 0.08	
		12		20.1 ± 2.5	1.01 ± 0.15	
	Pâte kraft d'eucalyptus non raffinée	4	61	15.6 ± 0.8	0.29 ± 0.04	
		8		21.4 ± 0.9	0.82 ± 0.11	
		12		22.2 ± 1.3	1.50 ± 0.18	
	Pâte kraft de bambou raffinée	4	89	14.4 ± 1.0	0.58 ± 0.17	[75]
	Pâte kraft d'abaca raffinée	2	—	10.9 ± 1.5	0.07 ± 0.01	[76]
		4		12.1 ± 1.3	0.15 ± 0.02	
		6		16.2 ± 1.0	0.23 ± 0.02	
		8		17.4 ± 0.9	0.32 ± 0.03	
		10		18.6 ± 1.2	0.45 ± 0.07	
		12		19.2 ± 1.5	0.54 ± 0.05	
		14		21.8 ± 1.7	0.70 ± 0.06	
		2	400	17.5 ± 2.0	0.47 ± 0.10	[77]
		4		21.8 ± 2.1	0.93 ± 0.24	
		6		26.3 ± 1.6	1.76 ± 0.48	
		8		27.3 ± 3.2	2.08 ± 0.33	
		10		24.7 ± 3.9	2.19 ± 0.78	
Mortier	Pâte kraft de sisal non raffinée	0.5		9.2 ± 0.7	0.25 ± 0.02	[78]
		1		9.9 ± 0.8	0.45 ± 0.03	
		1.5		11.3 ± 0.8	0.62 ± 0.07	
		2		12.7 ± 1.2	0.84 ± 0.08	
		4		15.9 ± 1.2	1.64 ± 0.17	
		6		16.7 ± 1.0	2.05 ± 0.29	
		8		18.3 ± 1.3	2.49 ± 0.47	
		10		15.0 ± 1.7	2.47 ± 0.46	
		12		10.3 ± 1.6	3.07 ± 0.58	

La résistance mécanique des composites de ciment renforcés de fibres naturelles végétales est fortement affectée par la teneur en humidité. Le tableau I.4 illustre la variation en pourcentage de la résistance à la flexion et de la ténacité des composites due à l'absorption d'eau. Selon [79], la teneur en humidité des spécimens influence leur

résistance mécanique et leur mécanisme de défaillance. Par conséquent, il est essentiel de contrôler l'absorption d'humidité par les fibres naturelles d'origine végétale pour garantir une performance efficace du composite.

Tableau 1. 4 Effet de la saturation d'eau pendant 48 heures sur la résistance mécanique

Matrice de cement	Type de fibre	Fibre (% en masse)	Résistance à la flexion (Mpa)	Ténacité à la flexion (%)	Référence
Pâte	Abaca raffinée	2	-32.6	+ 100.0	[77]
		4	-29.4	+223.7	
		6	-40.7	+ 156.8	
		8	-45.8	+130.3	
		10	-51.0	+87.7	
Mortier	Lin — 510 CSF	2	-26.4	+26.3	[80]
		4	-17.6	+108.8	
		6	-22.4	+95.8	
		8	-22.4	+107.1	
		10	-26.1	+80.7	
	Lin — 555 CSF	2	-22.4	+30	
		4	-27.7	+62.2	
		6	-27.6	+101.2	
		8	-25.2	+84.8	
		12	-35.1	+44.4	
	Lin— 555 CSF	2	-23.5	+11.1	
		4	-31.0	+5.7	
		6	-23.4	+87.3	
		8	-31.7	+81.3	
		10	-38.7	+70.3	
		12	-44.7	+68.3	

1.4. Applications techniques des composites à matrice minérale et fibres cellulosiques

Les matériaux composites à matrice minérale et fibres cellulosiques sont de plus en plus utilisés dans de nombreux domaines, tels que:

- Matériaux de construction pour les murs, les planchers, les toits et les ponts,
- Composants structurels pour l'industrie automobile, aéronautique et maritime,
- Réhabilitation et renforcement des structures existantes,
- Mobilier et aménagement intérieur.

Les matériaux renforcés de fibres naturelles d'origine végétale offrent une gamme d'utilisations potentielles au-delà des composites de ciment conventionnels dans l'industrie de la construction.

Les géotextiles en fibres synthétiques ont été largement utilisés pour la stabilisation des sols et des remblais et se sont révélés efficaces selon Bergado et al. [80]. Cependant, dans les situations où l'amélioration et la durabilité des sols à court terme sont des priorités, les fibres et tissus biodégradables peuvent être plus appropriés. Pour la

stabilisation à long terme du sol, une combinaison de fibres naturelles végétales prétraitées chimiquement et de cimentation peut également être une solution appropriée.

L'utilisation de fibres naturelles d'origine végétale dans les matériaux de construction permet de réduire les coûts de manutention et de transfert de chaleur dans les bâtiments. Les composites de bagasse liés au ciment présentent de bonnes performances mécaniques et de durabilité, pouvant servir de composants internes et externes dans la construction de bâtiments. Une étude de Binici [81] a révélé que briques de boue renforcées de fibres ont une résistance à la compression supérieure et une meilleure isolation thermique, ce qui permet d'économiser de l'énergie. Goodhew et Griffiths [82] ont signalé que les conductivités thermiques des briques d'argile non cuites renforcées avec du papier, de la paille ou de la laine étaient inférieures à la limite des règlements de construction du Royaume-Uni. Les nouveaux panneaux de tissu et de macrofibres de cellulose fines liées au ciment ont des propriétés d'isolation acoustique et thermique. En somme, l'ajout de fibres naturelles dans les matériaux de construction peut augmenter l'efficacité énergétique, diminuer les demandes en énergie, réduire les coûts de chauffage et minimiser les impacts environnementaux.

Les fibres de cellulose ont des applications potentielles non seulement en tant qu'agents de durcissement internes et améliorateurs de durabilité dans les composites de ciment, mais également dans le durcissement de surface des infrastructures en béton. Shahata et al . [83, 84] ont indiqué que les fermetures de voies pendant les travaux de réparation de béton projeté sur les soffites de pont, qui sont généralement associées aux méthodes de durcissement traditionnelles, pourraient être évitées en utilisant des fibres de pâte de cellulose pulvérisées par voie humide.

1.5 Effet de l'application d'une pression de compactage aux materiaux cimentaire

Le béton perméable étant peu ouvrable, il doit être adéquatement compacté pour obtenir des propriétés mécaniques satisfaisantes tout en conservant le degré de porosité requis [85]. De nombreuses études sur les méthodes de compactage ont été réalisées en laboratoire pour obtenir des échantillons identiques à ceux produits in situ. Shu et .al [86] ont effectué un compactage à l'aide d'une tige de bourrage pour préparer des échantillons de béton perméable. Pour consolider les échantillons, Putman et al. on effectué un compactage avec une tige de bourrage

et ont utilisé un marteau. Ils ont également utilisé un compactage en faisant tomber le moule d'une certaine hauteur. Ils ont conclu que le compactage avec un marteau Proctor simule le mieux la méthode de compactage sur un chantier de construction. Li et .al. [87] ont utilisé un rouleau métallique en laboratoire pour compacter du béton perméable. Zhuge [88] a utilisé deux méthodes de compactage différentes : une méthode de compactage standard et une méthode de compactage vibratoire. En vibrant, l'adhésion entre les grains de granulats et la matrice de ciment est augmentée sans réduire significativement la perméabilité du béton. Yang et al. [89] également compacté du béton perméable sur une table vibrante et le processus de vibration a duré 40 s pour chaque échantillon. Juradin et .al. [90] ont compacté les échantillons sur une table vibrante. Ils ont conclu que les vibrations affectent favorablement la perméabilité et la résistance du béton, des vibrations plus longues donnent une meilleure perméabilité et des vibrations plus courtes donnent une meilleure résistance. En raison de sa faible résistance, l'application du béton perméable se concentre sur la construction de parkings, de sentiers. et des routes à circulation légère. La porosité améliorée, qui influence les propriétés structurelles et fonctionnelles du béton perméable [91], conduit à des applications où l'absorption acoustique ou le contrôle du ruissellement des eaux pluviales sont nécessaires. Pour élargir les applications de ce type de béton, les recherches travaillent en permanence sur le développement de bétons poreux aux propriétés améliorées tels que le béton perméable à hautes performances [92] ou le béton perméable renforcé de fibres [93].

1.6 Conclusion

En conclusion, l'utilisation de fibres végétales ou cellulosiques dans les composites de ciment est une alternative intéressante aux renforcements conventionnels. Ces fibres présentent des avantages environnementaux, des propriétés physiques et mécaniques intéressantes, ainsi qu'une large disponibilité à un coût relativement faible. Cependant, le principal défi à relever est la durabilité à long terme de ces matériaux en raison de la réduction de la résistance et de la ténacité du matériau après la fissuration. Les composites de ciment à fibres végétales trouvent des applications techniques dans de nombreux domaines, notamment les matériaux de construction, l'industrie automobile et l'aéronautique, ainsi que dans les produits de consommation.

D'autre part, l'utilisation des techniques de réduction d'eau est importante pour l'amélioration des propriétés des composites de mortier de ciment. Cela consiste au processus d'application d'une pression ou de vibrations au matériau frais pour améliorer

sa densité, réduire les vides et la perméabilité, améliorer l'ouvrabilité et permet d'avoir une meilleure finition de surface.

L'efficacité du compactage dépend de facteurs tels que la conception du mélange, le rapport eau-ciment et le type d'agrégats utilisés.

En résumé, le compactage est un processus critique dans la production de composites de mortier de ciment, car il conduit à une densité accrue, à des propriétés mécaniques améliorées, à une perméabilité réduite et à une meilleure maniabilité, améliorant finalement les performances globales et la durabilité du matériau dans diverses applications de.

Références

1. Bledzki, A. K., & Gassan, J.: Composites reinforced with cellulose based fibres. Prog. Polym. Sci. 24, 221–274 (1999)
2. Biagiotti, J. M. K. J., Puglia, D., & Kenny, J.M.: A review on natural fibre-based composites-part I: structure, processing and properties of vegetable fibres. J. Nat. Fibers. 1, 37–68 (2008)
3. John, M. J., & Thomas, S.: Biofibres and biocomposites. Carbohydr. Polym. 71, 343–364 (2008)
4. Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M.: Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. Prog. Polym. Sci. 37, 1552–1596 (2012)
5. Wambua, P., Ivens, J., & Verpoest, I.: Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? Compos. Sci. Technol. 63, 1259–1264 (2003)
6. Satyanarayana, K. G., Arizaga, G. G., & Wypych, F.: Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview. Prog. Polym. Sci. 34, 982–1021 (2009)
7. Tonoli, G. H. D., Santos, S. F., Savastano Jr, H., Delvasto, S., De Gutiérrez, R. M., & de Murphy, M.D.M.L.: Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. Cem. Concr. Compos. 33, 225–232 (2011)
8. Roma Jr, L. C., Martello, L. S., & Savastano Jr, H.: Evaluation of mechanical, physical and thermal performance of cement-based tiles reinforced with vegetable fibers. Constr. Build. Mater. 22, 668–674 (2008)
9. Savastano Jr, H., Warden, P. G., & Coutts, R.S.P.: Mechanically pulped sisal as reinforcement in cementitious matrices. Cem. Concr. Compos. 25, 311–319 (2003)
10. Morton, J. H., Cooke, T., & Akers, S.A.S.: Performance of slash pine fibers in fiber cement products. Constr. Build. Mater. 24, 165–170 (2010)
11. Toledo Filho, R. D., Ghavami, K., England, G. L., & Scrivener, K.: Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability. Cem. Concr. Compos. 25, 185–196 (2003)
12. Toledo Filho, R. D., Ghavami, K., Sanjuán, 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)
13. Bentchikou, M., Guidoum, A., Scrivener, K., Silhadi, K., & Hanini, S.: Effect of recycled cellulose fibres on the properties of lightweight cement composite matrix. Constr.

Build. Mater. 34, 451–456 (2012)

14. Neithalath, N., Weiss, J., & Olek, J.: Acoustic performance and damping behavior of cellulose–cement composites. Cem. Concr. Compos. 26, 359–370 (2004)
15. Tolêdo Filho, R. D., Scrivener, K., England, G. L., & Ghavami, K.: Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. Cem. Concr. Compos. 22, 127–143 (2000)
16. Mohr, B. J., Biernacki, J. J., & Kurtis, K.E.: Microstructural and chemical effects of wet/dry cycling on pulp fiber–cement composites. Cem. Concr. Res. 36, 1240–1251 (2006)
17. Mohr, B. J., Nanko, H., & Kurtis, K.E.: Durability of kraft pulp fiber–cement composites to wet/dry cycling. Cem. Concr. Compos. 27, 435–448 (2005)
18. Ardanuy, M., Claramunt, J., García-Hortal, J. A., & Barra, M.: Fiber-matrix interactions in cement mortar composites reinforced with cellulosic fibers. Cellulose. 18, 281–289 (2011)
19. Ardanuy, M., Claramunt, J., & Toledo Filho, R.D.: Cellulosic fiber reinforced cement-based composites: A review of recent research. Constr. Build. Mater. 79, 115–128 (2015)
20. Vasiliev, V. V., & Morozov, E. V.: Advanced mechanics of composite materials and structural elements. Newnes (2013)
21. Hospodarova, V., Stevulova, N., Vaclavik, V., & Dvorsky, T.: Implementation of recycled cellulosic fibres into cement based composites and testing their influence on resulting properties. In: In IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. p. 012019. IOP Publishing (2017)
22. Galan-Marin, C., Rivera-Gomez, C., & Garcia-Martinez, A.: Use of natural-fiber bio-composites in construction versus traditional solutions: Operational and embodied energy assessment. Materials (Basel). 9, 465 (2016)
23. Cabeza, L. F., Rincón, L., Vilariño, V., Pérez, G., & Castell, A.: Life cycle assessment (LCA) and life cycle energy analysis (LCEA) of buildings and the building sector: A review. Renew. Sustain. energy Rev. 29, 394–416 (2014)
24. Soydan, A. M., Sari, A. K., Duymaz, B., Akdeniz, R., & Tunaboylu, B.: Air-cured fiber-cement composite mixtures with different types of cellulose fibers. Adv. Mater. Sci. Eng. 1–9 (2018)
25. Ferreira, S. R., Pepe, M., Martinelli, E., de Andrade Silva, F., & Toledo Filho, R.D.: Influence of natural fibers characteristics on the interface mechanics with cement

based matrices. Compos. Part B Eng. 140, 183–196 (2018)

26. Aciu, C., Iluţiu–Varvara, D. A., Cobirzan, N., & Balog, A.: Recycling of paper waste in the composition of plastering mortars. In: Procedia Technology. pp. 295–300 (2014)
27. Seydibeyoglu, M. O., Mohanty, A. K., & Misra, M.: Fiber technology for fiber-reinforced composites. Woodhead Publishing (2017)
28. Onuaguluchi, O., & Banthia, N.: Plant-based natural fibre reinforced cement composites: A review. Cem. Concr. Compos. 68, 96–108 (2016). https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.02.014
29. FAO: The Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), World Agriculture: towards 2015/2030. An FAO Perspective. Earthscan Publications Ltd, London, 2003 (2013)
30. Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M.: Progress report on natural fiber reinforced composites. Macromol. Mater. Eng. 299, 9–26 (2014)
31. Pietak, A., Korte, S., Tan, E., Downard, A., & Staiger, M.P.: Atomic force microscopy characterization of the surface wettability of natural fibres. Appl. Surf. Sci. 253, 3627–3635 (2007)
32. Khalil, H. A., Bhat, A. H., & Yusra, A.I.: Green composites from sustainable cellulose nanofibrils: A review. Carbohydr. Polym. 87, 963–979 (2012)
33. Alvarez, V. A., Ruscekaite, R. A., & Vazquez, A.: Mechanical properties and water absorption behavior of composites made from a biodegradable matrix and alkaline-treated sisal fibers. J. Compos. Mater. 37, 1575–1588 (2003)
34. Li, Y., Mai, Y. W., & Ye, L.: Sisal fibre and its composites: a review of recent developments. Compos. Sci. Technol. 60, 2037–2055 (2000)
35. Pereira, P. H. F., Rosa, M. D. F., Cioffi, M. O. H., Benini, K. C. C. D. C., Milanese, A. C., Voorwald, H. J. C., & Mulinari, D.R.: Vegetal fibers in polymeric composites: a review. Polímeros. 25, 9–22 (2015)
36. Hattalli, S., Benaboura, A., Ham-Pichavant, F., Nourmamode, A., & Castellan, A.: Adding value to Alfa grass (Stipa tenacissima L.) soda lignin as phenolic resins 1. Lignin characterization. Polym. Degrad. Stab. 76, 259–264 (2002)
37. Satyanarayana, K. G., Ravikumar, K. K., Sukumaran, K., Mukherjee, P. S., Pillai, S. G. K., & Kulkarni, A.G.: Structure and properties of some vegetable fibres: Part 3 Talipot and palmyrah fibres. J. Mater. Sci. 21, 57–63 (1986)
38. Dicker, M. P., Duckworth, P. F., Baker, A. B., Francois, G., Hazzard, M. K., & Weaver, P.M.: Green composites: A review of material attributes and complementary

applications. Compos. part A Appl. Sci. Manuf. 56, 280–289 (2014)

39. Sarikanat, M., Seki, Y., Sever, K., & Durmuşkahya, C.: Determination of properties of Althaea officinalis L.(Marshmallow) fibres as a potential plant fibre in polymeric composite materials. Compos. Part B Eng. 57, 180–186 (2014)
40. Saha, P., Manna, S., Chowdhury, S. R., Sen, R., Roy, D., & Adhikari, B.: Saha, P., Manna, S., Chowdhury, S. R., Sen, R., Roy, D., & Adhikari, B. (2010). Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment. Bioresour. Technol. 101, 3182–3187 (2010)
41. Satyanarayana, K. G., Guimarães, J. L., & Wypych, F.E.R.N.A.N.D.O.: Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications. Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 38, 1694–1709 (2007)
42. Li, X., He, L., Zhou, H., Li, W., & Zha, W.: Li, X., He, L., Zhou, H., Li, W., & Zha, W. (2012). Influence of silicone oil modification on properties of ramie fiber reinforced polypropylene composites. Carbohydr. Polym. 87, 2000–2004 (2012)
43. Karimi, S., Tahir, P. M., Karimi, A., Dufresne, A., & Abdulkhani, A.: Kenaf bast cellulosic fibers hierarchy: a comprehensive approach from micro to nano. Carbohydr. Polym. 101, 878–885 (2014)
44. Le Moigne, N., Longerey, M., Taulemesse, J. M., Bénézet, J. C., & Bergeret, A.: Study of the interface in natural fibres reinforced poly (lactic acid) biocomposites modified by optimized organosilane treatments. Ind. Crops Prod. 52, 481–494 (2014)
45. Tserki, V., Zafeiropoulos, N. E., Simon, F., & Panayiotou, C.: A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres. Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 36, 1110–1118 (2005)
46. Prasad, A. R., & Rao, K.M.: Mechanical properties of natural fibre reinforced polyester composites: Jowar, sisal and bamboo. Mater. Des. 32, 4658–4663 (2011)
47. Guimaraes, J. L., Frollini, E., Da Silva, C. G., Wypych, F., & Satyanarayana, K.G.: Characterization of banana, sugarcane bagasse and sponge gourd fibers of Brazil. Ind. Crops Prod. 30, 407–415 (2009)
48. Azwa, Z. N., Yousif, B. F., Manalo, A. C., & Karunasena, W.: A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. Mater. Des. 47, 424–442 (2013)
49. Liu, K., Takagi, H., Osugi, R., & Yang, Z.: Effect of physicochemical structure of natural fiber on transverse thermal conductivity of unidirectional abaca/bamboo fiber composites. Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 43, 1234–1241 (2012)

50. Habibi, Y., El-Zawawy, W. K., Ibrahim, M. M., & Dufresne, A.: Processing and characterization of reinforced polyethylene composites made with lignocellulosic fibers from Egyptian agro-industrial residues. Compos. Sci. Technol. 7–8, (2008)
51. Hoareau, W., Trindade, W. G., Siegmund, B., Castellan, A., & Frollini, E.: Hoareau, W., Trindade, W. G., Siegmund, B., Castellan, A., & Frollini, E. (2004). Sugar cane bagasse and curaua lignins oxidized by chlorine dioxide and reacted with furfuryl alcohol: characterization and stability. Polym. Degrad. Stab. 86, 567–576 (2004)
52. d'Almeida, J. R. M., Aquino, R. C. M. P., & Monteiro, S.N.: Tensile mechanical properties, morphological aspects and chemical characterization of piassava (Attalea funifera) fibers. Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 87, 1473–1479 (2006)
53. Wang, J., Zheng, Y., & Wang, A.: Effect of kapok fiber treated with various solvents on oil absorbency. Ind. Crops Prod. 40, 178–184 (2012)
54. Tye, Y. Y., Lee, K. T., Abdullah, W. N. W., & Leh, C.P.: Potential of Ceiba pentandra (L.) Gaertn.(kapok fiber) as a resource for second generation bioethanol: Effect of various simple pretreatment methods on sugar production. Bioresour. Technol. 116, 536–539 (2012)
55. Elizalde-González, M. P., Mattusch, J., Peláez-Cid, A. A., & Wennrich, R.: Elizalde-González, M. P., Mattusch, J., Peláez-Cid, A. A., & Wennrich, R. (2007). Characterization of adsorbent materials prepared from avocado kernel seeds: Natural, activated and carbonized forms. J. Anal. Appl. Pyrolysis. 78, 185–193 (2007)
56. Henrique, M. A., Silvério, H. A., Neto, W. P. F., & Pasquini, D.: Valorization of an agro-industrial waste, mango seed, by the extraction and characterization of its cellulose nanocrystals. J. Environ. Manage. 121, (2013)
57. Tanobe, V. O., Sydenstricker, T. H., Munaro, M., & Amico, S.C.: A comprehensive characterization of chemically treated Brazilian sponge-gourds (Luffa cylindrica). Polym. Test. 24, 474–482 (2005)
58. Jawaid, M. H. P. S., & Khalil, H.A.: Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review. Carbohydr. Polym. 86, 1–18 (2011)
59. Xu, F., Shi, Y. C., & Wang, D.: X-ray scattering studies of lignocellulosic biomass: a review. Carbohydr. Polym. 94, 904–917 (2013)
60. Alemdar, A., & Sain, M.: Biocomposites from wheat straw nanofibers: Morphology, thermal and mechanical properties. Compos. Sci. Technol. 68, 557–565 (2008)
61. Chen, L., Hong, F., Yang, X. X., & Han, S.F.: Biotransformation of wheat straw to bacterial cellulose and its mechanism. Bioresour. Technol. 135, 464–468 (2013)

62. Cordeiro, N., Ornelas, M., Ashori, A., Sheshmani, S., & Norouzi, H.: Investigation on the surface properties of chemically modified natural fibers using inverse gas chromatography. Carbohydr. Polym. 87, 2367–2375 (2012)
63. Kaushik, A., Singh, M., & Verma, G.: Green nanocomposites based on thermoplastic starch and steam exploded cellulose nanofibrils from wheat straw. Carbohydr. Polym. 82, 337–345 (2010)
64. Bledzki, A. K., Mamun, A. A., & Volk, J.: Barley husk and coconut shell reinforced polypropylene composites: the effect of fibre physical, chemical and surface properties. Compos. Sci. Technol. 70, 840–846 (2010)
65. Anselmo Filho, P., & Badr, O.: Biomass resources for energy in North-Eastern Brazil. Appl. Energy. 77, 51–67 (2004)
66. Mansur, M. A., & Aziz, M.A.: A study of jute fibre reinforced cement composites. Int. J. Cem. Compos. Light. Concr. 4, 75–82 (1982)
67. Savastano Jr, H., Agopyan, V., Nolasco, A. M., & Pimentel, L.: Plant fibre reinforced cement components for roofing. Constr. Build. Mater. 13, 433–438 (1999)
68. Bilba, K., Arsène, M. A., & Ouensanga, A.: Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composite. Cem. Concr. Compos. 25, 91–96 (2003)
69. Sudin, R., & Swamy, N.: Bamboo and wood fibre cement composites for sustainable infrastructure regeneration. J. Mater. Sci. 41, 6917–6924 (2006)
70. Fan, M., Ndikontar, M. K., Zhou, X., & Ngamveng, J.N.: Cement-bonded composites made from tropical woods: Compatibility of wood and cement. Constr. Build. Mater. 36, 135–140 (2012)
71. Sanjuán, M. A., & Toledo Filho, R.D.: Effectiveness of crack control at early age on the corrosion of steel bars in low modulus sisal and coconut fibre-reinforced mortars. Cem. Concr. Res. 28, 555–565 (1998)
72. Ramakrishna, G., & Sundararajan, T.: Impact strength of a few natural fibre reinforced cement mortar slabs: a comparative study. Cem. Concr. Compos. 27, 547–553 (2005)
73. Munawar, S. S., Umemura, K., & Kawai, S.: Characterization of the morphological, physical, and mechanical properties of seven nonwood plant fiber bundles. J. Wood Sci. 53, 108–113 (2007)
74. Savastano Jr, H., Warden, P. G., & Coutts, R.S.P.: Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites. Cem. Concr. Compos. 22, 379–384

(2000)

75. Savastano Jr, H., Warden, P. G., & Coutts, R.S.P.: Microstructure and mechanical properties of waste fibre–cement composites. Cem. Concr. Compos. 27, 583–592 (2005)
76. Coutts, R. S. P., Ni, Y., & Tobias, B.C.: Air-cured bamboo pulp reinforced cement. J. Mater. Sci. Lett. 13, 283–285 (1994)
77. Coutts, R. S. P., & Warden, P.G.: Air-cured abaca reinforced cement composites. Int. J. Cem. Compos. Light. Concr. 9, 69–73 (1987)
78. Coutts, R. S. P., & Warden, P.G.: Sisal pulp reinforced cement mortar. Cem. Concr. Compos. 14, 17–21 (1992)
79. El-Ashkar, N. H., Nanko, H., & Kurtis, K.E.: Effect of moisture state on mechanical behavior and microstructure of pulp fiber-cement mortars. J. Mater. Civ. Eng. 19, 691–699 (2007)
80. Coutts, R.S.P.: Flax fibres as a reinforcement in cement mortars. nternational J. Cem. Compos. Light. Concr. 5, 257–262 (1983)
81. Binici, H., Aksogan, O., & Shah, T.: Investigation of fibre reinforced mud brick as a building material. Constr. Build. Mater. 19, 313–128 (2005)
82. Goodhew, S., & Griffiths, R.: Sustainable earth walls to meet the building regulations. Energy Build. 37, 451–459 (2005)
83. Shehata, M., Navarra, M., Klement, T., Lachemi, M., & Schell, H.: Use of wet cellulose to cure shotcrete repairs on bridge soffits. Part 2: Laboratory testing and analysis. Can. J. Civ. Eng. 33, 815–826 (2006)
84. Shehata, M., Navarra, M., Klement, T., Lachemi, M., & Schell, H.: Use of wet cellulose to cure shotcrete repairs on bridge soffits. Part 1: Field trial and observations. Can. J. Civ. Eng. 33, 807–814 (2006)
85. Sonebi, M., Bassuoni, M., & Yahia, A.: Pervious concrete: mix design, properties and applications. RILEM Tech. Lett. 1, 109–115 (2016)
86. Shu, X., Huang, B., Wu, H., Dong, Q., & Burdette, E.G.: Performance comparison of laboratory and field produced pervious concrete mixtures. Constr. Build. Mater. 25, 3187–3192 (2011)
87. Li, L. G., Feng, J. J., Zhu, J., Chu, S. H., & Kwan, A.K.H.: Pervious concrete: Effects of porosity on permeability and strength. Mag. Concr. Res. 73, 69–79 (2021)
88. Zhuge, Y.: Comparing the performance of recycled and quarry aggregate and their effect on the strength of permeable concrete. In: Futures in Mechanics of Structures

and Materials Toowoomba. pp. 343–349. , Australia (2008)

89. Yang, Z., Ma, W., Shen, W., & Zhou, M.: The aggregate gradation for the porous concrete pervious road base material. J. Wuhan Univ. Technol. Sci. Ed. 23, 391–394 (2008)
90. Juradin, S., Ostojić-Škomrlj, N., Brnas, I., & Prolić, M.: Influence of binder, aggregate and compaction techniques on the properties of single-sized pervious concrete. Adv. Concr. Constr. 10, 211–220 (2020)
91. Zhong, R., Leng, Z., & Poon, C.S.: Research and application of pervious concrete as a sustainable pavement material: A state-of-the-art and state-of-the-practice review. Constr. Build. Mater. 183, 544–553 (2018)
92. Tang, C. W., Cheng, C. K., & Tsai, C.Y.: Mix design and mechanical properties of high-performance pervious concrete. Materials (Basel). 12, 2577 (2019)
93. Oni, B., Xia, J., & Liu, M.: Mechanical properties of pressure moulded fibre reinforced pervious concrete pavement brick. Case Stud. Constr. Mater. 13, e00431 (2020)

Chapitre 2 : Etat de l'art sur les matériaux composites à matrice organiques et fibres cellulosiques

2.1 Introduction

Les polymères ont remplacé de nombreux matériaux conventionnels, notamment les métaux, dans diverses applications en raison de leurs avantages par rapport aux matériaux ordinaires.

Ils sont utilisés dans de nombreuses domaines en raison de leur facilité de traitement, leur productivité élevée, leur faible coût et de leur polyvalence.

Cependant, pour certaines utilisations spécifiques, certaines propriétés mécaniques comme la résistance et la ténacité des matériaux polymères sont inadéquates. Diverses approches ont été développées pour améliorer ces propriétés. Dans la plupart de ces applications, les propriétés des polymères sont modifiées à l'aide de charges et de fibres afin de répondre aux exigences de résistance et de module élevés.

Tableau 2. 1 Principaux polymères utilisés comme matrice pour les composites

Polymères	
Thermoplastiques	**Thermodurcissables**
Nylon	Phénolique
acétate de cellulose	Epoxy
polystyrène (PS)	polyester
Polypropylène (PP)	polyamide
Polyéthylène (PE)	polyuréthane
Polycarbonate (PC)	
Polychlorure de vinyle (PVC)	
Polyéther-éther cétone (PEEK)	
Acrylonitrile butadiène styrène (ABS)	

Les polymères renforcés par des fibres ont des propriétés spécifiques supérieures à celles des matériaux conventionnels et trouvent des applications dans divers domaines, allant des appareils ménagers aux vaisseaux spatiaux [1]. Les matrices polymères utilisées pour fabriquer des composites sont catégorisées en thermoplastiques et

thermodurcissables en fonction de leur type de liaison [2], et les classifications spécifiques sont fournies dans le Tableau 2. 1.

Les composites à matrice polymère (PMC) sont composés de différents types de polymères organiques constitués de fibres courtes ou continues avec la variété d'agents de renforcement qui permet d'améliorer les propriétés telles que la ténacité à la rupture, la haute résistance et la rigidité. Le PMC est réalisé de manière à ce que les charges mécaniques appliquées soient supportées par des fibres. La fonction de la matrice est de faire adhérer les fibres ensemble pour un transfert de charge efficace entre elles [3].

Une matrice polymère renforcée de fibres naturelles se compose d'une résistance plus élevée et la liaison interfaciale entre elles aide à maintenir leurs identités chimiques et mécaniques. En général, les fibres sont les principaux membres des porteurs de charge, tandis que la matrice les maintient en place et dans l'orientation souhaitée, elle agit comme un moyen de transfert de charge entre elles et les protège des dommages environnementaux [4–6].

La production de matériaux composites à matrice polymère plus simples et plus faciles est souhaitable par rapport à celle des composites à matrice céramique, à matrice carbone ou à matrice métallique du point de vue d'une fabrication plus facile. L'utilisation de polymères thermoplastiques pour les applications d'ingénierie est plus courante en raison de leur excellente résistance chimique, de leurs bonnes propriétés mécaniques et de leur faible coût. Un inconvénient majeur de ces polymères est qu'ils ne sont pas biodégradables après l'utilisation finale, ce qui pourrait être résolu dans une certaine mesure en fabriquant des matériaux composites de polymères avec des fibres naturelles [7]. Les thermoplastiques et les thermodurcissables présentent tous deux certains avantages et inconvénients en tant que matériaux de matrice dans la préparation des composites [8].

2.2 Composition et types des composites à matrice organique

Dans le cas des matériaux composites à matrice organique (CMO), différentes matrices sont utilisées pour conférer aux matériaux des propriétés spécifiques. Parmi les matrices thermodurcissables, on retrouve les résines polyesters insaturés (UP), qui sont peu onéreuses et sont généralement utilisées avec des fibres de verre dans de nombreuses applications de la vie courante. Les résines époxyde (EP), quant à elles,

offrent de bonnes caractéristiques mécaniques et sont généralement associées aux fibres de carbone pour la réalisation de pièces de structure performantes, telles que celles utilisées dans les véhicules et les voiliers de compétition, ainsi que dans l'aéronautique. Les résines vinylester sont principalement utilisées lorsque les résines polyester ne suffisent pas, offrant d'excellentes propriétés de résistance chimique. Les résines phénoliques (PF) sont utilisées dans les applications nécessitant une résistance au feu et aux flammes, conformément aux normes des transports civils. Les résines polyimides thermodurcissables (PIRP) sont adaptées aux applications à haute température (~300 °C), tandis que les polybismaléimides (BMI) sont utilisés pour des applications à température intermédiaire (~225 °C).

En ce qui concerne les thermoplastiques, des matériaux tels que le polypropylène, le polyamide, le polyétherimide (PEI), le poly(sulfure de phénylène) (PPS) et la poly(éther-éther-cétone de phénylène) (PEEK) sont utilisés pour la réalisation de pièces de structure et dans l'aéronautique. Les thermoplastiques offrent une plus grande facilité de transformation et de recyclage par rapport aux thermodurcissables.

Ainsi, les composites à matrice organique (CMO) utilisent différentes matrices, à la fois thermodurcissables et thermoplastiques, pour répondre à des exigences spécifiques. Les thermodurcissables offrent des options telles que les résines polyesters insaturés, les résines époxyde, les résines vinylester, les résines phénoliques, les résines polyimides thermodurcissables et les polybismaléimides, tandis que les thermoplastiques comprennent des matériaux tels que le polypropylène, le polyamide, le polyétherimide, le poly(sulfure de phénylène) et la poly(éther-éther-cétone de phénylène) pour des applications variées, y compris la structure et l'aéronautique.

2.2.1 Matrice PVC

2.2.1.1 Généralités

Le PVC est l'un des polymères les plus largement utilisés comme matrice dans la préparation de composites. Il s'agit d'un polymère thermoplastique synthétique produit industriellement par polymérisation du chlorure de vinyle (VC). Le PVC (polychlorure de vinyle) a été découvert en 1835 par le chimiste Henry Victor Regnault, mais sa production commerciale à grande échelle n'a commencé qu'à partir des années 1920-1930. La production technique du PVC a débuté à la fin des années 1920 à partir de VC et d'acétate de vinyle, formant également des éthers vinyliques et des esters acryliques. Cependant, le PVC a été identifié comme un matériau contaminant en raison de la libération de

substances nocives dans l'atmosphère, telles que le chlorure d'hydrogène et les dioxines, lors de son traitement ou de sa décomposition [9].

L'association du PVC avec des fibres naturelles représente une alternative intéressante en raison du caractère "respectueux de l'environnement" des fibres naturelles. De plus, les composites PVC offrent un large éventail d'applications et leur utilisation s'est développée plus rapidement que celle des autres composites polymères. Cela s'explique principalement par la bonne résistance chimique du PVC à une large gamme de fluides corrosifs. Il présente une résistance et une rigidité supérieures à la plupart des autres thermoplastiques. De plus, grâce à sa facilité de fabrication et sa durabilité, il convient parfaitement aux applications d'ingénierie pour la fabrication de produits rigides et flexibles. Le PVC est largement utilisé dans tous les secteurs économiques, notamment le bâtiment (> 50 %), l'emballage, l'électricité, l'électronique, les biens de consommation, la santé et les transports. Il s'agit de la deuxième matière plastique la plus utilisée à l'échelle mondiale, représentant environ 20 % de la consommation totale de plastiques, soit environ 20 millions de tonnes [10]. En plus, le PVC peut être utilisé en tant qu'isolant et gaine de protection pour les câbles électriques. À l'état brut, le PVC est naturellement cassant, ce qui nécessite l'ajout d'adjuvants pour améliorer ses propriétés. Le choix du type et de la quantité d'adjuvants est un défi majeur pour les fabricants de câbles électriques [11].

En ce qui concerne les matériaux composites bois-plastique, le PVC est devenu un matériau privilégié pour les structures de construction en raison de sa compatibilité avec les fibres naturelles, son coût abordable, sa durabilité, sa résistance aux produits chimiques et aux flammes. Les mélanges de polychlorure de vinyle/acrylonitrile styrène acrylate renforcés avec de la fibre de coco présentent des propriétés supérieures aux composites bois et PVC, en termes de résistance aux chocs et de propriétés thermiques, à condition que la teneur en fibres reste constante. Cependant, la résistance à la traction d'un mélange PVC/ASA diminue lorsque la quantité de fibres diminue [12–14].

2.2.1.2 Formulation et mise en oeuvre du PVC

2.2.1.2.1. Préparation du chlorure de vinyle

La structure moléculaire du monomère chlorure de vinyle (CVM) est représentée par la formule développée suivante :

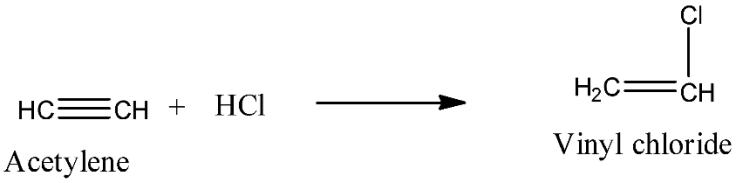
$$CH2=CHCl \qquad (2.\ 1)$$

Jusqu'à présent, sa production industrielle repose sur les deux procédés principaux suivants :

A. Obtention à partir de l'acétylène (par addition de l'HCl)

Il s'agit de la méthode la plus ancienne dans laquelle le chlorure de vinyle est produit par hydrochloration de l'acétylène, selon la réaction suivante :

$$HC{\equiv}CH + HCl \rightarrow CH2{=}CH\text{-}Cl \qquad (2.\ 2)$$



Cependant, en raison de son coût relativement élevé, cette méthode tend à être progressivement abandonnée.

B. Séparation de l'acide chlorhydrique du dichloro-1, 2 éthanes (C2H4Cl2)

Le processus comprend deux étapes. Tout d'abord, le dichloro-1,2 éthane est)produit à partir de l'éthylène. Ensuite, lors de la deuxième étape, le dichloro-1,2 éthane subit une pyrolyse pour donner du chlorure de vinyle, conformément à la formule :

$$Cl\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}Cl \rightarrow H_2C{=}CH\text{-}Cl + HCl \qquad (2.\ 3)$$

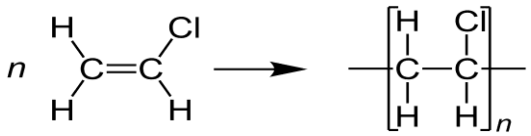
Dans ce processus, l'acide chlorhydrique gazeux produit peut être recyclé pour être utilisé dans l'oxychloration de l'éthylène.

2.2.1.2.2. Préparation du polychlorure de vinyl

A. Réaction de polymérisation

Il s'agit d'une réaction au cours de laquelle les molécules s'ajoutent successivement les unes aux autres pour former une longue chaîne macromoléculaire [10]. Les molécules géantes ainsi formées constituent un nouveau produit appelé polymère, qui possède des propriétés spécifiques. Cette polymérisation se produit généralement sous l'effet d'une température et d'une pression élevées, éventuellement en présence d'un catalyseur. On peut exprimer ce processus par l'équation :

$$nM \rightarrow Ma \qquad (2.\ 4)$$

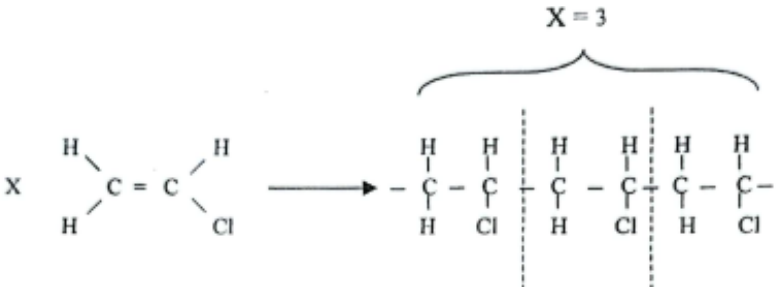


Dans cette équation, M représente la molécule du monomère, Ma représente la macromolécule polymère formée et n représente le nombre de motifs monomères dans la macromolécule (degré de polymérisation).

B. Molécule de PVC

La polymérisation du chlorure de vinyle peut être réalisée selon différents procédés : polymérisation en suspension, en masse, en émulsion, en micro-suspension ou en solution. La longueur de la chaîne, c'est-à-dire le nombre de motifs monomères (n) présents dans celle-ci, peut varier. De plus, il est possible d'insérer d'autres motifs monomères dans la chaîne du polymère pour modifier certaines de ses caractéristiques.

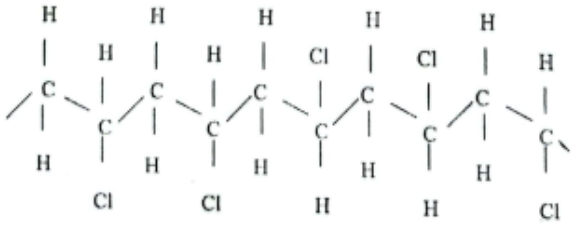
La polymérisation peut être approximativement décrite à l'aide de la formule suivante [11]:



(2. 5)

La polymérisation peut se faire selon différents types d'enchaînements, tels que l'enchaînement tête-à-tête, tête à queue et queue à queue. Ces trois modes d'enchaînement peuvent coexister dans la macromolécule.

La méthode de polymérisation utilisée pour le PVC est de type radicalaire, ce qui conduit à des polymères à structure en chaînes présentant une distribution irrégulière des atomes de chlore. Le schéma de cette structure est le suivant:



(2. 6)

2.2.1.2.3 Mélange de PVC prêt à l'emploi

Les résines de poly (chlorure de vinyle) ne sont jamais utilisées telles quelles. Afin de les utiliser de manière appropriée, elles doivent être formulées en ajoutant des adjuvants. Ces adjuvants servent à prévenir la décomposition du polymère par

déhydrochloruration et à assurer un bon écoulement dans les équipements de transformation. D'autres adjuvants sont également incorporés pour conférer des propriétés spécifiques à l'objet final, telles que la souplesse et la coloration [10].

Cet ensemble d'ingrédients forme une composition vinylique. Selon la présence ou l'absence de plastifiants, on obtient soit un mélange plastifié PVC-P, soit un mélange non plastifié PVC-U (conformément à la désignation ISO 1043-1).

L'homogénéisation de ces ingrédients avec le PVC est réalisée lors d'un traitement thermomécanique, qui permet de produire des mélanges prêts à l'emploi sous forme de poudres sèches, de granulés ou de pâtes plus ou moins visqueuses.

Ces mélanges prêts à l'emploi sont ensuite transformés à l'aide de machines appropriées, qui apportent de l'énergie thermique et mécanique, permettant d'obtenir des objets finis ou des matériaux semi-finis.

A. Formulation [10]

Comme mentionné précédemment, les résines PVC requièrent l'ajout d'adjuvants spécifiques pour leur mise en œuvre et l'obtention des propriétés particulières de l'objet final ou du matériau semi-fini. Ces adjuvants sont des substances mélangées physiquement avec le polymère, ayant pour but de modifier l'apparence du matériau, ses propriétés physiques et sa stabilité environnementale.

En général, les adjuvants sont des composés organiques ou organo-métalliques ayant une masse moléculaire inférieure à celle du polymère.

Le choix des adjuvants dépend :

- Des propriétés recherchées pour l'objet final (tels que les plastifiants, les charges, les pigments, etc.).
- Du procédé de mise en œuvre et des contraintes thermiques qui en découlent (comme les stabilisants, les lubrifiants, etc.).

Ces adjuvants peuvent être classés en différentes catégories. Le tableau 2.2 présente les principaux adjuvants utilisés pour les résines PVC .

B. Poudres [10]

Les adjuvants liquides et solides sont homogénéisés dans le PVC à l'aide de mélangeurs. On distingue deux types de mélangeurs : les mélangeurs rapides et les mélangeurs lents.

Les mélangeurs rapides sont spécialement conçus pour assurer une dispersion rapide des ingrédients. Ils sont adaptés aux poudres qui présentent de bonnes propriétés d'écoulement, ce qui permet de les alimenter facilement dans les machines de production.

Quant aux mélangeurs lents, ils offrent une capacité de mélange plus élevée, une consommation d'énergie d'agitation réduite et une utilisation simple. Ils sont généralement utilisés pour alimenter les machines de calandrage ou de production de granulés.

Tableau 2. 2 Principaux adjuvants pour résines et leurs rôles

Additifs	Fonction	Exemples
Stabilisants	Empêcher la dégradation du PVC sous l'effet de la chaleur, de la lumière et de l'oxygène	Plomb, étain, calcium/zinc, baryum/cadmium, huile de soja époxydée
Lubrifiants	Réduire les forces de frottement lors de la transformation du PVC	Paraffines, cires de polyéthylène, alcools et esters d'acides gras
Plastifiants	Diminuer les forces de liaisons entre les chaînes moléculaires du PVC pour obtenir une meilleure flexibilité	Ester phtalique, plastifiants polymères, paraffines chlorées
Charges	Modifier les propriétés mécaniques, électriques et thermiques du PVC	Carbonate de calcium, silice, talc
Colorants et pigments	Ajoutés pour obtenir une gamme de coloris étendue	Azoïques, anthraquinoniques, oxydes minéraux, organométalliques, noirs de carbone, pigments métallisés
Agents antichocs	Améliorent la résistance aux chocs du PVC, notamment à basse température	Polyéthylènes chlorés, polyacrylates, copolymères MBS ou ABS
Autres adjuvants	Ajoutés pour répondre à des exigences particulières	Antistatiques, fongicides, gonflants, protecteurs contre le rayonnement solaire, processing-aids.

C. Granulés [10]

La poudre préparée selon les conditions décrites précédemment peut être acheminée vers une unité de granulation. Cette unité est généralement composée des éléments suivants :

- Une extrudeuse ou un comalaxeur interne, où la poudre est progressivement transformée en une masse plastique visqueuse grâce à l'effet combiné de la chaleur et des forces mécaniques de cisaillement.
- Ensuite, une granulatrice équipée d'une filière plate ou à trous et d'un système de coupe est utilisée pour convertir la masse plastique (soit fondue, soit préalablement refroidie) en granulés de forme cylindrique ou cubique.

D. Pâtes [10]

Les pâtes, ou les plastisols, sont des suspensions de particules de PVC de petite taille (0,1 à 3 μm) dans des plastifiants organiques. Elles sont préparées à l'aide de procédés tels que l'émulsion ou la microsuspension. Ces pâtes peuvent contenir des stabilisants, des charges, des pigments, des colorants, des agents gonflants et même des qualités spéciales de PVC fabriquées en suspension appelées « extenders ». La viscosité des plastisols varie de 5 Pa.s (liquide) à 2000 Pa.s (mastic), en fonction de la quantité de PVC et de plastifiants utilisés. Les plastisols sont préparés dans des mélangeurs lents ou rapides, puis filtrés et débullés avant d'être stockés ou utilisés.

2.2.1.3 Propriétés du PVC

2.2.1.3.1. Propriétés mécaniques [10]

Les caractéristiques mécaniques sont évaluées en respectant les normes, à une température ambiante de 23 °C et à une humidité relative de 50 %.

A. Dureté

En fonction de la quantité de plastifiant présente dans la composition initiale du PVC, on évalue la dureté Shore A ou D :

- Pour les mélanges plastifiés (souples), la dureté Shore A se situe généralement entre 40 et 80 unités.
- Pour les mélanges peu ou non plastifiés (semi-rigides ou rigides), la dureté Shore D est d'environ 30 à 80 unités.

B. Module d'Young en flexion

La résistance à la traction du PVC peut atteindre environ 3 500 MPa dans le cas des PVC non plastifiés. Pour les PVC plastifiés, cette valeur est inférieure à 1 500 MPa et peut varier considérablement.

Le seuil de 1 500 MPa a été conventionnellement adopté par le Comité technique international ISO TC 61 [Plastiques] et l'AFNOR afin de distinguer les PVC plastifiés des PVC non plastifiés.

C. Contrainte à la rupture en traction

La résistance à la traction varie d'environ 30 à 60 MPa pour les PVC non plastifiés, tandis qu'elle se situe entre 10 et 25 MPa pour la plupart des PVC plastifiés (les valeurs dépendent de la vitesse de sollicitation et de la teneur en plastifiant). Dans le cas de produits finis biorientés à base de PVC non plastifié, la contrainte à la rupture en traction peut atteindre 90 MPa.

2.2.2 Les renforts

Les PVC renforcés par des fibres de cellulose offrent des propriétés supérieures aux matériaux conventionnels et trouvent des applications dans divers domaines. Les sources importantes des fibres cellulosiques sont le bois, le coton, le lin, le jute, le sisal, le chanvre et les sous-produits de la culture du maïs, du blé, du riz, de la canne à sucre, de l'ananas, de la banane et de la noix de coco.

2.3 Propriétés des composites à matrice organiques et fibres cellulosiques

L'utilisation des matériaux polymères dans le domaine électrotechnique est répandue car ils présentent les caractéristiques d'isolation les plus souhaitables [15]. Récemment, il y a un intérêt croissant pour la recherche dans le développement de composites polymères diélectriques.

Une attention particulière a été portée à la substitution des fibres synthétiques telles que le verre et le carbone par des fibres naturelles pour renforcer les polymères et développer de nouveaux biocomposites. Plusieurs études [16–18] ont démontré que les composites renforcés par des fibres de cellulose agissent comme des isolants efficaces, adaptés aux applications électriques et électroniques. Les fibres naturelles, dérivées de ressources renouvelables, sont largement disponibles, peu coûteuses, offrent des avantages en termes de recyclage, sont respectueuses de l'environnement et peuvent se biodégrader [19–21]. De plus, les fibres cellulosiques dans les composites thermoplastiques améliorent la résistance et la robustesse des plastiques [22].

Tableau 2. 3 Propriétés des principaux polymères utilisés en isolation électrique [23–27]

Proprietés	HDPE	LDPE	XLPE	PP	PVC	PA	PS
Densité (g/cm^3)	0.96-0.965	0.92-0.94	0.92	0.90-0.91	1.35-1.5	1.0-1.1	1.05
Module d'élasticité (GPa)	0.4-1.5	0.055-0.38	-	0.95-1.77	1.12	2.8	4-5
Résistance à la traction (MPa)	14.5-38	40-78	12.5-20	26-41.5	10-25	50-75	25-69
allongement à la rupture (%)	600	800	300-400	400	30	50-170	300-400
Point de fusion (°C)	128-135	110-120	-	160-176	115-245	210	>120
Resistivité volumique Pv (Q.cm)	10^{15}-10^{18}	10^{15}-10^{18}	10^{12}-10^{16}	10^{16}	10^{13}-10^{15}	$_{10}$15	10^{16}
Constante diélectrique ε_r (1 MHz)	2.3-2.4	2.2-2.35	4-6	2.2-.26	2.7-3.1	3.6	2.4-3.1
Facteur de perte tg δ (1 MHz)	3 x 10^{-4}	2 x 10^{-4}	2 x 10^{-3}	2-4 x 10^{-4}	2 x 10^{-2}	2 x 10^{-4}	10^{-4}
Rigidité Diélectricque (kV/mm)	22	27	42,5	20	14	25	20

HDPE: high-density polyethylene; LDPE: low-density polyethylene; XLPE: crosslinked polyethylene; PP: polypropylene; PVC: polyvinyl chloride; PA: polyamide; PS: polystyrene

2.3.1 Propriétés mécaniques [28]

D'après une étude [29] portant sur les propriétés mécaniques des composites PVC/ (Wood flour WF) hautement chargés, il a été constaté une diminution de la résistance à la traction en raison d'une mauvaise adhérence interfaciale entre le PVC hydrophobe et le WF hydrophile. De plus, en l'absence d'agent de couplage, il n'y a pas de transfert de contraintes entre la charge et la matrice ce qui affecte les résistances aux chocs.

Une autre étude [30] s'est intéressée aux effets de la concentration de WF et de la taille des particules sur les propriétés mécaniques des composites PVC/WF. Les résultats de l'analyse statistique ont montré une diminution d'environ 30 % de la résistance à la flexion et de la résistance aux chocs lors du chargement d'une teneur en WF de 38 à 56 % en poids dans le PVC. Cependant, le module de flexion des composites s'est amélioré en augmentant la concentration de WF jusqu'à 50 % en poids. Au-delà de ce seuil, le module de flexion a diminué en raison d'une dispersion et d'un mouillage insuffisant de la surface du WF avec la matrice polymère.

Par ailleurs, l'augmentation de la taille ou du diamètre des particules de WF a entraîné une amélioration du module de flexion et de la résistance du composite en raison d'un rapport L/D plus élevé dans le WF avec une taille de particules plus grande. En revanche, la résistance à la traction et aux chocs du composite PVC/WF a diminué et l'absorption d'eau a augmenté avec l'augmentation de la teneur en fibres [31].

2.3.2 Propriétés physiques et thermiques

Les résultats de l'analyse thermogravimétrique ont révélé que la teneur en WF avait un effet insignifiant sur la stabilité thermique des composites. L'étude thermique de l'incorporation de WF dans le PVC a montré une amélioration légère mais progressive de la température de décomposition des composites, tandis que la température de transition vitreuse est restée presque constante. De plus, une plus grande flexibilité du composite a été observée, ainsi qu'une meilleure interaction. Le composite PVC/WF a également présenté de meilleures performances par rapport au bois dans les domaines suivants : résistance aux termites, résistance au vieillissement dû aux intempéries, absorption d'humidité réduite et facilité d'installation [32].

L'ajout de WF dans le PVC rigide a également entraîné une accélération de la dégradation photochimique de la matrice polymère en raison des caractéristiques chromophores des fibres. De plus, il a été constaté une dispersion de phase entre les composants lors de l'incorporation de la charge [33].

2.3.3 Propriétés électriques

Les polymères conventionnels tels que le HDPE, le LDPE, le PP et le PVC sont largement utilisés comme isolants électriques dans une variété d'applications, allant des condensateurs aux câbles de transmission de puissance à haute fréquence, en passant par les composants électroniques et les systèmes d'isolation électrique [34]. Ces matériaux offrent d'excellentes propriétés mécaniques et diélectriques, ainsi qu'une bonne résistance chimique, une légèreté et un faible coût de production [35, 36]. Ils sont particulièrement adaptés à l'isolation des câbles électriques, garantissant ainsi un réseau de transmission d'énergie fiable et une bonne séparation entre les parties conductrices. De plus, les polymères et les composites à base de polymères sont largement utilisés dans le stockage d'énergie dans le domaine de l'électrotechnique, ainsi que dans d'autres secteurs tels que l'aéronautique, l'automobile et la construction.

Les études antérieures [18-19, 37] se sont principalement concentrées sur l'ajout de matières naturelles (jute, sisal, chanvre, lin, etc.) ou de fibres de bois comme renfort dans les composites biosourcés. Des recherches ont montré une relation étroite entre la teneur en cellulose du composite et sa constante diélectrique, suggérant que les biocomposites à base de cellulose peuvent avoir des performances diélectriques supérieures à celles des biocomposites de bois ou de fibres naturelles [37]. Cependant, jusqu'à 2015, peu d'études

[38, 39] ont examiné l'impact des fibres de cellulose sur les propriétés diélectriques des composites à base de bois dans la gamme des basses fréquences (de 1 Hz à 1 MHz), et aucune étude n'a encore examiné la réponse diélectrique des composites à base de cellulose sur une large bande de fréquence.

2.4 Applications techniques des composites à matrice organiques et fibres cellulosiques

Dans le domaine de construction, les composites à matrice organiques et fibres cellulosiques sont utilisé pour:

- La fabrication des panneaux isolants pour les bâtiments, offrant une isolation thermique et acoustique.
- Le renforcement des structures existantes telles que les ponts, les poutres et les colonnes. Ils peuvent être utilisés pour ajouter de la résistance et prolonger la durée de vie de ces structures.
- la fabrication des planchers, car ils sont légers, résistants à l'humidité et offrent une bonne isolation phonique.
- la fabrication des revêtements extérieurs de bâtiments, car ils offrent une grande résistance à l'eau, à l'humidité et aux intempéries.
- la fabrication de poutres en raison de leur légèreté, de leur résistance et de leur durabilité.
- la fabrication de toitures, car ils sont légers, résistants aux intempéries et offrent une bonne isolation thermique.
- la fabrication de conduits d'air et de chauffage, car ils sont résistants à la chaleur et à la corrosion.

Dans le domaine de l'industrie, les composites à matrice organiques et fibres cellulosiques sont utilisé pour:

- la fabrication de pièces intérieures et extérieures des véhicules, telles que les tableaux de bord, les panneaux de porte, les pare-chocs et les capots.
- la fabrication de pièces aéronautiques, telles que les ailes, les fuselages, les stabilisateurs et les gouvernes.
- la fabrication d'équipements sportifs, tels que les raquettes de tennis, les bâtons de hockey et les skis.
- la fabrication de pièces navales, telles que les coques de bateaux et les mâts.

- la fabrication d'équipements électroménagers, tels que les lave-linge et les sèche-linge.
- la fabrication d'emballages, tels que les plateaux alimentaires et les boîtes de conserve.

2.5 Conclusion

En conclusion, les polymères ont joué un rôle essentiel dans le remplacement des matériaux conventionnels tels que les métaux dans de nombreuses applications. Leurs avantages en termes de facilité de traitement, de productivité élevée, de faible coût et de polyvalence les rendent attrayants pour divers domaines. Cependant, certaines propriétés mécaniques des polymères peuvent être inadéquates pour certaines utilisations spécifiques, notamment en termes de résistance et de ténacité.

Pour surmonter ces limitations, différentes approches ont été développées, notamment l'utilisation de fibres pour renforcer les propriétés des polymères. Les composites à matrice polymère renforcés par des fibres offrent des propriétés supérieures aux matériaux conventionnels et trouvent des applications dans divers domaines.

Dans le cas des composites à matrice organique (CMO), le polychlorure de vinyle (PVC) est l'un des polymères les plus utilisés comme matrice. Le PVC présente une résistance chimique, une rigidité et une durabilité supérieures, ce qui en fait un choix courant pour de nombreuses applications. L'utilisation de fibres naturelles avec le PVC permet également de créer des composites respectueux de l'environnement.

Les composites à matrice polymère, en particulier ceux utilisant le PVC, offrent des opportunités intéressantes pour développer des matériaux plus résistants et durables dans divers domaines tels que la construction, l'aéronautique et l'électronique.

Références

1. Nabi Saheb, D., Jog, J.P.: Natural fiber polymer composites: A review. Adv. Polym. Technol. 18, 351–363 (1999). https://doi.org/10.1002/(SICI)1098-2329(199924)18:4<351::AID-ADV6>3.0.CO;2-X
2. Yashas Gowda, T.G., Sanjay, M.R., Subrahmanya Bhat, K., Madhu, P., Senthamaraikannan, P., Yogesha, B.: Polymer matrix-natural fiber composites: An overview. Cogent Eng. 5, 1446667 (2018). https://doi.org/10.1080/23311916.2018.1446667
3. Cao, Y., & Wu, Y.Q.: Evaluation of statistical strength of bamboo fiber and mechanical properties of fiber reinforced green composites. J. Cent. South Univ. Technol. 15, 564–567 (2008)
4. Kim, H. S., Yang, H. S., Kim, H. J., & Park, H.J.: Thermogravimetric analysis of rice husk flour filled thermoplastic polymer composites. J. Therm. Anal. Calorim. 76, 395–404 (2004)
5. Akil, H., Omar, M. F., Mazuki, A. M., Safiee, S. Z. A. M., Ishak, Z. M., & Bakar, A.A.: Kenaf fiber reinforced composites: A review. Mater. Des. 32, 4107–4121 (2011)
6. Ashori, A.: Wood–plastic composites as promising green-composites for automotive industries! Bioresour. Technol. 99, 4661–4667 (2008)
7. Tajvidi, M.: Static and dynamic mechanical properties of a kenaf fiber–wood flour/polypropylene hybrid composite. J. Appl. Polym. Sci. 98, 665–672 (2005)
8. Mark, J.E.: Physical properties of polymers handbook. , Nex York (2007)
9. Khalil, H. A., Tehrani, M. A., Davoudpour, Y., Bhat, A. H., Jawaid, M., & Hassan, A.: Natural fiber reinforced poly (vinyl chloride) composites: A review. J. Reinf. Plast. Compos. 32, 330–356 (2013)
10. Ausseur, D.: Poly (chlorure de vinyle). Les Tech. l'Ingénieur, Trait. Plast. Compos. Référence AM3325. (1999)
11. Bentchikou, M.: Elaboration et étude de deux materiaux composites a fibres cellulosiques et matrice minerale organique. application al l''isolation thermique. , Doctoral dissertation, Médéa (2000)
12. Klyosov, A.A.: Wood-plastic composites. John Wiley & Sons. (2007)
13. Cappucci, L.R.: Cappucci, L. R. (2009). PVC: A vital and sustainable resource. Plastics. Addit. Compd. 11, 22–23 (2009)
14. Rimdusit, S., Damrongsakkul, S., Wongmanit, P., Saramas, D., & Tiptipakorn, S.:

Characterization of coconut fiber-filled polyvinyl chloride/acrylonitrile styrene acrylate blends. J. Reinf. Plast. Compos. 30, 1691–1702 (2011)

15. Jayamani, E., Hamdan, S., Rahman, M. R., & Bakri, M.K.B.: Comparative study of dielectric properties of hybrid natural fiber composites. Procedia Eng. 97, 536–544 (2014)
16. Jayamani, E., Hamdan, S., Rahman, M. R., & Bakri, M.K.B.: Dielectric properties of lignocellulosic fibers reinforced polymer composites: Effect of fiber loading and alkaline treatment. Mater. Today Proc. 2, 2757–2766 (2015)
17. Hollertz, R.: Dielectric properties of wood fibre components relevant for electrical insulation applications, (2014)
18. George, G., Joseph, K., Nagarajan, E. R., Jose, E. T., & George, K.C.: Dielectric behaviour of PP/jute yarn commingled composites: Effect of fibre content, chemical treatments, temperature and moisture. Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 47, 12–21 (2013)
19. Amor, I. B., Rekik, H., Kaddami, H., Raihane, M., Arous, M., & Kallel, A.: Studies of dielectric relaxation in natural fiber–polymer composites. J. Electrostat. 67, 717–722 (2009)
20. Markiewicz, E., Paukszta, D., & Borysiak, S.: Acoustic and dielectric properties of polypropylene-lignocellulosic materials composites. In: Polypropylene InTech. pp. 193–217 (2012)
21. Basavaraja, C., Park, J. Y., & Huh, D.S.: Degradable and electrically conductive poly (3, 4-ethylenedioxythiophene)/sigma cell cellulose polymer composites. Polym. Compos. 38, 1864–1872 (2017)
22. Paul, A., & Thomas, S.: Electrical properties of natural-fiber-reinforced low density polyethylene composites: A comparison with carbon black and glass-fiber-filled low density polyethylene composites. J. Appl. Polym. Sci. 63, 247–266 (1997)
23. Notingher, P. V., Stancu, C., Enescu, I., & Enescu, A.: Dielectric properties of wood-polymer composites. Mater. Plast. 47, 393–398 (2010)
24. Brostow, W., & Zhang, D.: Tensile elongation at break for polymers related to Vickers hardness. Mater. Lett. 276, 128179 (2020)
25. Lide, D.R. (Ed. .: CRC handbook of chemistry and physics (Vol 85). CRC press (2004)
26. Ju, S., Chen, M., Zhang, H., & Zhang, Z.: Dielectric properties of nanosilica/low-density polyethylene composites: The surface chemistry of nanoparticles and deep traps induced by nanoparticles. Express Polym. Lett. 8, (2014)

27. Ku, H., Wang, H.: A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites. Compos. Part B Eng. 42, 856–873 (2011)
28. Tehrani, M.: Journal of Reinforced. (2012). https://doi.org/10.1177/0731684412458553
29. Marathe, D. S., & Joshi, P.S.: Characterization of highly filled wood flour–PVC composites: morphological and thermal studies. J. Appl. Polym. Sci. 114, 90–96 (2009)
30. Fasihi, M., & Garmabi, H.: Evaluation and optimization of the mechanical properties of highly filled PVC/(wood flour) composites by using experimental design. J. Vinyl Addit. Technol. 17, 112–119 (2011)
31. Sombatsompop, N., Prapruit, W., Chaochanchaikul, K., Pulngern, T., & Rosarpitak, V.: Effects of cross section design and testing conditions on the flexural properties of wood/PVC composite beams. J. Vinyl Addit. Technol. 16, 33–41 (2010)
32. Chetanachan, W., Sookkho, D., Sutthitavil, W., Chantasatrasamy, N., & Sinsermsuksakul, R.: PVC wood: A new look in construction. J. vinyl Addit. Technol. 7, 134–137 (2001)
33. Valle, G. C., Tavares, M. I., Luetkmeyer, L., & Stael, G.C.: Effect of wood content on the thermal behavior and on the molecular dynamics of wood/plastic composites. Macromol. Symp. 258, 113–118 (2007)
34. Hegde, V.: Dielectric study of biodegradable and/or bio-based polymeric materials, (2017)
35. Anjana, P. S., Deepu, V., Uma, S., Mohanan, P., Philip, J., & Sebastian, M.T.: Dielectric, thermal, and mechanical properties of CeO2-filled HDPE composites for microwave substrate applications. J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys. 48, 998–1008 (2010)
36. Qiao, Y., Yin, X., Zhu, T., Li, H., & Tang, C.: Dielectric polymers with novel chemistry, compositions and architectures. Prog. Polym. Sci. 80, 153–162 (2018)
37. Elloumi, I., Koubaa, A., Kharrat, W., Bradai, C., & Elloumi, A.: Dielectric properties of wood-polymer composites: Effects of frequency, fiber nature, proportion, and chemical composition. J. Compos. Sci. 5, 141 (2021)
38. Panaitescu, D. M., Notingher, P. V., Ghiurea, M., Ciuprina, F., Paven, H., Iorga, M., & Florea, D.: Properties of composite materials from polyethylene and cellulose microfibrils. J Optoelectron Adv Mater. 9, 2524–2528 (2007)
39. Zyane, A., Belfkira, A., Brouillette, F., Lucas, R., & Marchet, P.: Microcrystalline cellulose as a green way for substituting BaTiO3 in dielectric composites and

improving their dielectric properties. Cellul. Chem. Technol. 49, 783–787 (2015)

Chapitre 3 Elaboration et caractérisation physique et mécanique des deux composites élaborés

3.1 Introduction

L'utilisation des fibres cellulosiques dans la fabrication de matériaux composites requiert une bonne connaissance de leurs propriétés physiques et mécaniques.

Ce chapitre présentera les différents matériaux de base nécessaires à la fabrication des deux types de composites, ainsi que les essais de caractérisation correspondants.

Le premier composite est un mélange de mortier de ciment avec des fibres cellulosiques, avec des taux de fibres variant de 0 %, 5 %, 10 % à 20 %. Nous nous sommes particulièrement intéressés aux propriétés physiques et mécaniques de ce composite. De plus, une incompatibilité résulte de la nature hydrophile des fibres utilisées et du caractère plus hydrophobe de la matrice, ce qui entraîne une mauvaise dispersion des fibres et la formation d'un matériau hétérogène dont les propriétés mécaniques globales ne sont pas satisfaisantes. Afin d'améliorer ces propriétés, nous avons utilisé quatre techniques de réduction de la teneur en eau du mortier renforcé par les fibres cellulosiques (Sans charge, 8 kg, 16 kg et sous vide).

Le deuxième composite est constitué de polychlorure de vinyle (PVC) comme matrice organique, renforcée par des fibres cellulosiques (CF) de la Luffa Cylindrica avec des taux de 0 %, 1 %, 2,5 %, 4,35 %, 8 % et 12 %. Nous avons étudié l'évolution des propriétés mécaniques, thermiques et électriques des composites PVC/CF en fonction du taux de fibres, de l'âge des éprouvettes et de la température.

Ce chapitre présente également les techniques et méthodes utilisées pour la caractérisation des fibres et des composites élaborés.

3.2 Composites à matrice minérale

3.2.1 Matériaux de base nécessaire à l'élaboration des mortiers

La préparation des mortiers est effectuée en suivant les directives de la norme européenne EN 196-1 [10] dans des conditions de laboratoire identiques, à une température de 22 °C et une humidité relative d'au moins 50%, avec utilisation d'un mélangeur conforme à la norme NF P 15-411 [11].

3.2.1.1 Fibre de Cellulose

Les fibres utilisées dans cette étude sont issues du recyclage des emballages d'œufs. La préparation de ces fibres implique un traitement physico-chimique, qui est décrit en détail dans la Figure 3.1. La composition principale de la pâte utilisée comprend du bois résineux (40 %), de l'alfa (35 %) et du bois dur (25 %).

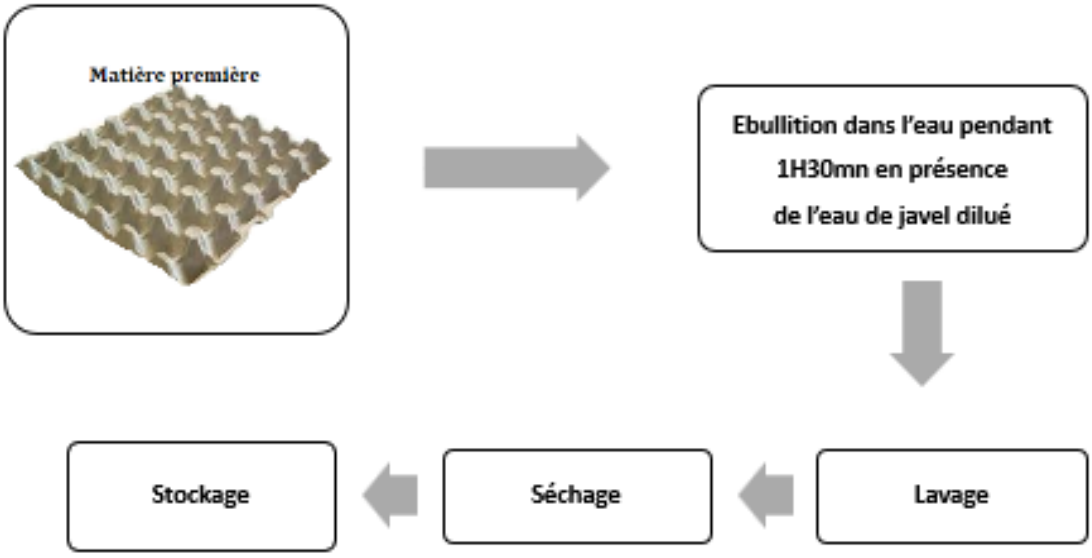


Figure 3. 1 schéma de principe des phases du traitement du déchet de papier[20]

3.2.1.2 Caractérisation des granulats

3.2.1.2.1 Masses volumiques

Les masses volumiques apparentes et absolues des différents sables utilisés ont été déterminées conformément à la norme NA-451 [1].

A. Masses volumiques apparente

La masse volumique apparente est obtenue en remplissant un récipient d'un volume de 1 L avec le matériau, puis en mesurant sa masse. On applique ensuite la relation suivante pour calculer la masse volumique apparente (ρ_app):

$$\rho_app = M / V \quad (3.1)$$

où M représente la masse du matériau (en kg) et V le volume du récipient (1 L), exprimant ainsi la masse volumique en kg/m^3.

B. Masse volumique absolue

Cet essai consiste à placer un volume d'eau de 200 ml dans une éprouvette, puis à y verser 100 g du matériau. En utilisant la relation 3.2, nous calculons la masse volumique absolue selon la formule suivante :

$$\rho_abs = M / (V2 - V1) \ (kg/m^3) \quad (3.2)$$

Où :

V1 : volume de l'ensemble eau+granulat

V2 : volume d'eau (200 ml)

À partir de ces résultats, nous pouvons obtenir les indices suivants : porosité (P), compacité (C) et indice des vides (I), en utilisant les formules suivantes :

$$C = \rho_app / \rho_abs \quad (3.3)$$

$$P = 1 - C \quad (3.4)$$

$$I = P / C \quad (3.5)$$

3.2.1.2.2 Propretés des granulats

Les granulats utilisés dans le béton doivent être propres, car les impuretés peuvent perturber le processus d'hydratation du ciment et entraîner une mauvaise adhérence entre les granulats et la pâte de ciment.

A. Equivalent de sable

Selon la norme NF-P-18-598 [2], la procédure de mesure de l'équivalent de sable est la suivante [3]:

- Prendre trois éprouvettes propres pour chaque type de sable, puis calculer la moyenne des trois résultats obtenus.
- Verser une quantité de 120 g de sable dans une éprouvette normalisée contenant une solution de lavage, en la remplissant jusqu'au premier trait, puis laisser reposer pendant 10 minutes.
- Fermer les éprouvettes et les agiter automatiquement à l'aide d'une machine agitatrice pendant 30 secondes.
- Laver les éprouvettes, les remplir avec la solution de lavage jusqu'au trait supérieur, et les laisser reposer pendant 20 minutes en évitant toute vibration.
- Mesurer les hauteurs h1 et h2, puis à l'aide d'un piston, mesurer h2'.

$$ES = 100.\ (h2'/\ h1) \qquad (3.\ 6)$$

$$ESV = 100.\ (h2/\ h1) \qquad (3.\ 7)$$

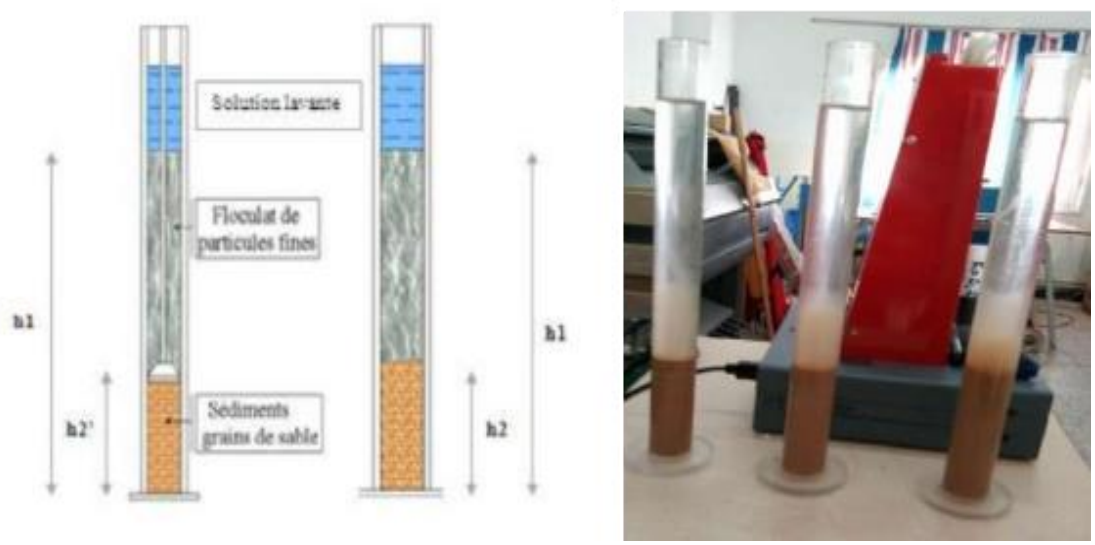


Figure 3. 2 Procédure de mesure de l'équivalent de sable

B. Granulométrie

B1. Objet de la norme NA-2607 [4]

L'objectif de la présente norme est de définir les granulats et leurs classifications en fonction de la taille des grains, ainsi que de fournir une méthode pour l'analyse et la représentation graphique de la courbe granulométrique.

B2. Le tamisage

L'analyse granulométrique par tamisage est réalisée à l'aide d'une série de tamis ayant des ouvertures normalisées. Les particules à tamiser sont d'abord séparées par lavage, puis les particules plus grosses sont fractionnées à l'aide des tamis.

Le pourcentage en masse de refus est obtenu en divisant la masse des particules retenues par la masse totale initiale et sèche du matériau. Le pourcentage en masse de tamisat est le complément du pourcentage en masse de refus (100 - pourcentage en masse de refus). La variation du pourcentage en masse de tamisat est ensuite tracée en fonction du logarithme décimal de la taille des mailles des tamis.

L'utilisation d'une échelle logarithmique pour la taille des mailles des tamis est plus appropriée pour représenter correctement l'étendue des valeurs de la dimension des particules. Cet essai est réalisé conformément à la norme NA-2607], où le sable est passé à travers une série de tamis de mailles décroissantes et le refus de chaque tamis est pesé.

Une quantité de 1000 g est utilisée pour le sable de concassage et 1000 g pour le sable roulé. Les courbes granulométriques sont tracées pour chaque type de sable, puis les coefficients suivants sont extraits de ces courbes :

- Le coefficient d'uniformité (Cu)
- Le coefficient de courbure (Cc)
- Le module de finesse (Mf)

B3. Courbe granulométrique

On trace la courbe granulométrique sur un graphique où l'axe des ordonnées représente le pourcentage massique de tamisat sous les tamis, et l'axe des abscisses indique les valeurs de la maille "D" des tamis, avec une échelle logarithmique. La forme de la courbe granulométrique représente la distribution des dimensions des particules. Cette distribution peut être qualifiée d'uniforme lorsque les dimensions des particules sont proches les unes des autres. Ainsi, elle est caractérisée par deux coefficients :

- Le coefficient d'uniformité (Cu) :

$$Cu = d60 / d10 \qquad (3.8)$$

- Le coefficient de courbure (Cc) :

$$Cc = (d30)2/\ d10.\ d\,60 \qquad (3.\ 9)$$

Ces coefficients fournissent des informations sur la répartition des tailles de particules dans l'échantillon granulaire, ce qui est important pour évaluer les propriétés et le comportement du matériau.

d10 : diamètre moyen des grains correspondant à 10 % du poids total passant.

d30 : diamètre moyen des grains correspondant à 30 % du poids total passant.

d60 : diamètre moyen des grains correspondant à 60 % du poids total passant.

La distribution des dimensions des particules est qualifiée de :

- Bien graduée si Cu > 10.
- Étalée si Cu > 2.
- Uniforme ou serrée si Cu < 2.

B4. Module de finesse NF EN 933-1 [5]

Le module de finesse d'un sable est défini comme étant le 1/100 de la somme des refus exprimés en pourcentage sur les différents tamis de la série suivante : 0.16, 0.315, 0.63, 1.25, 2.5, 5. Le module de finesse est d'autant plus faible que les granulats contiennent une plus grande quantité de particules fines. En d'autres termes, un module de finesse bas indique une plus grande proportion d'éléments fins dans le sable.

La teneur en eau de gâchage est inversement proportionnelle au module de finesse. Cela signifie que plus le module de finesse est élevé, moins la teneur en eau de gâchage est nécessaire. En conséquence, lorsque le module de finesse augmente, la résistance du matériau tend à progresser.

Le module de finesse des sables doit être compris entre 1.80 et 3.20 [6].

- Une valeur de Mf entre 2.20 et 2.80 convient bien pour obtenir une ouvrabilité satisfaisante, une bonne résistance et des risques de ségrégation limités.
- Une valeur de Mf entre 1.80 et 2.20 est recommandée si l'on cherche particulièrement à faciliter la mise en œuvre.

- Une valeur de Mf entre 2.80 et 3.20 correspond à des sables adaptés à la recherche de résistances élevées, mais cela peut entraîner une ouvrabilité moindre et des risques de ségrégation.

Selon Dreux et al. [6], un bon sable à béton devrait avoir un module de finesse compris entre 2.20 et 2.80.

3.2.1.3. Caractérisation du ciment

3.2.1.3.1 Essais physiques

A. La finesse

La finesse du ciment a un impact considérable sur la résistance mécanique, la consistance normale et le temps de prise. Elle est déterminée en mesurant la surface spécifique de Blaine à l'aide d'un perméabilimètre de Blaine.

B. La consistance normale

La quantité d'eau de gâchage requise pour obtenir une consistance normale de la pâte de ciment est mesurée à l'aide de l'appareil de Vicat, conformément à la norme NF P 15-431 [7].

C. Le temps de prise

Le début et la fin de prise sont déterminés à l'aide de l'aiguille de Vicat sur une pâte de consistance normale placée dans un moule tronconique.

3.2.1.3.2. Essais mécaniques sur le ciment

Selon la fiche technique, les essais mécaniques sur le ciment ont été effectués sur des éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm3 à raison de trois éprouvettes rapportées à la moyenne par âge. Le sable utilisé est un sable normalisé : 450 g de ciment, 1350 g de sable naturel et 225 g d'eau. Les résultats obtenus par cet essai sont acceptables pour la confection d'un mortier et sont résumés dans le tableau 3.1.

Tableau 3. 1 Evolution de la résistance du ciment en fonction de l'âge

Ages (jours)	Résistance à la compression (MPa)
2	>20
28	≥ 42.5 et 62.5

3.2.1.4 Essais sur mortier

Afin de caractériser le mortier à base de fibres cellulosiques, deux compagnes d'essais ont été réalisés. La première compagnie est réalisée sur des mortiers ayant subi une extraction d'eau par différentes méthodes, tandis que la deuxième compagnie s'adressait à aux mortiers soumis à différentes températures durant le processus de séchage.

3.2.1.4.1 Mortier frais

A. La masse volumique

Des essais pour la réduction de la teneur en eau du mortier renforcé par les fibres cellulosiques ont été effectués sur le mortier frais afin de déterminer la masse volumique à l'état frais du composite en mesurant la différence de poids entre les moules vides et les moules remplis en fonction du volume du moule.

$$\rho = \text{masse de mortier} / \text{volume de moule} \quad (3.10)$$

Avec le volume du moule = $3(4x4x16)=768\ cm^3$

3.2.1.4.2. Mortier durci

3.2.1.4.2.1. Essais mécaniques

Les essais couramment utilisés pour évaluer la résistance du mortier sont la compression et la traction par flexion.

A. Essai de traction par flexion

Selon la norme EN-196-1 [8], l'essai le plus couramment utilisé pour évaluer la résistance du mortier est l'essai de flexion. Il consiste à appliquer une force de flexion (par trois points avec l= 100 mm, espacement entre appuis) sur une éprouvette prismatique de dimensions (4x4x16) cm^3 ayant une longueur L et de côté b [3]. Dans notre étude, cet essai est effectué pour des cures de 28 jours et 90 jours.

La contrainte de flexion sur la fibre inférieure est donnée par la formule suivante**:**

$$\sigma = \frac{M}{I}\nu \qquad (3.11)$$

M est le moment de flexion entre les deux points d'application de la charge

$$M = \frac{F_f.L}{4} \qquad (3.12)$$

I est le moment d'inertie de la section transversale

$$I = \frac{a^4}{12} \qquad (3.13)$$

ν est la distance de la fibre la plus éloignée

$$\nu = \frac{a}{2} \qquad (3.14)$$

La résistance à la traction par flexion est calculée à l'aide de la formule suivante [8]:

$$\sigma_t = \frac{1.5F_fL}{a^3} \qquad (3.15)$$

En pratique, on utilise la relation 3.16 qui tient compte de l'hétérogénéité du béton ou du mortier.

$$\sigma_{t28} = \frac{0.9F_fL}{a^3} \qquad (3.16)$$

B. Essai de compression

La résistance à la compression a été mesurée en appliquant une compression axiale sur les demi-prismes des éprouvettes prismatiques de dimensions (4x4x16) cm^3. La résistance à la compression est obtenue en calculant la contrainte moyenne d'écrasement à partir des mesures effectuées sur trois éprouvettes.

Les demi-prismes de l'éprouvette obtenus après rupture en traction seront ensuite soumis à une compression,

La contrainte de rupture est calculée selon la relation 3.17 :

$$R_c = \frac{F_c}{b^2} \qquad (3.17)$$

R_C est la contrainte de rupture (MPa),

Fc est la charge de rupture (MN),

b^2 est la section de l'éprouvette (16×10^{-4}) m^2.

La résistance à la compression est déterminée en calculant la contrainte moyenne

d'écrasement de trois éprouvettes à chaque âge d'essai.

3.2.1.4.2.2. Essai d'absorption d'eau par capillarité

On utilise des éprouvettes prismatiques de section 4x4 cm^2 préalablement séchées jusqu'à atteindre une masse constante. L'éprouvette est pesée initialement (m0), puis elle est immergée dans un bac rempli d'eau (5 mm d'eau). À chaque intervalle de temps (12 min, 30 min, 1 h, 2 h, 4 h, 24 h), l'éprouvette est retirée du bac et pesée à nouveau (m1). La différence de poids entre m1 et m0 correspond au poids de l'eau absorbée par le matériau (m1 - m0).

3.2.1.4.2.3. Essai de retrai*t*

L'essai de retrait est défini comme la diminution du volume apparent du matériau. Il est mesuré sur des éprouvettes prismatiques de mortier de 16 cm de longueur et d'une section droite de 4x4 cm^2. Les éprouvettes sont conservées dans l'air à une température de 20°C et une hygrométrie de 50%.

La norme impose des limites de valeurs à 28 jours pour le retrait :

-800 µm/m pour les ciments portland CPA-CEM I et CPJ-CEM II de classe 32.5,

-1000 µm/m pour les mêmes types de ciment mais de classes 32.5R, 42.5 et 42.5R.

Le béton ou le mortier peut subir des changements de volume (retrait ou gonflement) pour diverses raisons, telles que la charge (fluage), les cycles de séchage et d'humidification, les réactions expansives pouvant survenir dans le ciment et les réactions expansives pouvant se produire entre le ciment et les agrégats [9].

Afin de mesurer le retrait, des éprouvettes prismatiques de dimensions (4x4x16) cm sont utilisées. On évalue, à différents intervalles de temps, la variation de longueur d'une éprouvette par rapport à sa longueur initiale à un temps de référence t0.

Le retrait total libre, dû à l'évaporation de l'eau contenue dans le mortier, est mesuré. Les éprouvettes sont conservées sans protection particulière, dans une salle où la température est maintenue à 20 ± 2°C et l'humidité relative à 65 ± 5%, en l'absence de courant d'air.

Afin d'assurer un bon contact entre l'aiguille du comparateur et le mortier, des plots ont été fixés au centre de la surface de contact de l'éprouvette. Les éprouvettes de mortier sont placées de manière à éviter tout risque d'instabilité à une température ambiante.

3.2.1.4.2.4. Mesure des variations de masse

La variation de masse est obtenue en pesant chaque éprouvette avec une précision de 0.1g à chaque intervalle de temps utilisé pour mesurer le retrait.

Pour chaque éprouvette, le rapport suivant est calculé :

$$\frac{\Delta M}{M} = \frac{M - M_t}{M} \qquad (3.\ 18)$$

ΔM est la variation de masse par rapport à la masse au moment du démoulage M.

M est la masse de l'éprouvette au moment du démoulage,.

M_t est masse de l'éprouvette mesurée à un temps t après démoulage.

3.2.2 Organigramme des essais d'extraction de l'eau du mortier renforcé par les fibres cellulosiques

Les essais d'extraction de l'eau du mortier renforcé par les fibres cellulosiques sont effectués en suivant les étapes du plan illustré par la Figure 3.3.

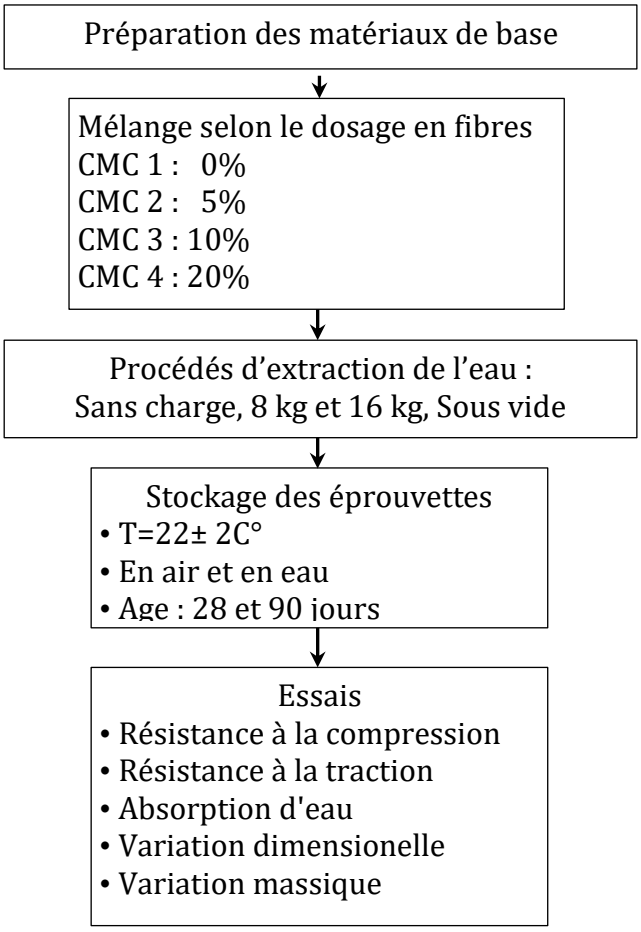


Figure 3.3 Organigramme des essais

3.2.2.1 Planification des expériences

La conception d'expériences est une méthode puissante pour planifier et réaliser des expériences, surtout lorsqu'il est essentiel d'étudier les effets combinés de plusieurs facteurs (ou variables) sur les résultats obtenus. Cette approche permet d'obtenir des informations précieuses sur les interactions et les effets conjoints des facteurs, offrant ainsi une meilleure compréhension des phénomènes étudiés. Grâce à la conception d'expériences, il est possible d'optimiser le protocole des essais et prendre des décisions éclairées basées sur des données fiables et significatives.

Lors de la mesure de la résistance à la compression des éprouvettes de composites de mortier, différentes conditions sont prises en compte, notamment le durcissement à l'air, l'absence de compactage et le compactage avec une charge de 8 kg. Trois facteurs sont pris en compte : la pression de compactage, le pourcentage de fibres et l'âge. L'établissement d'un plan d'expériences permet d'étudier l'effet de ces trois facteurs ainsi que de leurs interactions sur la résistance à la compression des composites de mortier. La démarche pour élaborer un plan d'expériences peut être divisée en plusieurs étapes, comme suit :

1. Déterminations du nombre des facteurs et des niveaux de chaque facteur,
2. Définition du plan d'expérience à utiliser,
3. Définition de la matrice de planification,
4. Réalisation des essais,
5. Calcul des coefficients du modèle,
6. Analyse des résultats par l'analyse de variance (ANOVA),
7. Interprétation des résultats.

3.2.2.1.1 Déterminations du nombre des facteurs et des niveaux de chaque facteur.

Tableau 3. 2 Facteurs et niveaux

Facteurs	Code	Niveau bas (-1)	Niveau haut (+1)
Charge de compactage (Kg)	X_1	0	8
Pourcentage des fibres (%)	X_2	0	20
Age (jours)	X_3	28	90

3.2.2.1.2 Définition du plan d'expérience à utiliser

Lorsque l'on souhaite étudier les effets combinés de plusieurs paramètres sur la réponse, l'approche du plan d'expérience factoriel complet (PEFC) est utilisée pour la planification et la réalisation des expériences, Cette approche repose sur trois composantes principales : les résultats de l'expérience, les facteurs de l'expérience et les niveaux des facteurs. Pour un PEFC composé de n facteurs et de deux niveaux, le nombre d'expériences requises est estimé à 2^n. Le modèle factoriel complet peut être représenté par 2^n coefficients de la forme:

$$y = a_0 + a_i \sum_{i=1}^{n} X_i + a_{ij} \sum_{i<j}^{n-1} \sum_{j=1}^{n} X_i X_j + a_{kij} \sum_{k<i}^{n-2} \sum_{i<j}^{n-1} \sum_{j=1}^{n} X_k X_i X_j + \ldots + \Delta + \varepsilon \qquad (3.19)$$

où y est la réponse ou le résultat de l'expérience; Δ est le manque d'ajustement; ε est l'erreur pure; X_i, X_j, X_k sont les niveaux des facteurs; et $a_0, a_i, a_{ij}, a_{kij}$ sont les coefficients liés aux facteurs $\left(X_i, X_j, X_k\right)$ et leurs interactions $\left(X_i X_j, X_k X_i X_j\right)$.

3.2.2.1.3 Définition de la matrice de planification

Tableau 3. 3 Matrice du plan factoriel complet

Expériences	X_1	X_2	X_3	Rc (MPa)
1	+1	+1	+1	
2	-1	-1	-1	
3	-1	+1	-1	
4	+1	-1	-1	
5	-1	+1	+1	
6	+1	+1	-1	
7	+1	-1	+1	
8	-1	-1	+1	

Rc est la résistance à la compression à mesurer.

3.2.2.1.4 Réalisation des essais

Une fois les facteurs et les niveaux sélectionnés, les expériences sont réalisées pour mesurer les valeurs de résistance à la compression. Les essais expérimentaux sont effectués en suivant une matrice de planification, où chaque essai correspond à une ligne distincte.

3.2.2.1.5 Calcul des coefficients du modèle

Après avoir mesuré les valeurs de résistance à la compression (Tableau 3.3), les coefficients du modèle factoriel complet, exprimé par l'équation (3.19), sont estimés à l'aide d'une régression linéaire multiple.

3.2.2.1.6 Analyse des résultats par l'analyse de variance (ANOVA)

Une fois que les coefficients du modèle ont été déterminés, il est important de vérifier si le modèle obtenu est précis. Cela est fait grâce à l'analyse de variance ANOVA, présentée dans le Tableau 3.4. L'analyse statistique de la variance permet de déterminer l'importance de chaque facteur et les interactions entre eux.

Tableau 3. 4 Analyse de variance (ANOVA)

Paramètres	*SS*	*DF*	*MS*	*F-value*
Model	$\sum_k \left(\hat{y}_k - \bar{y}\right)^2$	*m-1*	$\frac{\sum_k \left(\hat{y}_k - \bar{y}\right)^2}{m-1}$	$\frac{\sum_k \left(\hat{y}_k - \bar{y}\right)^2 (m-1)}{\sum_k \left(y_k - \hat{y}_k\right)^2 (n-m)}$
Residual	$\sum_k \left(y_k - \hat{y}_k\right)^2$	*n-m*	$\frac{\sum_k \left(y_k - \hat{y}_k\right)^2}{n-m}$	
Total	$\sum_k \left(y_k - \bar{y}\right)^2$	*n-1*		

Somme des carrés (SS), Degrés de liberté (df), Carré moyen (Mean Square, MS), F-value (valeur F)

3.2.2.1.7 Interprétation des résultats

Il existe divers types de plans d'expériences adaptés à différents objectifs spécifiques. Dans le cas présent, l'objectif des expériences est d'analyser l'impact de trois facteurs ainsi que de leurs interactions sur la résistance à la compression du mortier à base de ciment contenant des fibres cellulosiques recyclées.

3.2.3 Essais de séchage

Le principal avantage du renforcement fibreux est le comportement du composite après le début de la fissuration, car les fibres comblent les fissures de la matrice et transfèrent les charges. La ténacité post-fissuration peut permettre une utilisation plus intensive de tels composites dans le bâtiment. Cette utilisation exhaustive du mortier-ciment est due à ses bonnes propriétés mécaniques, son faible coût mais peut aussi être rapportée à sa durabilité qui est l'un des paramètres les plus signifiant [12]. Les propriétés de rétention d'eau des matériaux cimentaires constituent un indicateur important de leur durabilité. Cependant, le débit d'eau à travers les pores du mortier peut également indiquer une plus grande facilité de dégradation [13]. L'étude de l'interaction entre l'eau et le solide, en particulier lors du processus de séchage, est l'une des clefs des études de durabilité des produits cimentaires.

Le séchage des matériaux poreux est un processus complexe de transfert simultané de chaleur et de masse. L'interaction entre le solide et les divers mécanismes de transfert de chaleur et de masse ainsi que l'effet d'autres paramètres physiques rend difficile l'explication du transport interne du processus de séchage.

Le processus de séchage des matériaux poreux à base de ciment est nécessaire pour étudier leur microstructure, leur résistance et leurs caractéristiques de séchage. En outre, la clarification de la cinétique de séchage est souhaitable pour optimiser le processus de séchage, ce qui est important pour l'ingénierie, la gestion des déchets pour obtenir des matériaux écologiques et le développement de nouveaux dispositifs de séchage [14].

3.2.3.1. Matériels

Les fibres cellulosiques utilisées dans cette étude sont issues du recyclage d'emballages d'œufs. Pour préparer les composites de mortier, nous avons utilisé du ciment Portland de type CPJ-CEM II/A 42.5 N fourni par la société de ciment de Djelfa en Algérie. Le sable utilisé

est un mélange de sable naturel et de sable concassé avec un module de finesse de 2,5. Les proportions de sable naturel et de sable concassé sont respectivement de 51,75 % et 48,25 %. Nous avons utilisé de l'eau du robinet pour la préparation du mortier. Le dosage de l'eau de mélange varie pour chaque mélange en raison de l'ajout des fibres de cellulose. Dans le cadre de cette étude, nous avons conçu quatre fractions de poids de fibres cellulosiques par rapport au ciment afin d'étudier l'influence de la teneur en fibres sur la cinétique de séchage. Pour chaque test, nous avons effectué trois spécimens pour les essais de séchage à l'âge spécifié. Au total, nous avons coulé quarante-huit échantillons dans des moules de dimensions 40 mm x 40 mm x 160 mm Les proportions mélangées des mortiers étudiés et leurs notations sont présentées dans le Tableau 3.5.

Tableau 3. 5 Composition des matériaux et proportions massiques

Description	Masse du ciment (g)	Masse de l'eau (g)	Masse du sable (g)	Masse Des fibres cellulosiques (g)	Eau/Ciment E/C (-)
CMC1	450.00	225.00	1350.00	0.00	0.50
CMC2	379.77	311.41	1139.33	19.02	0.82
CMC3	310.85	373.06	932.57	31.10	1.20
CMC4	225.70	491.90	677.00	45.14	2.18

CMC : Composites de mortier de ciment

La proportion de ciment et de sable est restée constante (1:3). L'échantillon de référence (CMC1) a été préparé selon la norme avec un rapport E/C de 0,5 et sans l'ajout de fibres cellulosiques. Pour les échantillons CMC2, CMC3 et CMC4, la quantité de fibres de cellulose (FC) a été ajoutée en proportions de 5 %, 10 % et 20 % du poids du ciment, respectivement. Le rapport ciment/eau (E/C) a été varié en raison de la quantité changeante de fibres utilisée dans le mélange et en tenant compte de la nature hydrophile des FC. Ces constituants influencent significativement la maniabilité des mortiers, ce qui a également une incidence sur la porosité et les propriétés mécaniques. Tous les mélanges ont été préparés dans les mêmes conditions, dans une salle de laboratoire à une température de 22 ± 2 °C et à une humidité relative supérieure ou égale à 50 %. La préparation du mélange a été réalisée selon la norme européenne EN 196-1. 24 heures plus tard, les échantillons ont été retirés des

moules et conservés dans un récipient d'eau à 22 ± 2 °C jusqu'au jour des tests. L'immersion des eprouvettes dans l'eau s'est fait pendant 6 mois [15].

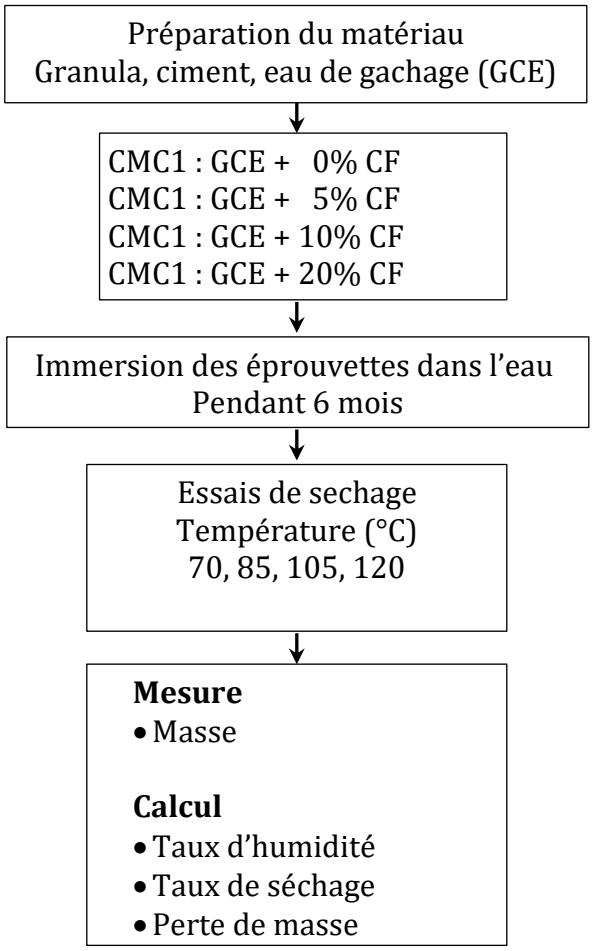


Figure 3. 4 Organigramme des essais de séchage

3.2.3.1. Processus de séchage

Afin d'établir un modèle cinétique de séchage, des tests de séchage ont été réalisés sur quatre groupes de composites de mortier de ciment renforcés de fibres cellulosiques (CMCRFC) à différents pourcentages de fibres (0 %, 5 %, 10 % et 20 %) et à quatre niveaux de température (70 °C, 85 °C, 105 °C et 120 °C). Après une période de cure de 28 jours dans l'eau, les échantillons ont été retirés du réservoir, essuyés avec un chiffon humide, puis enveloppés de deux couches de film plastique pendant 48 heures afin d'assurer une répartition uniforme de l'eau. Ensuite, chaque échantillon de chaque mélange a été pesé et

réparti de manière équitable dans un four préchauffé à une température spécifique pour le test de séchage. Un four ventilé et programmable en température a été utilisé, et la perte de poids a été mesurée à l'aide d'une balance électronique précise à 0,001 g. Le test de séchage consistait à préchauffer le séchoir à la température souhaitée, peser les échantillons humides, les placer sur une passoire en acier inoxydable, puis les introduire dans le four. La perte d'eau (m_t-m_d) et le temps (t) de séchage ont été enregistrés. La procédure de séchage est arrêtée lorsque la perte de masse relative était inférieure ou égale à 0,05 %. La dernière perte de poids enregistrée (m_0-m_d) a été utilisée pour calculer le taux d'humidité, où m_0, m_t et m_d représentent respectivement la masse de l'échantillon avant le séchage, pendant le séchage et après le séchage. Pour chaque matériau, trois tests indépendants ont été réalisés pour vérifier la reproductibilité et la fiabilité des expériences.

Les résultats des essais et leur interprétation détaillée seront présentés dans le prochain chapitre, fournissant une analyse approfondie des données recueillies. Les graphiques, tableaux et discussions permettront de mieux comprendre les résultats et leur signification dans le contexte de l'étude.

3.3 Composites à matrice organique

Les matériaux composites à matrice organique (CMO) sont des composites constitués d'une matrice et de fibres, offrant de nombreux avantages dans des domaines tels que la construction, l'aéronautique, et l'industrie. Leur combinaison crée des matériaux hautement performants avec des propriétés mécaniques exceptionnelles.

3.3.1 Matériaux de base nécessaire à l'élaboration

Pour la deuxième phase de ce projet, nous avons choisi le Polychlorure de Vinyle (PVC) comme matrice organique, et nous avons utilisé des fibres de courgette mexicaine comme renfort. Les essais ont été menés dans les laboratoires de CABEL, une entreprise spécialisée dans la production de câbles électriques et d'isolants, située à Gué de Constantine (Alger).

3.3.1.1 Préparation des fibres

Les fibres utilisées dans cette étude proviennent du fruit de la plante Luffa cylindrica. Avant d'être défibrées, ces fibres sont soumises à un processus d'homogénéisation selon l'organigramme illustré par la figure 3.5. La morphologie de la Luffa cylindrica, illustrée dans la figure 3.6, comprend une âme centrale (1), une paroi interne (2), une paroi externe (3) et une liaison entre l'âme et les parois (4) [16]. Ces parties sont constituées de cordons de fibres interconnectés, formant un réseau de mailles multidirectionnelles. L'utilisation de la Luffa cylindrica dans l'industrie a suscité un intérêt croissant ces dernières années en raison de ses nombreux avantages tels que sa disponibilité, sa légèreté, sa résistance, sa biodégradabilité, son faible coût, son respect de l'environnement et sa non-toxicité [17].

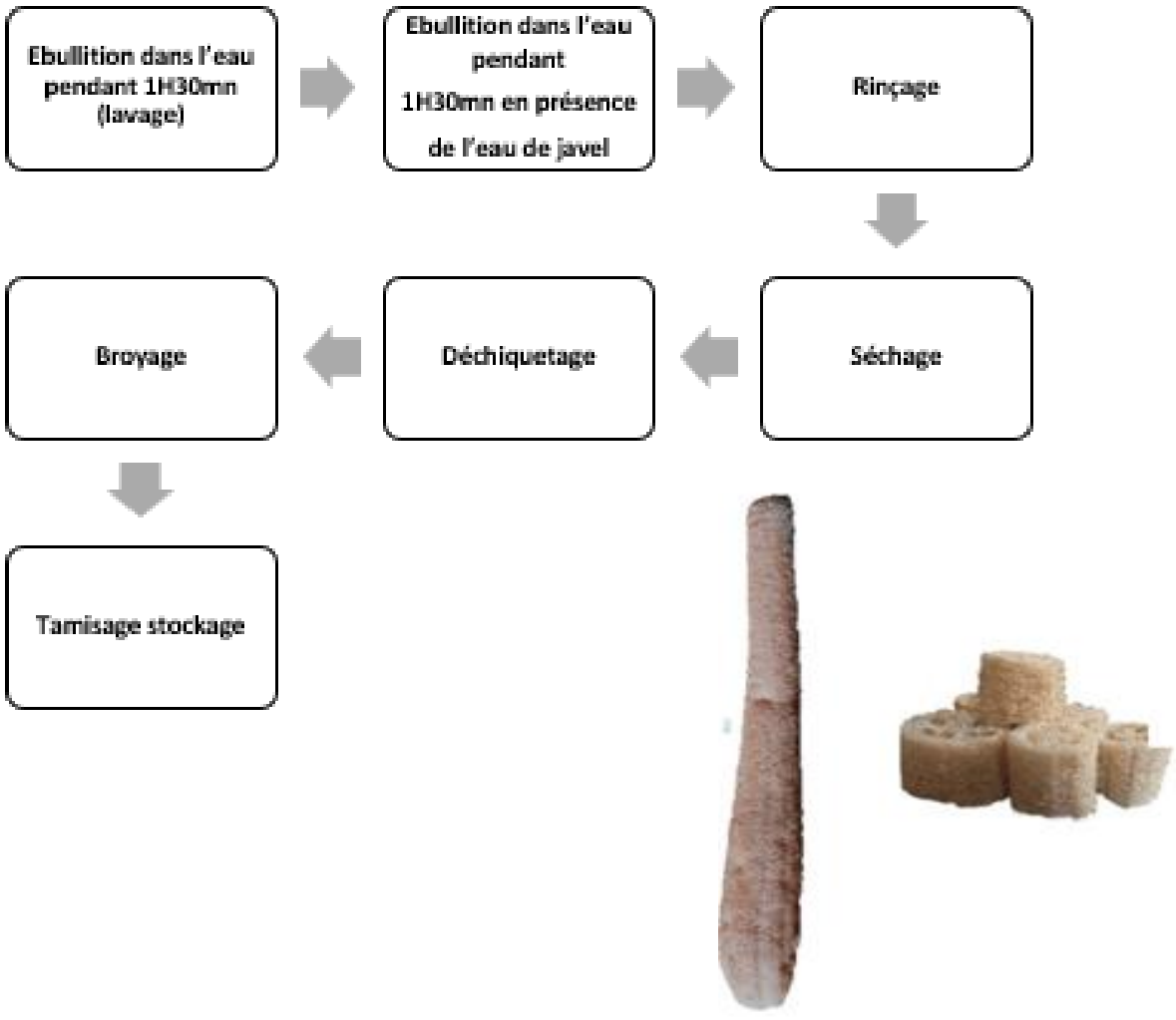


Figure 3. 5 Schéma de principe des phases de traitement de la courgette mexicaine

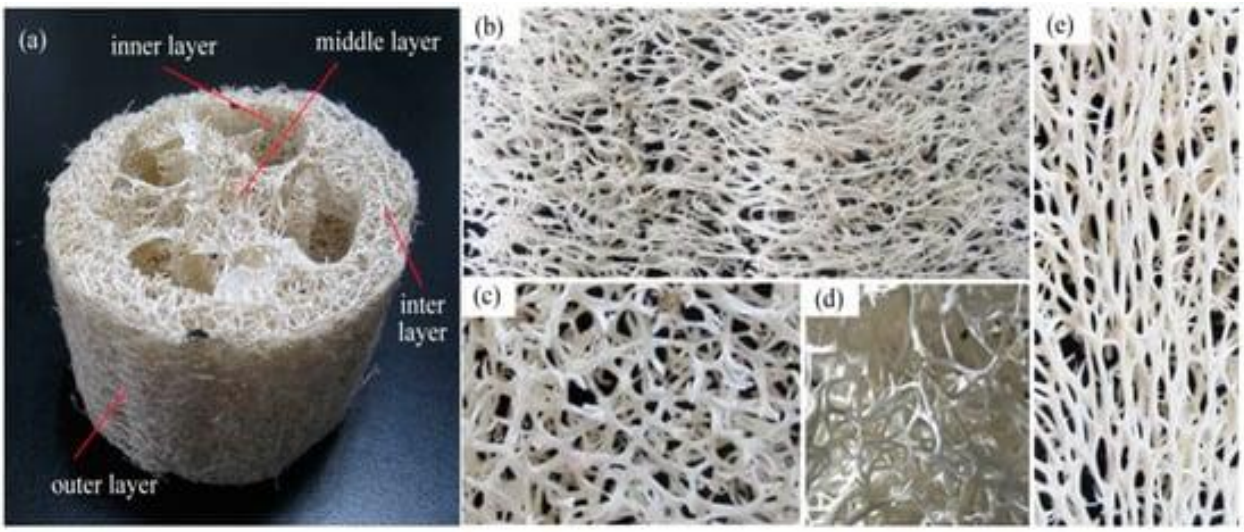


Figure 3. 6 Les caractéristiques géométriques de la colonne d'éponge de luffa : (a) différentes régions ; (b) orientation de la couche externe ; (c) orientation de la couche intermédiaire; (d) orientation de la couche médiane ; et (e) orientation de la couche interne [18].

Afin d'obtenir une série homogène de fibres, celles-ci sont broyées, puis tamisées à travers un tamis de 0,8 mm.

3.3.1.2 Préparation des échantillons

Les échantillons étudiés ont été fabriqués au laboratoire de chimie de CABEL, Ces échantillons sont composés de PVC basse tension 500/1000 V. La réalisation d'une plaque de (PVC + fibre de courgette mexicaine (FCM)) s'est déroulée en deux étapes distinctes.

A. Mélangeage

La résine de PVC ainsi que les ingrédients correspondants, sous forme de granulés "Compound" chargés de fibres, ont été ajoutés dans un mélangeur à cylindres de type F-ll PAPENMIER. Ce mélangeur chauffe l'ensemble jusqu'à 140°C pour assurer une bonne liaison entre les composants. Cette étape est connue sous le nom de mélangeage.

B. Mise en œuvre

Le mélange obtenu du mélangeur, sous forme de lambeaux, est transformé en plaques d'épaisseur supérieure à celle désirée. Ensuite, chaque plaque est placée entre les plateaux

d'une presse chauffée à 180 °C, appliquant une force de 400 kN pendant 5 minutes. Les plaques obtenues ont une forme carrée d'environ 25 cm de côté et une épaisseur de 2 mm. Après cette étape, les plaques sont découpées en éprouvettes circulaires de 7,5 cm de diamètre pour les tests électriques, tandis que d'autres sont façonnées en forme d'haltère (Figure 3.7) pour les tests mécaniques et de perte de masse, conformément à la norme CEI 540 [19].

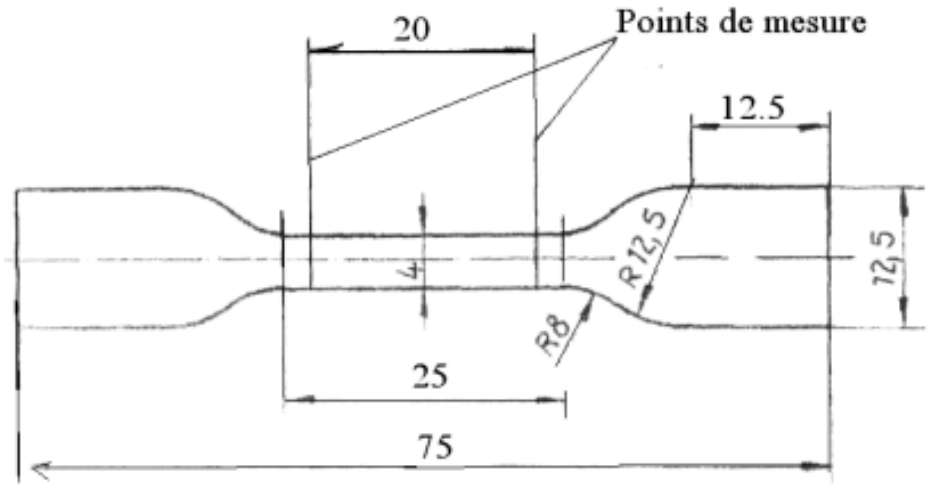


Figure 3.7 éprouvettes selon la norme (VE 505) ISO 527-2 (éprouvette de type 5A)

3.3.2 Matériel de caractérisation et essais réalisés [20]

3.3.2.1 Dispositifs expérimentaux

A. Dispositifs pour les essais électriques [20]

Pour mesurer le facteur de pertes diélectriques et déterminer la permittivité relative du matériau, un pont de SCHERING de type TETTEX AG a été utilisé. Ce pont est équipé d'un condensateur doté d'un anneau de garde pour empêcher les fuites de courant et les perturbations externes. La résistivité transversale de l'isolant a été mesurée à l'aide d'un mégohmmètre MULTI-MEGOHM METER MOM11 connecté au condensateur à anneau de garde. La rigidité diélectrique du matériau a été évaluée à l'aide d'un spintermètre automatique BAUR OLPRUFGERAT PGO 90 A.

B. Dispositifs pour les essais mécaniques [20]

L'appareil utilisé pour les essais mécaniques est équipé d'un dynamomètre doté de mâchoires qui exercent une force de traction croissante. Une des mâchoires est fixe, tandis que l'autre se déplace à une vitesse constante. Les mâchoires sont spécialement conçues pour empêcher les éprouvettes de glisser ou de se rompre au niveau des mâchoires.

C. Dispositifs pour les essais de pertes de masses [20]

Pour les essais de perte de masse, une balance électronique de précision METTLER, modèle H 15, a été utilisée. La balance est placée à l'intérieur d'une enceinte pour éviter toute interférence d'air lors des mesures.

D. Dispositifs pour l'essai de caractérisation thermique [20]

La méthode de mesure de la conductivité thermique utilisée pour déterminer le pouvoir isolant du matériau est celle de la plaque chaude gardée. Cet essai a été réalisé au laboratoire du CSTB en France [20].

3.3.2.2 Conditionnement des éprouvettes [20]

Avant chaque essai (électrique, mécanique ou perte de masse), les éprouvettes ont été soumises à un conditionnement dans un dessiccateur pendant au moins 20 heures, conformément aux recommandations de la norme CEI 540 [19]. Le matériau de référence est défini par un pourcentage de charges nul.

3.3.2.3 Essais électriques réalisés

Afin de déterminer l'endurance thermique du polymère, plusieurs éprouvettes de forme circulaire ont été exposé dans des étuves à circulation d'air à différentes températures de vieillissement : [80 - 150 C°] conformément aux recommandations de la norme IEC 611 [21].

Après chaque période de chauffage et pour chaque température de vieillissement, des échantillons ont été prélevés. Les caractéristiques du matériau, telles que le facteur de pertes diélectriques, la permittivité relative, la résistance transversale et la rigidité diélectrique, ont été mesurées après 7 jours de vieillissement. Les essais ont été réalisés dans des conditions

d'humidité relative moyenne de 55 % et sous une atmosphère d'air à une pression moyenne de 780 mmHg. Une tension d'essai de 500 V à 50 Hz a été appliquée sur une surface d'échantillon de 20 cm^2.

A1 .Résistivité transversale [20]

La résistivité transversale (ρ) est un paramètre crucial à considérer lors de l'utilisation de polymères diélectriques en tant qu'isolants. Il est essentiel de comprendre les mécanismes de conductivité qui peuvent se produire et de prédire les effets de divers facteurs tels que les variations de température.

La résistivité transversale ρ est définie par la relation suivante : $\rho = R\,S/e$, où :

- R est la résistance de passage de courant mesurée en ohms (Ω)
- S est la surface de l'éprouvette en centimètres carrés (cm^2), ayant une valeur constante de 20 cm^2
- E est l'épaisseur de l'éprouvette en centimètres (cm).

A2.Rigidité diélectrique

La caractéristique de rigidité diélectrique est évaluée en traçant des courbes de concentration en fonction de la rigidité diélectrique avant et après le vieillissement.

A3. Indice de pertes diélectriques

L'indice de pertes diélectriques a été mesuré avant et après le vieillissement en fonction de la température.

3.3.2.4 Essais mécaniques réalisés [20]

Différentes éprouvettes en forme d'haltère ont été exposées à des températures de vieillissement variées. Avant chaque essai de traction, la section transversale de l'éprouvette a été mesurée. L'éprouvette a ensuite été soumise à un essai de rupture par traction, où la charge à la rupture et l'allongement ont été enregistrés. L'allongement a été mesuré entre deux repères fixes placés avant l'étirement, exprimé en pourcentage. La résistance à la traction a été calculée en divisant la charge à la rupture par la section transversale de l'éprouvette.

3.3.2.5 Essai de perte de masse surfacique

La détermination de la perte de masse surfacique consiste à mesurer la variation de poids des échantillons. Après avoir été retirées du dessiccateur, les éprouvettes sont pesées initialement. Ensuite, elles sont exposées à une température maintenue à 80±2°C dans une étuve à air chaud pendant une période de 7 jours. À la fin de cette période, les éprouvettes sont pesées à nouveau. Cet essai est effectué en accord avec les recommandations de la norme IEC 811.3.2 [22].

3.4 Conclusion

En conclusion, l'utilisation des fibres cellulosiques dans la fabrication de matériaux composites nécessite une compréhension approfondie de leurs propriétés physiques et mécaniques. Ce chapitre a présenté deux types de composites : un mélange de mortier de ciment avec des fibres cellulosiques et un composite de polychlorure de vinyle (PVC) renforcé par des fibres cellulosiques.

Pour le premier composite, nous nous sommes concentrés sur les propriétés physiques et mécaniques, en examinant les variations de taux de fibres de 0 % à 20 %. Afin d'améliorer ces propriétés, nous avons exploré quatre techniques d’extraction de l’eau du mortier renforcé par les fibres cellulosiques. Le processus de séchage du mortier a fait aussi l’objet d’étude dans ce chapitre.

Pour le deuxième composite (PVC/fibres cellulosiques), nous avons étudié les propriétés mécaniques, thermiques et électriques en fonction du taux de fibres, de l'âge des éprouvettes et de la température de vieillissement.

Les résultats de ces essais et leurs interprétations détaillées seront présentés dans le prochain chapitre, fournissant une analyse approfondie des données recueillies. Les graphiques, tableaux et discussions qui accompagneront ces résultats permettront de mieux comprendre leur signification dans le contexte de l'étude.

Références

1. NA451 Normes Algérienne, Essais Pour Déterminer Les Caractéristiques Mécaniques Et Physiques Des Granulats - Détermination De La Teneur En Eau Par Séchage En Etuve Ventilée. (1989)
2. NF P 18-598, Normes AFNOR: Granulat- Equivalent de sable. (1991)
3. Dupain, R., Lanchon, R., & Saint-Arroman, J.C.: Granulats, sols, ciments et bétons: caractérisation des matériaux de génie civil par les essais de laboratoire: terminale STI, Génie civil, BTS Bâtiment, BTS Travaux publics, DUT Génie civil, MST Génie civil, Ecoles d'ingénieurs. Casteilla. (2000)
4. NA 2607, Normes Algérienne : Granulats - Analyse Granulométrique Par Tamisage. (1990)
5. EN, N. 933-1. Essais Pour Déterminer les Caractéristiques Géométriques des Granulats Partie 1: Détermination de la Granu-Larité—Analyse Granulométrique Par Tamisage. Française de Normalisation (AFNOR). (2012)
6. Dreux, G., & Festa, J.: Nouveau guide du béton et de ses constituants. Editions Eyrolles. (2002)
7. NF P15-431 Liants hydrauliques - Technique des essais - Détermination du temps de prise sur mortier normal. (1994)
8. EN, N. 196-1, Méthodes d'essais des ciments-Partie 1: détermination des résistances mécaniques. French Standard. (2006)
9. Magniont, C.: Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources, (2010)
10. NF EN 196-1 Méthodes d'essais des ciments – Partie 1 : Détermination des résistances.
11. NF P 15-411 Technique des essais. - Malaxeur. (1960)
12. Claramunt, J., & Dias, R.T.F.: Cellulosic fiber reinforced cement based composites A review of recent research. Constr. Build. Mater. 79, 115–28 (2015)
13. Salomão, M. C. D. F., Bauer, E., & Kazmierczak, C.D.S.: Drying parameters of rendering mortars. Ambient. Construído. 18, 7–19 (2018)
14. Li, Q., Xu, S., & Zeng, Q.: A fractional kinetic model for drying of cement-based porous materials. Dry. Technol. 34, 1231–1242 (2016)

15. Snoeck, D., Velasco, L. F., Mignon, A., Van Vlierberghe, S., Dubruel, P., Lodewyckx, P., & De Belie, N.: The influence of different drying techniques on the water sorption properties of cement-based materials. Cem. Concr. Res. 64, 54–62 (2014)
16. Laidani, Y., Hanini, S., Mortha, G., & Heninia, G.: Study of a fibrous annual plant, Luffa Cylindrica for ppaper application Part I: Characterization of the Vegetal. (2012)
17. Anbukarasi, K., & Kalaiselvam, S.: Anbukarasi, K., & Kalaiselvam, S. (2015). Study of effect of fibre volume and dimension on mechanical, thermal, and water absorption behaviour of luffa reinforced epoxy composites. Mater. Des. 66, 321–330 (2015)
18. Chen, Y., Su, N., Zhang, K., Zhu, S., Zhao, L., Fang, F., ... & Guo, Y.: In-depth analysis of the structure and properties of two varieties of natural luffa sponge fibers. Materials (Basel). 10, 479 (2017)
19. IEC-540 Test Methods for Insulations & Sheaths of Electric Cables &Cords .
20. Bentchikou, M.: Elaboration et étude de deux materiaux composites a fibres cellulosiques et matrice minerale organique. application al l''isolation thermique, (2000)
21. IEC-611 Guide for the Preparation of Test Procedures for Evaluatingthe Thermal Endurance of Elect.
22. IEC-811-3-2 Part 3: Methods Specific To Pvc Compounds Section Two - Lossof Mass Test - Thermal Stabil. 25 (1985)

Chapitre 4 : Résultats et discutions

4.1 Introduction

Ce chapitre présente les résultats obtenus à partir des essais décris dans le chapitre précédent. Il est divisé en deux sections, et les résultats présentés portent sur différents aspects.

La première section regroupe les résultats relatifs à la composition à matrice minérale avec les différentes formulations. Nous débutons en examinant l'effet du compactage en tant que technique de réduction d'eau sur la résistance mécanique des échantillons de mortier de ciment fibré. Pour cela, nous avons utilisé l'approche des plans d'expérience afin d'étudier les interactions entre les variables et d'identifier les facteurs clés qui influencent les résistances à la compression. De plus, une modélisation basée sur les réseaux de neurones artificiels (RNA) a été mise en place pour analyser les données.

Par la suite, nous analysons la cinétique de séchage en observant les variations du taux d'humidité et de la vitesse de séchage en fonction de la concentration en fibres et de la température. Nous employons une modélisation mathématique de ce phénomène afin de simuler, prédire et optimiser ses caractéristiques.

La seconde partie de ce chapitre concerne la caractérisation électrique, thermique et mécanique des composites à matrice organique et fibres cellulosiques. Nous quantifions l'interaction entre différents paramètres tels que la concentration en fibres, la température et l'âge des échantillons, en utilisant la méthode des plans d'expérience.

Ce chapitre présente des résultats significatifs dans les domaines investis. Ces résultats contribuent à une compréhension approfondie des propriétés des matériaux et fournissent des informations précieuses pour de futures applications et optimisations.

4.2 Composites à matrice minérale

Les caractéristiques et les résultats des analyses sur les matériaux de base utilisés pour l'élaboration du composite mortier de ciment/fibres cellulosiques sont présentés dans l'Annexe A.

Pour ce composite les résultats de caractérisation à l'état frais et durcis sont présentés dans les sections qui suivent.

4.2.1 A l'état frais

4.2.1.1 Extraction de l'eau du mortier renforcé par les fibres cellulosiques

A l'état frais, nous avons appliqué trois méthodes de réduction de l'eau : sous vide, dans un dessiccateur, compactage sous une charge de 8 kg, et compactage sous une charge de 16 kg. Les masses des éprouvettes ont été mesurées après une période de mise en place du mortier dans les moules de quatre heures. Les résultats sont présentés sous forme d'histogrammes (Figure 4.1), ce qui facilite la comparaison des valeurs de la masse d'eau extraite entre les différentes procédures utilisées et le mortier de référence (sans application de charge ni du vide).

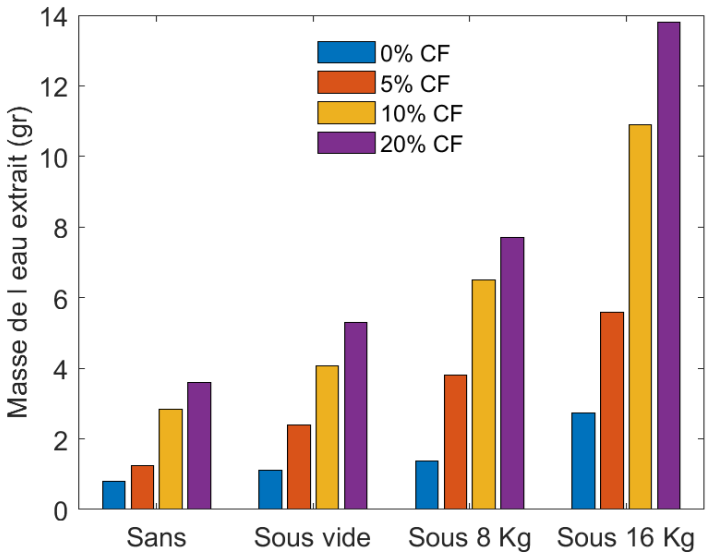


Figure 4. 1 Eau extraite du mortier pour différent pourcentage de fibres

Les résultats indiquent que la procédure utilisée ainsi que le pourcentage de fibres (CF) ont un impact significatif sur la quantité d'eau extraite du composite mortier de

ciment/fibres cellulosiques. Nous constatons que la masse d'eau extraite du mortier témoin est significativement inférieure à celle des autres procédures. De plus, l'effet de la charge appliquée sur l'éprouvette est plus prononcé que l'effet du vide. Une autre constatation importante est que la masse d'eau extraite augmente à mesure que les pourcentages de fibres augmentent. Cette tendance peut être attribuée au fait que le rapport E/C (eau/ciment) du mortier avec fibres est élevé, en raison de la nature hydrophobe des fibres de cellulose qui absorbent une grande quantité d'eau. Lorsque le mortier avec fibres est soumis à une pression, l'eau s'échappe par ruissellement, mais en quantité relativement faible par rapport aux cas de chargement à 8 et 16 kg. Ces derniers semblent extraire l'eau du mortier de manière similaire à un essorage, ce qui entraîne une extraction plus significative de l'eau dans le cas des charges de 8 et 16 kg par rapport à la mise sous pression.

Savastano et al. [1] [2] ont utilisé une variante du procédé Hatschek (la technique de déshydratation sous vide du coulis) pour préparer des composites de ciment avec des fractions massiques de fibres de pâte à papier d'environ 8 % en poids (environ 10 % en contenu du volume). Une procédure similaire a également été utilisée par Soroushian et al. [3].

Cette approche conduit également à une amélioration de l'adhérence entre les fibres et la matrice et donc des fractions de volume de fibres plus élevées (jusqu'à 10 %) peuvent être obtenues, ce qui se traduit par des augmentations significatives de la résistance à la flexion et de la résilience [4] [5] [6].

Une autre technique basée sur la déshydratation sous pression était utilisée pour préparer des composites cellulosiques incorporant jusqu'à 4 % en poids de pulpe de coton et de pin [7]. La pâte de ciment est constituée d'un mélange de ciment, de sable, d'eau et de fluidifiant avec un rapport eau/ciment d'environ 1:1. Les fibres de cellulose sont dispersées dans l'eau et incorporé au préalable à la pâte. Les spécimens sont préparés dans un moule micro-grillé pour permettre l'évacuation d’eau. Le moule est placé sur plaque, puis compacté sur table vibrante, et pressé pendant 24 h pour atteindre une pression finale de 4 MPa.

4.2.1.2 Masse volumique des éprouvettes

Après avoir été exposé à l'air du laboratoire pendant 24 heures après le coulage, la masse volumique du composite est représentée dans la Figure 4.2.

La Figure 4.2 met en évidence que la masse volumique des mortiers étudiés diminue avec l'augmentation de la concentration en fibres cellulosiques. Ainsi, les composites deviennent plus légers en fonction du procédé d'extraction appliqué sur les éprouvettes.

Il est également remarquable que l'application d'une charge sur le matériau entraîne une densification, indépendamment du pourcentage de fibres présent dans le matériau. En revanche, lors de la procédure sous vide, on observe une masse volumique (ρ) plus faible par rapport aux autres cas.

Ces observations suggèrent que l'application d'une charge sur le matériau conduit à une compression et à une augmentation de la densité. La densité est un paramètre important pour déterminer les propriétés mécaniques des composites de ciment de fibres. Les composites avec une densité plus élevée (supérieure ou égale à 1300 kg/m3) fournissent une résistance mécanique plus élevée [8].

La procédure sous vide semble avoir un effet moins significatif sur la masse volumique du matériau, se traduisant par une valeur plus basse

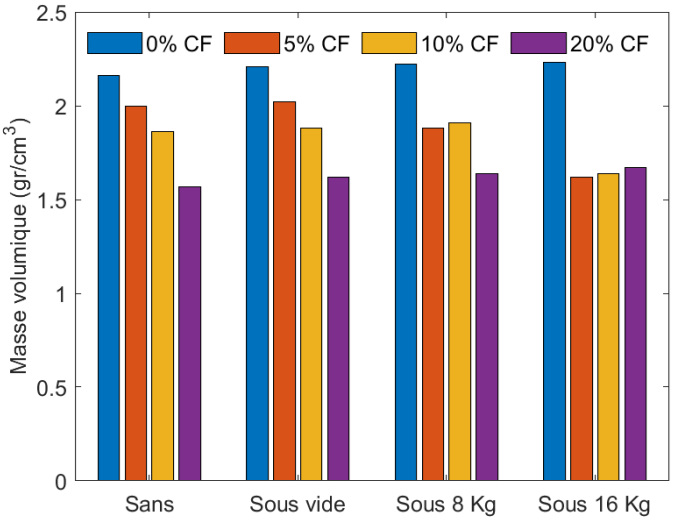


Figure 4. 2 **V**ariation de la masse volumique des éprouvettes à l'état frai**s**

4.2. 2 A l'état durci

4.2. 2.1 Masse volumique des éprouvettes

Une fois atteint l'âge de 90 jours, les éprouvettes sont pesées et la masse volumique est calculée. Les résultats obtenus sont illustrés dans la Figure 4.3. Il est important de souligner que la masse volumique diminue de manière significative au fil du temps (après 90 jours), rendant ainsi le matériau plus léger.

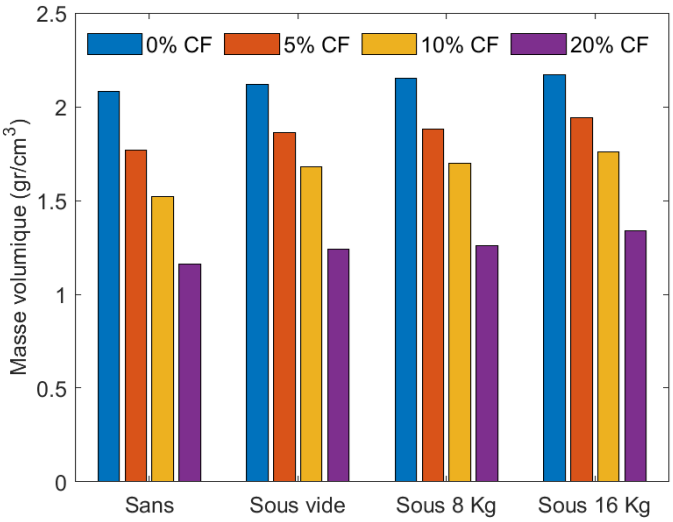


Figure 4. 3 Variation de la masse volumique des éprouvettes à l'âge de 90 jours

4.2. 2. 2 Performances mécaniques

L'analyse des performances mécaniques est un aspect essentiel, visant à comparer les mortiers renforcés de fibres cellulosiques à un mortier sans fibres. Dans cette optique, nous avons fabriqué des éprouvettes de dimensions 4x4x16 cm (3 par intervalle de temps) pour les différents dosages en fibres, en suivant un processus normalisé comprenant le malaxage et la mise en place sur une table à choc. Après une période de 24 heures de conservation dans une armoire humide, les éprouvettes ont été démoulées et préservées. Deux méthodes de conservation ont été appliquées : l'exposition à l'air ambiant et l'immersion dans l'eau.

4.2. 2. 2. 1 Résistance à la traction Rt

Les figure 4.4 et 4.5 montrent l'effet de l'ajout des fibres cellulosiques dans le mortier sur la résistance à la traction .

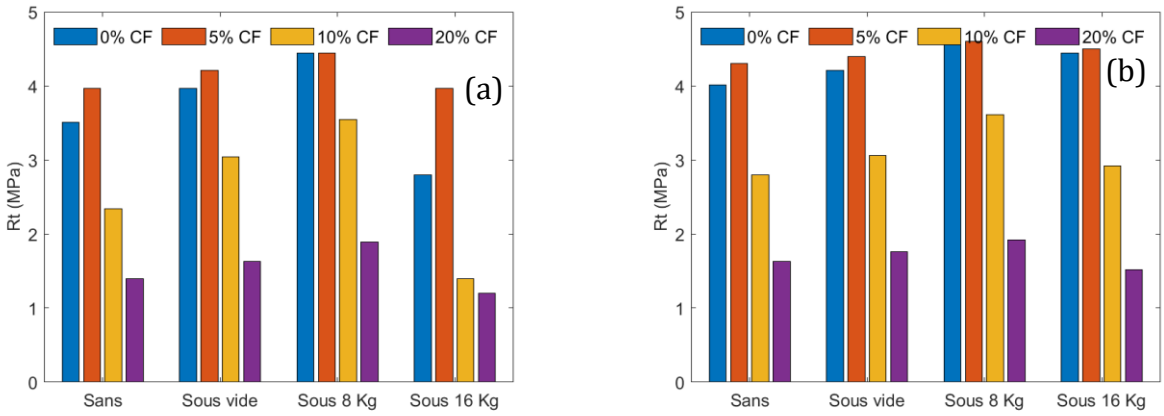


Figure 4. 4 Rt, exposition à l'air ambiant : a) 28 jours et b) 90 jours

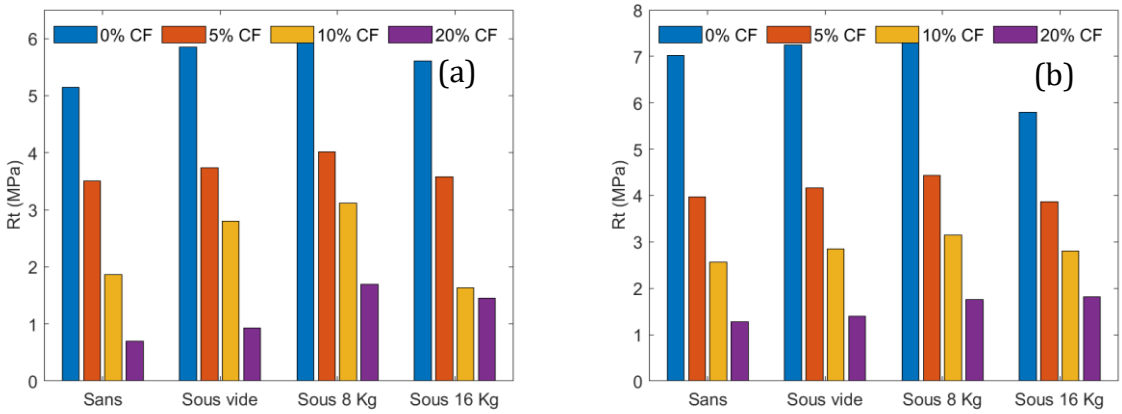


Figure 4. 5 Rt, immersion dans l'eau: a) 28 jours et b) 90 jours

Pour le mortier sans fibres, les éprouvettes conservées dans l'eau présentent une meilleure résistance en traction par flexion que celles laissées à l'air. Cela peut être dû à l'humidité maintenue par l'eau, favorisant la formation de liaisons chimiques et renforçant la structure du matériau.

En revanche, pour le mortier renforcé de fibres, la situation s'inverse. Les éprouvettes conservées à l'air montrent une meilleure résistance en traction par flexion que celles immergées dans l'eau. Les fibres agissent comme des renforts structurels, fournissant une résistance supplémentaire à la flexion. L'eau peut potentiellement affaiblir les fibres ou interférer avec leur adhérence au mortier, réduisant ainsi leur efficacité.

4.2. 2. 2. 2 Résistance à la compression Rc

La résistance à la compression du mortier évolue en fonction du temps d'écrasement et diminue avec une concentration croissante de fibres, quel que soit le mode d'extraction d'eau

utilisé. Les histogrammes mettent en évidence une chute significative de la résistance à la compression du mortier, indépendamment de l'échéance.

À l'âge de 28 jours, l'ajout de 5% de fibres cellulosiques réduit la résistance à la compression d'environ 37,57% pour les éprouvettes conservées à l'air et de 53% pour celles immergées dans l'eau, par rapport au mortier témoin. À une concentration de 10% de fibres, la diminution de la résistance est encore plus prononcée, confirmant l'influence majeure de la cellulose sur la résistance du mortier. Plus le pourcentage de fibres est élevé, plus son impact est important.

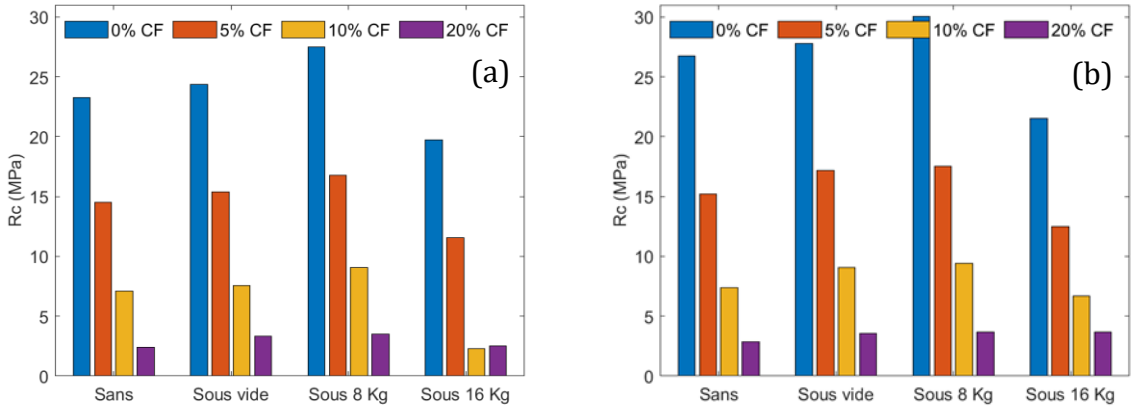


Figure 4. 6 Rc, exposition à l'air ambiant: a) 28 jours et b) 90 jours

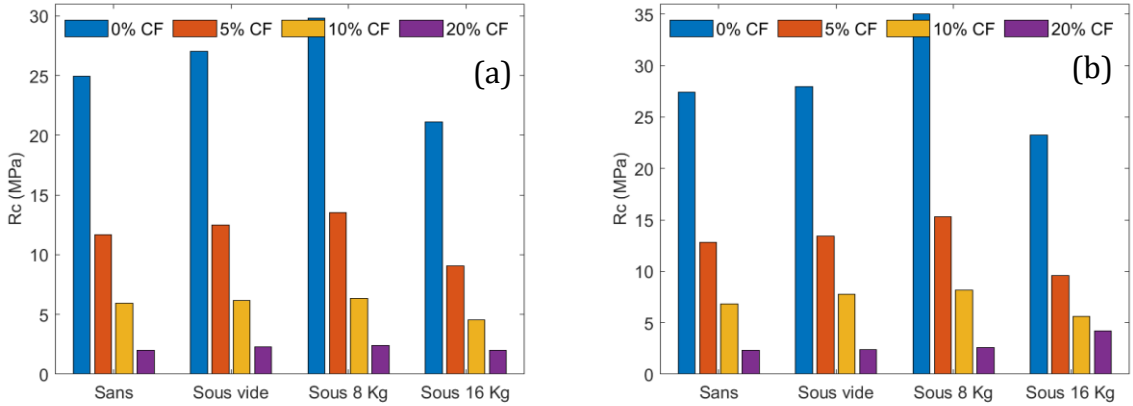


Figure 4. 7 Rc, immersion dans l'eau: a) 28 jours et b) 90 jours

L'application d'une charge sur l'éprouvette améliore la résistance à la compression du mortier. Par exemple, une charge de 16 kg conduit à une résistance supérieure par rapport à une charge de 8 kg ou à l'absence de charge.

Des études ont révélé [9] que les composites cimentaires renforcés par des fibres naturelles d'origine végétale sont sujets à la détérioration dans les matrices de ciment en raison de l'absorption d'eau et de l'affaiblissement des fibres par la solution alcaline des pores. Les intempéries accélèrent également la détérioration des composites. La dissolution de la lignine et de l'hémicellulose, qui lient les cellules individuelles des fibres, par la solution alcaline des pores, est l'une des principales causes de détérioration des fibres naturelles dans les composites cimentaires. Les composites fabriqués avec des fibres courtes de sisal ou de noix de ont présenté une réduction significative de la résilience après six mois de vieillissement ou de sujétion à des cycles de mouillage/séchage. Une certaine fragilisation a également été observée dans les spécimens vieillis dans l'eau. La fragilisation est principalement associée à la minéralisation des fibres due à la migration des produits d'hydratation, en particulier l'hydroxyde de calcium. [10] .

De plus, l'application d'une charge sur les éprouvettes améliore leur résistance à la traction, mais lors d'un traitement sous vide, la résistance reste faible par rapport à l'échantillon de référence.

4.2.3 Modélisation Mathématique et Discussion

Pour étudier l'impact de différents paramètres sur les performances mécaniques du composite ciment/fibre cellulosique, nous avons utilisé une approche de plan d'expériences factorielle complète. Trois facteurs ont été choisis pour examiner la résistance à la compression d'un mortier de ciment renforcé de fibres cellulosiques recyclées : la pression de compactage, le pourcentage de fibres et l'âge des éprouvettes. Cela nous a conduits à réaliser huit (2^3) expériences, avec deux niveaux pour chaque facteur. Le niveau supérieur est représenté par "+1" et le niveau inférieur par "-1", comme indiqué dans le Tableau 4.1.

Tableau 4. 1 Facteurs et niveaux

Facteurs	Code	Niveau bas (-1)	Niveau haut (+1)
Charge de compactage (Kg)	X_1	0	8
Pourcentage des fibres (%)	X_2	0	20
Age (jours)	X_3	28	90

Pour chaque expérimentation, nous avons mesuré la résistance à la compression (Rc) conformément aux conditions spécifiées dans le Tableau 4.2. Afin d'établir une corrélation entre la résistance à la compression Rc et les paramètres, nous avons opté pour un modèle polynomial du premier degré (comme exprimé dans l'équation 3.19). Pour ajuster la fonction de résistance à la compression aux données expérimentales en utilisant l'équation (3.19), nous avons réalisé une analyse de régression linéaire multiple. Les résultats de cette analyse sont résumés dans le Tableau 4.3.

Tableau 4. 2 Matrice du plan factoriel complet

Expériences	X_1	X_2	X_3	*Rc* (MPa)
1	+1	+1	+1	3.55
2	-1	-1	-1	23.26
3	-1	+1	-1	2.39
4	+1	-1	-1	24.39
5	-1	+1	+1	2.87
6	+1	+1	-1	3.34
7	+1	-1	+1	27.77
8	-1	-1	+1	26.72

Tableau 4. 3 Coefficients du plan factoriel complet à 2^3

Coefficients	Valeur	*P-valeur*
a0	14.28625	0.0011*
a1	0.47625	0.0317*
a2	-11.24875	0.0013*
a3	0.94125	0.0161*
a1.a2	-0.06875	0.2118
a1.a3	-0.04375	0.3166
a2.a3	-0.76875	0.0197*

Le Tableau 4.3 présente les coefficients qui indiquent l'influence du pourcentage de fibres (a2), de la pression de compactage (a3) et de l'âge (a1) sur la résistance à la compression, dans cet ordre. De plus, il existe une interaction significative entre le pourcentage de fibres et la pression de compactage (a23). L'astérisque (*) signale que les valeurs P sont inférieures au niveau de signification α (α = 0,05) avec un niveau de confiance de 95 %. Le signe positif du coefficient indique que l'augmentation des facteurs entraîne une augmentation de la résistance à la compression, tandis que le signe négatif du coefficient indique que l'augmentation des facteurs entraîne une diminution de la réponse. La comparaison montre une excellente concordance entre ces résultats et les résultats expérimentaux.

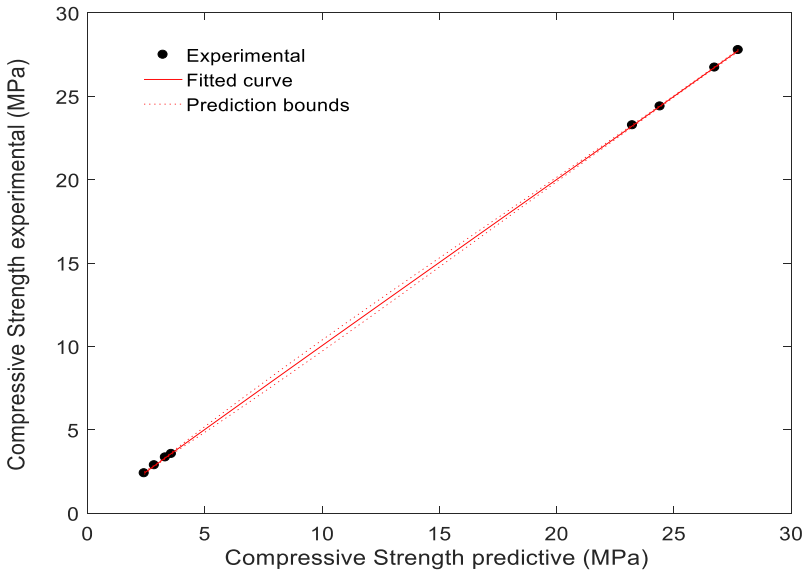


Figure 4. 8 Rc expérimental et Rc prédite

La Figure 4.8 illustre la comparaison entre la résistance à la compression mesurée et prédite, montrant une étroite concordance entre les deux. L'ajustement de la résistance à la compression prédite est évalué en se basant sur trois paramètres : le coefficient de détermination (R^2 = 0,999996), le coefficient de détermination ajusté (R^2 ajusté = 0,999969) et l'erreur quadratique moyenne (RMSE = 0,067175). Ces résultats témoignent d'un ajustement extrêmement précis.

L'exactitude du modèle obtenu est évaluée à l'aide de l'analyse de variance, présentée dans le Tableau 4.4. Les valeurs de SS, DF, MS et F-value, représentant respectivement la somme des carrés, le degré de liberté, les carrés moyens et le rapport de Fisher, sont

examinées. Les résultats révèlent une F-value élevée, ce qui indique que le modèle représente de manière satisfaisante les résistances à la compression mesurées. De plus, la P-value est inférieure au niveau de signification (α = 0,05), ce qui indique que ces facteurs sont statistiquement significatifs.

Tableau 4. 4 Analyse de variance

Parameter	SS	DF	MS	Fvalue	P-value
Model	1025.9581	6	170.9930	35893.19	0.0039
Residual	0.0045	1	0.0045		
Total	1025.9626	7			

4.2.3.1Modélisation de la résistance à la compression du composite

Pour établir un modèle physique, nous pouvons utiliser deux grandes catégories d'approches : les approches basées sur les modèles et les approches basées sur les données. Ces méthodes sont employées en fonction de la complexité des phénomènes étudiés.

Dans cette section, nous avons utilisé une approche basée sur les données expérimentales pour prédire la résistance à la compression du mortier contenant des fibres cellulosiques recyclées. Nous avons utilisé le réseau de neurones artificiels. Les données expérimentales ont été normalisées, puis l'ensemble de données a été divisé en trois sous-ensembles (entraînement, test, validation). Le modèle neuronal utilise des fonctions de transfert spécifiques, une architecture de trois couches (entrée, cachée, sortie) et cinq neurones dans la couche cachée. Les performances du modèle ont été évaluées avec un coefficient de détermination élevé (R^2 = 0,9994) et une faible erreur quadratique moyenne (RMSE = 0,0000519).

Les résultats montrent une excellente corrélation entre les valeurs expérimentales et prédites, confirmant l'efficacité du modèle de réseau neuronal dans la prédiction précise de la résistance à la compression.

Les Figures 4.9 et 4.10 illustrent une correspondance précise entre les données expérimentales et les prédictions de résistance à la compression en fonction du pourcentage de fibres. Cela confirme l'exactitude de notre modèle de réseau neuronal (ou Artificial Neural Network ANN). De plus, la Figure 4.11 souligne l'importance de l'utilisation du modèle ANN

pour une prédiction significative de la résistance à la compression. En revanche, le modèle issu du plan factoriel complet (ou Full factorial design, FFD) n'est pas destiné à la prédiction.

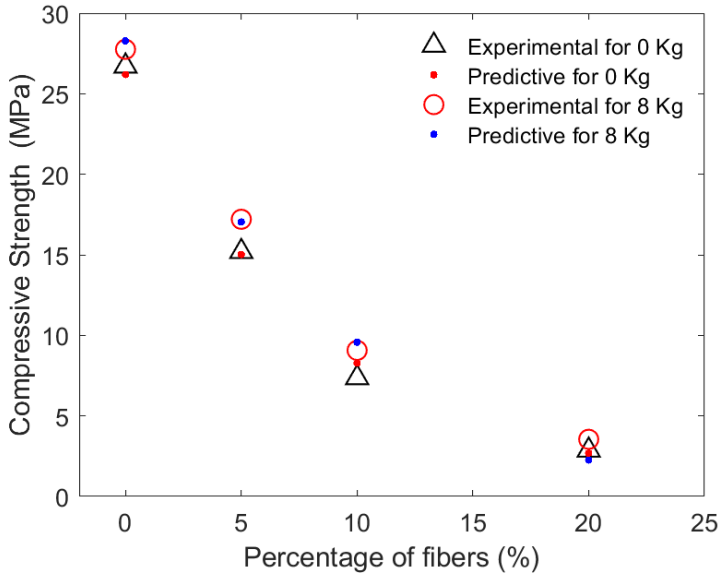


Figure 4. 9 Résistance à la compression prédite par ANN, après 28 jours

..

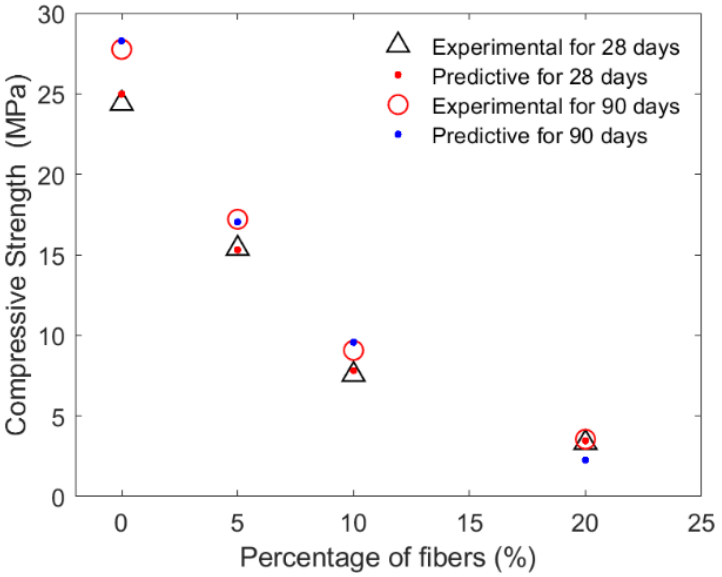


Figure 4. 10 Résistance à la compression prédite par ANN, Compactage par 8 Kg

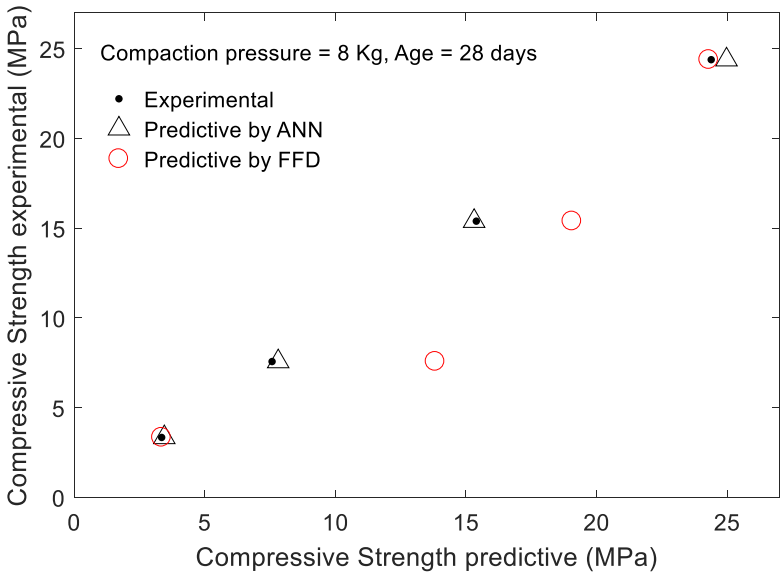


Figure 4. 11 Résistance à la compression expérimentale versus résistance à la compression prédite

4.2.4 Etude du mécanisme de séchage des mortiers renforcés par les fibres cellulosiques

Les propriétés de rétention d'eau des matériaux cimentaires sont cruciales pour leur durabilité. L'interaction eau-solide, en particulier lors du séchage, est clé pour l'étude de la durabilité des produits cimentaires.

Des tests de séchage ont été réalisés sur des mortiers de ciment renforcés de fibres cellulosiques à différents pourcentages de fibres (0 %, 5 %, 10 % et 20 %). Quatre niveaux de température (70 °C, 85 °C, 105 °C et 120 °C) ont été utilisés.

Les courbes de séchage, à différentes températures et pour diverses concentrations de fibres cellulosiques, sont illustrées dans les Figures 4.12-4.15 :

Avec *MR* et *DR* représentent le taux d'humidité et le taux de séchage respectivement. Ils sont donnés par :

$$MR = \frac{m_t - m_d}{m_0 - m_d} \quad (4.1)$$

$$DR = \frac{m_{t+\Delta t} - m_t}{\Delta t} \quad (4.2)$$

$$MassLoss = m_t - m_{t+\Delta t} \quad (4.3)$$

4.2.4.1 Effet de la température de séchage

Les Figures 4.12-4.15 correspondant chacune respectivement aux composites avec 0, 5, 10 et 20% en fibres, montrent clairement que l'augmentation de la température de l'air entraîne une accélération du processus de séchage en augmentant le taux d'évaporation. De plus, lorsque la température est maintenue constante, une augmentation de la teneur en fibres cellulosiques accélère également ce processus grâce à un potentiel élevé de transfert de chaleur.

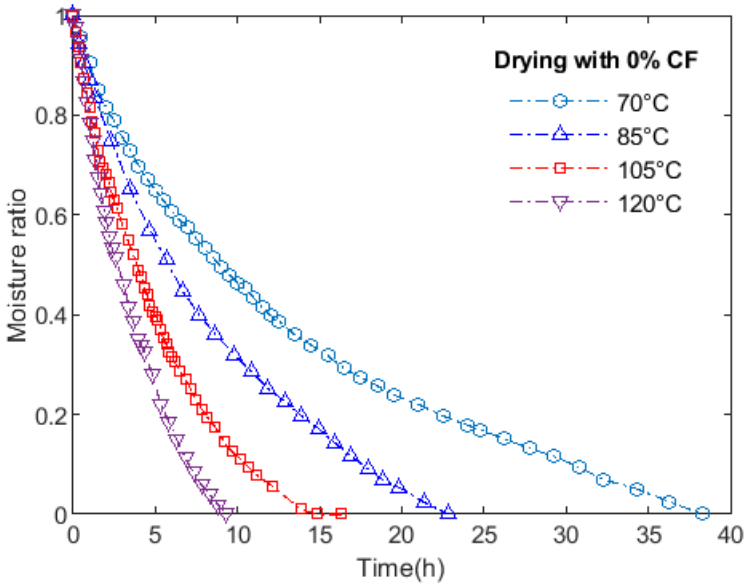


Figure 4. 12 Effet de la température sur la cinétique de séchage, CF=0%

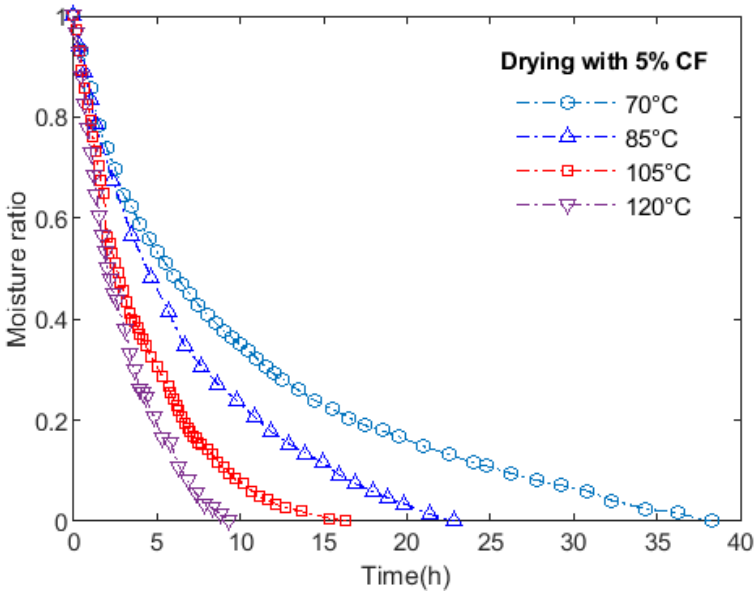


Figure 4. 13 Effet de la température sur la cinétique de séchage, CF=5%

Zhang et al [11] ont étudié les effets de différentes températures de séchage sur la résistance du béton. Leurs résultats indiquent qu'une température de séchage supérieure à 85 °C s'avère raisonnable et efficace pour les essais de séchage d'échantillons cubiques de béton standard. Pour les matériaux poreux à base de ciment [12], il a été constaté que le séchage à 105 °C est très efficace pour éliminer l'eau. Cependant, une température aussi élevée peut également entraîner la perte d'eau structurelle des produits d'hydratation et provoquer la décomposition de la phase ettringite. Ainsi, l'utilisation d'une température de séchage modérée (inférieure à 60 °C) pourrait constituer une méthode de séchage efficace tout en préservant la microstructure du matériau poreux à base de ciment.

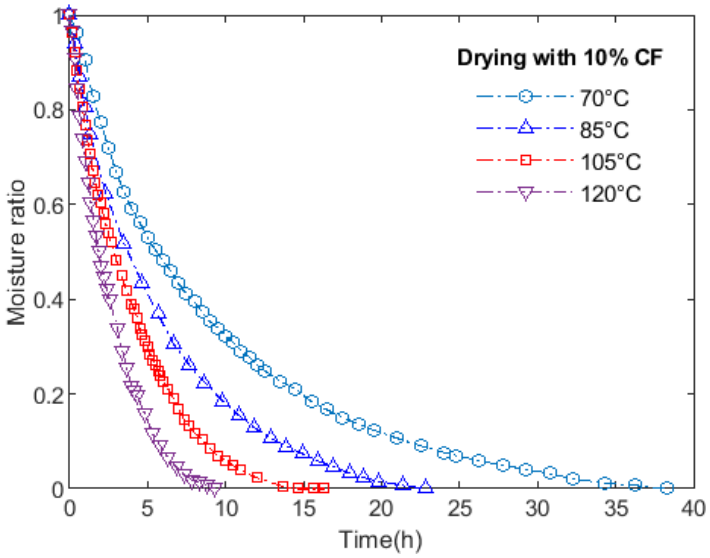


Figure 4. 14 Effet de la température sur la cinétique de séchage, CF=10%

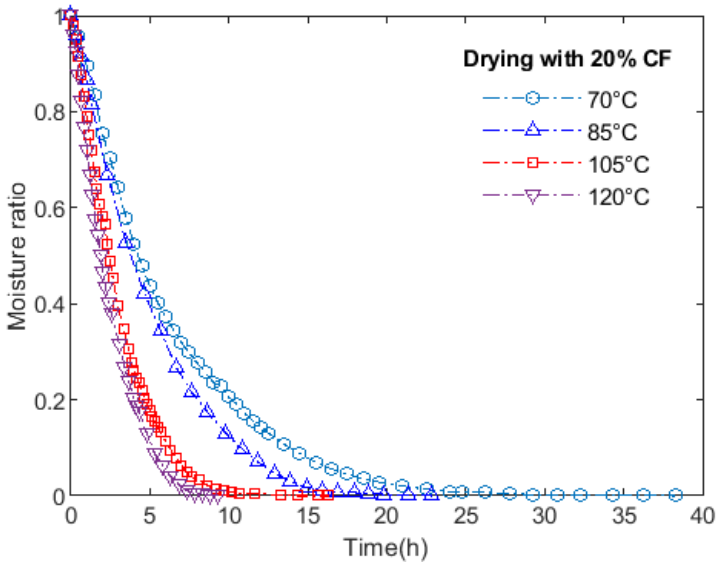


Figure 4. 15 Effet de la température sur la cinétique de séchage, CF=20%

4.2.4.2 Effet de la teneur en fibres sur la cinétique de séchage

Lors du processus de séchage, la teneur en fibres cellulosiques a un effet significatif, surtout lorsque les échantillons présentent une teneur élevée en fibres et une porosité élevée, ce qui les rend plus humides et prolonge leur période de taux de séchage constant. Cette observation peut s'expliquer par le fait qu'une faible porosité rend difficile l'extraction de l'humidité par les forces capillaires pendant une période prolongée, tandis qu'une porosité élevée permet à l'humidité libre de maintenir la surface humide au-dessus du seuil critique pendant plus longtemps [13].

Pendant la phase de vitesse de chute, les échantillons à haute teneur en fibres connaissent un taux de séchage plus élevé, car la diffusion et le déplacement de l'humidité sont plus faciles et se produisent plus rapidement à la surface de l'échantillon. Cela est illustré dans les Figures 4.16-4.19, où l'échantillon très poreux sèche plus rapidement que les autres échantillons [14].

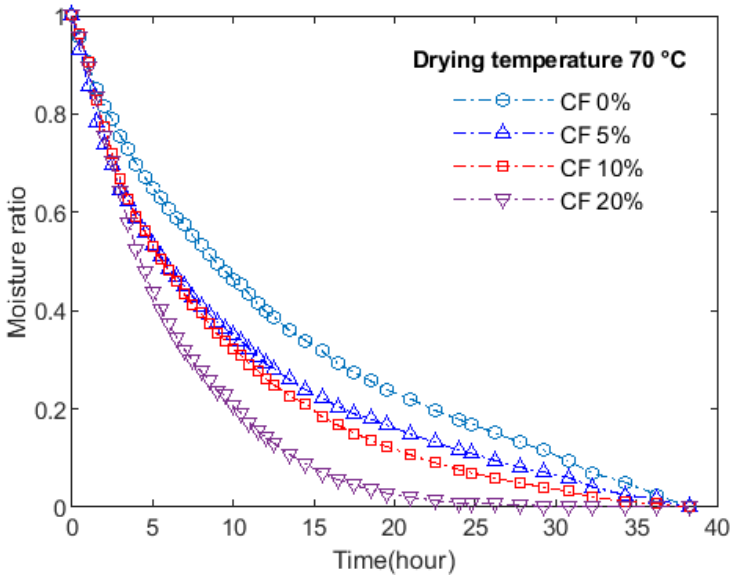


Figure 4. 16 Effet de la teneur en fibres cellulosiques sur la cinétique de séchage, T=70°C

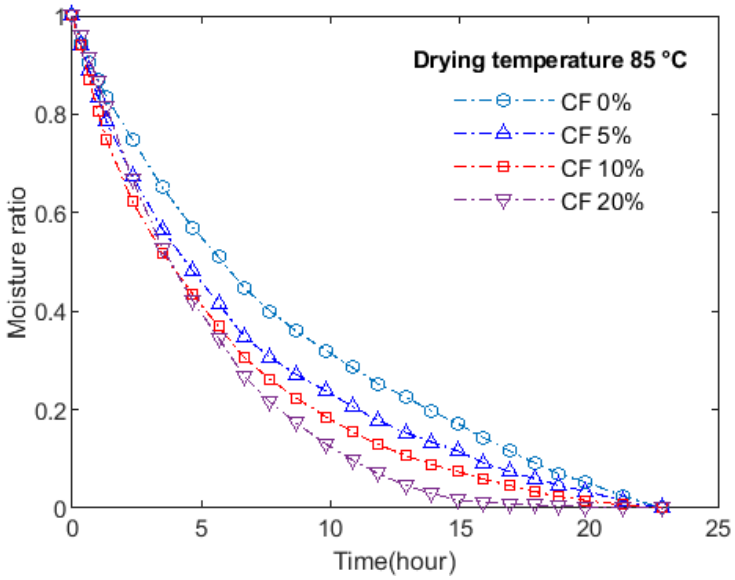


Figure 4. 17 Effet de la teneur en fibres cellulosiques sur la cinétique de séchage, T=85°C

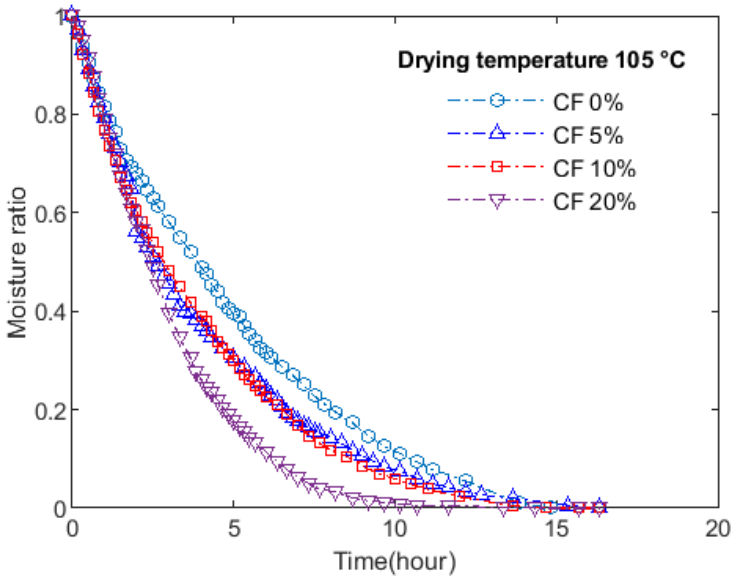


Figure 4. 18 Effet de la teneur en fibres cellulosiques sur la cinétique de séchage, T=105°C

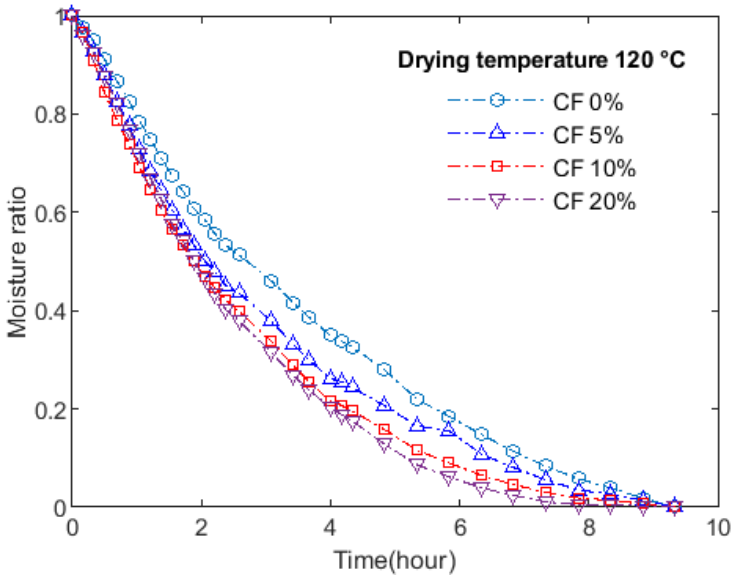


Figure 4. 19 Effet de la teneur en fibres cellulosiques sur la cinétique de séchage, T=120°C

De plus, on observe une perte importante et rapide de masse d'eau au début de la période de séchage pour tous les échantillons.

Les Figures 4.20 et 4.21 mettent en évidence le fait que plus de 50 % de l'eau confinée dans les pores des CFRCMC est éliminée au cours des cinq premières heures de séchage, que ce soit à une température de séchage de 70 °C ou de 85 °C. Les taux de perte de masse diminuent par la suite, mais restent élevés au fur et à mesure que le temps de séchage progresse.

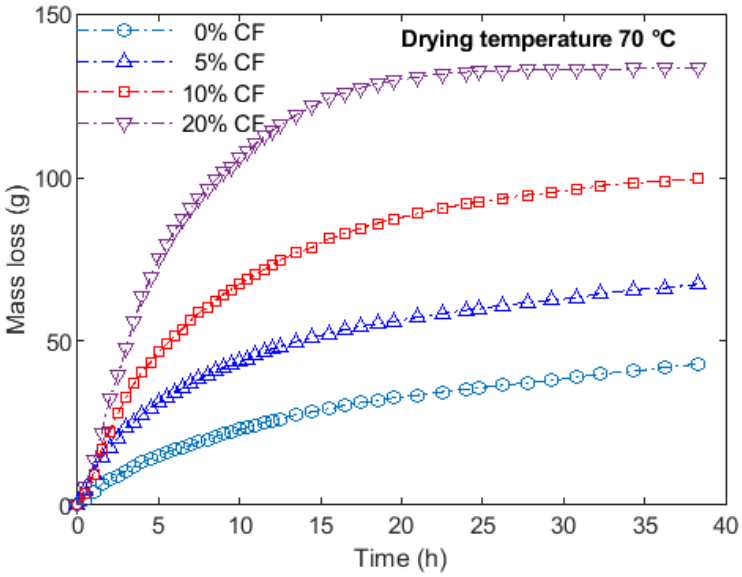


Figure 4. 20 Perte de masse à T=70°

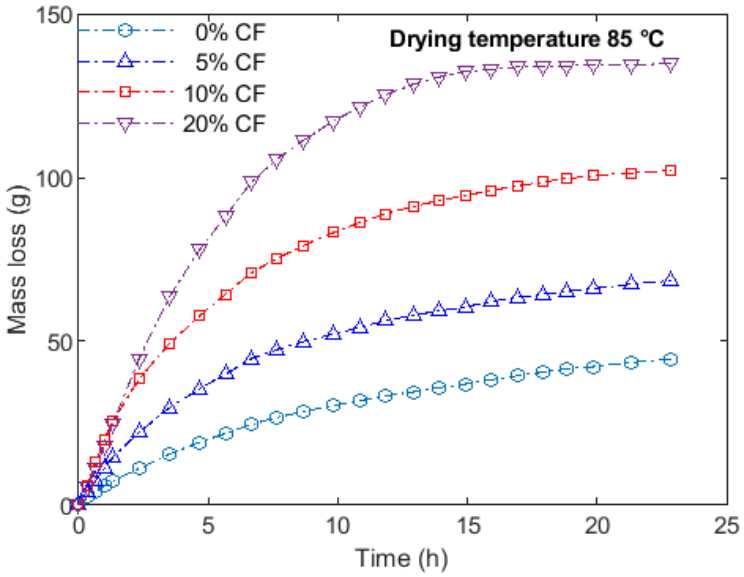


Figure 4. 21 Perte de masse à T=85°

Les profils de séchage révèlent un point de transition autour de 10 heures, après lequel les courbes de perte de masse diffèrent de manière significative. Cette observation peut s'expliquer par le fait que l'eau, qui est une composante importante des CRCCRC, possède une faible densité mais occupe des volumes considérables. Par conséquent, il est raisonnable de constater que les échantillons avec un rapport eau/ciment plus élevé subissent une perte d'eau plus importante pendant le séchage [15], comme le montre les Figures 4.20 et 4.21 pour les mortiers de ciment contenant 20 % de fibres.

Les Figures 4.22 et 4.23 montrent que le taux de séchage des échantillons de CFRCMC atteint rapidement sa valeur maximale, puis diminue progressivement. Le taux de séchage maximal est observé pour les échantillons à teneur élevée en fibres cellulosiques. Il est également important de noter que les températures de séchage et la teneur en fibres cellulosiques ont une influence significative sur la tendance générale de la courbe de vitesse de séchage des CFRCMC. Les courbes de vitesse de séchage révèlent que le processus de séchage des échantillons peut être divisé en deux étapes : une accélération initiale suivie d'une décélération, à l'exception des échantillons sans fibres cellulosiques à 70 °C et 85 °C qui ne montrent qu'une période de séchage à vitesse décroissante. À mesure que la température de séchage augmente, le processus de séchage des CFRCMC devient plus rapide, entraînant une perte d'eau substantielle [16].

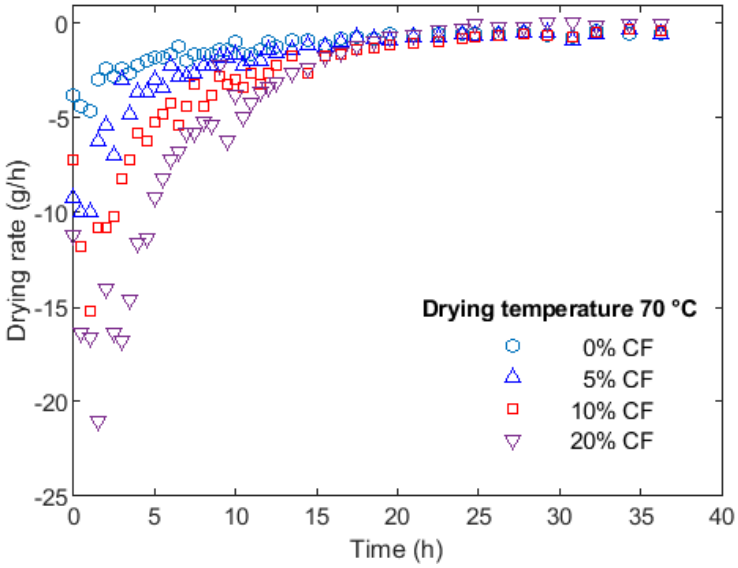


Figure 4. 22 Taux de séchage à T=70°C

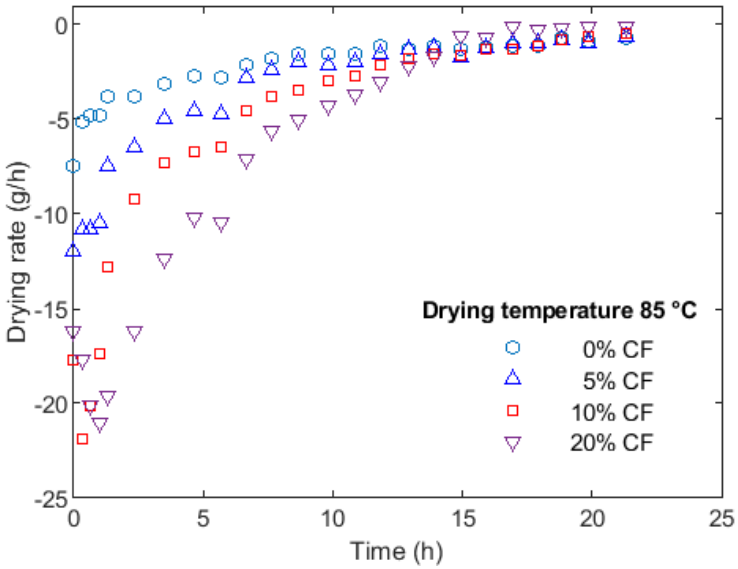


Figure 4. 23 Taux de séchage à T=85°C

4.2.4.3 Modélisation du processus de séchage

Nous nous concentrons maintenant sur la caractérisation du processus de séchage des CRCMC en utilisant divers modèles issus de la littérature pour décrire le transport de l'humidité dans le mortier. Ces modèles peuvent être de nature empirique, physique ou une combinaison des deux. Certains de ces modèles sont mentionnés ci-dessous, et les données expérimentales de séchage ont été appliquées à douze modèles de séchage (six provenant de

la littérature et six proposés dans cette étude). Les détails de ces modèles sont présentés dans le Tableau 4.5.

Tableau 4. 5 Modèles de séchage

Description	Modèle	Expression
MR1	Lewis	$MR = e^{-k t}$
MR2	Henderson	$MR = a\mathrm{e}^{-kt}$
MR3	Logarithmic	$MR = a\mathrm{e}^{-kt} + b$
MR4	Page	$MR = \mathrm{e}^{-kt^{\alpha}}$
MR5	Page 1	$MR = a\mathrm{e}^{-kt^{\alpha}}$
MR6	Page 2	$MR = a\mathrm{e}^{-kt^{\alpha}} + b$
MR7	Modèle 1	$MR = \mathrm{e}^{-k_1 t^{\alpha} - k_2 t^{\beta}}$
MR8	Modèle 2	$MR = a\mathrm{e}^{-k_1 t^{\alpha}} - (1-b)\mathrm{e}^{-k_2 t^{\beta}}$
MR9	Modèle 3	$MR = \frac{1-at^{\alpha}\mathrm{e}^{-k_1 t^{\alpha}}}{1-bt^{\alpha}\mathrm{e}^{-k_2 t^{\alpha}}}$
MR10	Modèle 4	$MR = a + b\mathrm{e}^{-k_1 t} + d\mathrm{e}^{-k_2 t^{\beta}}$
MR11	Modèle 5	$MR = \left(\mathrm{e}^{-(k_1 t^{\alpha} + k_2 t^{\beta})}\right)^{\gamma}$
MR12	Modèle 6	$MR = a\left(\mathrm{e}^{-(k_1 t^{\alpha} + k_2 t^{\beta})}\right)^{\gamma}$

L'objectif est de déterminer la teneur en humidité en fonction du temps de séchage. Les modèles choisis ont été utilisés pour évaluer le modèle le plus approprié capable de décrire le comportement de séchage des CRCMC lors du processus de séchage en four. Dans ces modèles, k, k_1, k_2, a, b, α, β et γ sont les paramètres des modèles, et le temps est exprimé en heures.

Dans le but de prédiction des paramètres du processus de séchage, une analyse de régression non linéaire a été réalisée en utilisant la méthode des moindres carrés non linéaires avec l'algorithme de Levenberg-Marquard. Douze modèles de séchage, comprenant

six modèles issus de la littérature [16] et six modèles proposés, ont été étudiés. Pour sélectionner le modèle le plus approprié pour décrire la cinétique de séchage des échantillons de CRCMCF, plusieurs mesures statistiques ont été utilisées pour garantir une analyse de régression fiable et précise. Ces mesures comprennent l'erreur quadratique moyenne (MSE), l'erreur absolue moyenne (MAE), l'erreur quadratique moyenne (RMSE) et le coefficient de détermination (R^2), qui sont calculés selon les formules suivantes [4.3, 4.4, et 4.5].

Le modèle le plus performant est celui qui a une RMSE (erreur quadratique moyenne) minimale (RMSE ≈ 0) et un coefficient de détermination élevé (R^2 ≈ 1), qui ont servi d'indicateurs de la qualité des ajustements. Cela garantit une plus grande fiabilité et précision dans la prédiction des paramètres du processus de séchage.

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{N}\left(MR_i^{cal} - MR_i^{exp}\right)^2}{\sum_{i=1}^{N}\left(MR_i^{cal} - \overline{MR}_i^{exp}\right)^2} \quad (4.4)$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}\left(MR_i^{exp} - MR_i^{cal}\right)^2} \quad (4.5)$$

$$MSE = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}\left(MR_i^{exp} - MR_i^{cal}\right)^2 \quad (4.6)$$

$$MAE = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}\left|MR_i^{exp} - MR_i^{cal}\right| \quad (4.7)$$

Où *i* est le *i*^{ème} essai de séchage et N est le nombre total de mesures pour chaque essai de séchage. Plus les valeurs de RMSE, MSE et MAE sont proches de zéro, et plus le R-carré est proche de 1, plus les résultats du modèle seront précis. Les critères suivants ont été utilisés pour assurer une plus grande validité du modèle sélectionné. Ces statistiques sont présentées comme suit [17]:

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{N} MR_i^{exp} MR_i^{cal}}{\sum_{i=1}^{N}\left(MR_i^{cal}\right)^2} \quad (4.8)$$

$$K' = \frac{\sum_{i=1}^{N} MR_{\mathrm{i}}^{\mathrm{exp}} MR_{\mathrm{i}}^{\mathrm{cal}}}{\sum_{i=1}^{N} \left(MR_{\mathrm{i}}^{\mathrm{exp}} \right)^2} \quad (4.9)$$

Où $0.85 \le K \le 1.15$, et $0.85 \le K' \le 1.15$ sont des critères d'acceptabilité [18].

$$R_0^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{N} \left(MR_{\mathrm{i}}^{\mathrm{cal}} - K\, MR_{\mathrm{i}}^{\mathrm{cal}} \right)^2}{\sum_{i=1}^{N} \left(MR_{\mathrm{i}}^{\mathrm{cal}} - \overline{MR}_{\mathrm{i}}^{\mathrm{cal}} \right)^2} \quad (4.10)$$

$$R_1^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{N} \left(MR_{\mathrm{i}}^{\mathrm{exp}} - K\, MR_{\mathrm{i}}^{\mathrm{exp}} \right)^2}{\sum_{i=1}^{N} \left(MR_{\mathrm{i}}^{\mathrm{exp}} - \overline{MR}_{\mathrm{i}}^{\mathrm{exp}} \right)^2} \quad (4.11)$$

$$R_m^2 = R^2 \left(1 - \sqrt{\left| R^2 - R_0^2 \right|} \right), \quad (4.12)$$

Où $R_m^2 \ge 0.5$ est un critère d'accéptability [18].

$$MF = \frac{R^2 - R_0^2}{R^2} \quad (4.13)$$

$$NF = \frac{R^2 - R_1^2}{R^2} \quad (4.14)$$

Où $MF \le 0.1$ et $NF \le 0.1$ sont des critères d'acceptabilité [18].

Pour étudier la cinétique de séchage, les modèles répertoriés dans le Tableau 4.5 ont été ajustés aux données mesurées en utilisant des paramètres de régression. Afin de faciliter la comparaison, les performances de chaque modèle sont présentées dans le Tableau 4.6 et les Figures 4.24-4.27. Elles sont évaluées en utilisant des critères couramment utilisés tels que le coefficient de détermination (R^2), l'erreur absolue moyenne (MAE), l'erreur quadratique moyenne (RMSE), ainsi que les critères d'acceptabilité (K, K', MF et NF). Il est important de noter que les résultats de l'ajustement des données respectent tous les critères requis.

La comparaison des performances des différents modèles indique que le modèle MR9 proposé dans cette étude présente la meilleure corrélation, avec une valeur de RMSE d'environ 0,52 %. La deuxième meilleure corrélation est obtenue avec le modèle MR8 proposé, où le RMSE a une valeur d'environ 0,62 %.

Tableau 4. 6 Performances des modèles

Description	Model	$\overline{R^2}$	$\overline{K}$	$\overline{K'}$	$\overline{R_0^2}$	$\overline{R_1^2}$	$\overline{R_m^2}$	$\overline{RMSE}$	$\overline{MSE}$	$\overline{MAE}$	$\overline{MF}$	$\overline{NF}$
MR1	Lewis	0.9932	1,0055	0.9929	0.9986	0.9987	0.9237	0.0231	0.0006	0.0190	-0.0110	-0.0111
MR2	Henderson	0.9957	1.0000	0.9984	1.0000	1.0000	0.9325	0.0189	0.0004	0.0150	-0.0088	-0.0088
MR3	Logarithmic	0.9977	1.0000	0.9991	1.0000	1.0000	0.9526	0.0134	0.0002	0.0109	-0.0046	-0.0046
MR4	Page	0.9976	0.9990	0.9985	1.0000	1.0000	0.9518	0.0135	0.0002	0.0109	-0.0047	-0.0047
MR5	Page modifié 1	0.9978	1.0000	0.9992	1.0000	1.0000	0.9532	0.0132	0.0002	0.0023	-0.0044	-0.0044
MR6	Page modifié 2	0.9992	1.0000	0.9997	1.0000	1.0000	0.9714	0.0082	0.0001	0.0064	-0.0017	-0.0017
MR7	Proposé Model 1	0.9985	1.0012	0.9983	1.0000	1.0000	0.9633	0.0104	0.0001	0.0082	-0.0029	-0.0029
MR8	Proposé Model 2	0.9995	1.0000	0.9998	1.0000	1.0000	0.9783	0.0062	0.0000	0.0048	-0.0011	-0.0011
MR9	Proposé Model 3	0.9996	0.9998	1.0000	1.0000	1.0000	0.9818	0.0052	0.0000	0.0041	-0.0007	-0.0008
MR10	Proposé Model 4	0.9991	0.9998	0.9999	1.0000	1.0000	0.9724	0.0079	0.0001	0.0055	-0.0018	-0.0018
MR11	Proposé Model 5	0.9983	1.0020	0.9974	1.0000	1.0000	0.9610	0.0111	0.0001	0.0086	-0.0033	-0.0033
MR12	Proposé Model 6	0.9989	1.0000	0.9996	1.0000	1.0000	0.9677	0.0092	0.0001	0.0073	-0.0022	-0.0022

Les résultats des Figure 4.24-4.27 montrent que toutes les courbes d'ajustement correspondent étroitement aux données expérimentales, avec des coefficients de détermination proches de 1 (R^2 > 0,9900). Cela indique que les modèles analytiques présentés dans le Tableau 4.5 sont capables de décrire efficacement la cinétique de séchage des CMCRCFs.

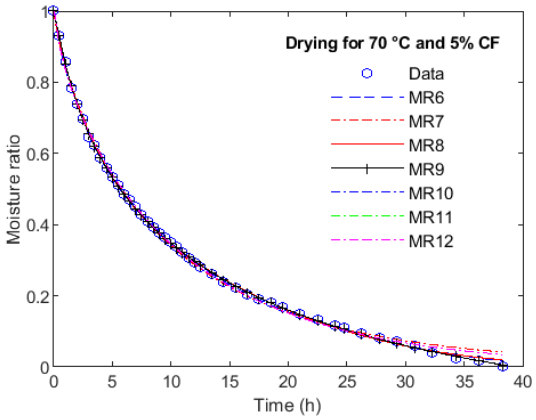


Figure 4. 24 Taux d'humidité, T = 70°C et CF =5 %

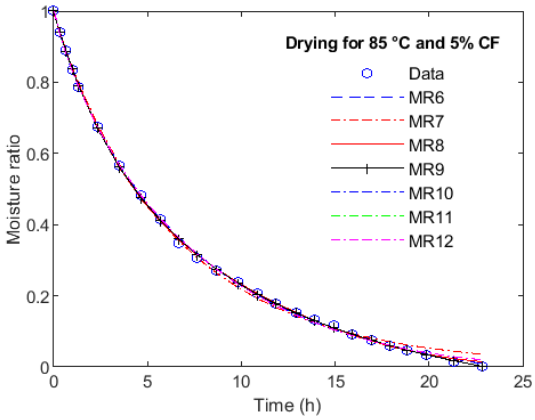


Figure 4. 25 Taux d'humidité, T = 85°C et CF =5 %

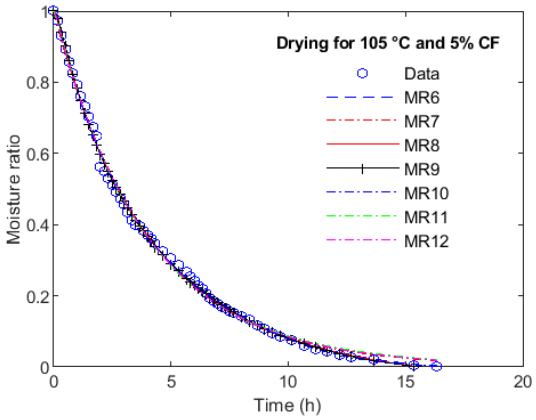


Figure 4. 26 Taux d'humidité, T = 105°C et CF =5 %

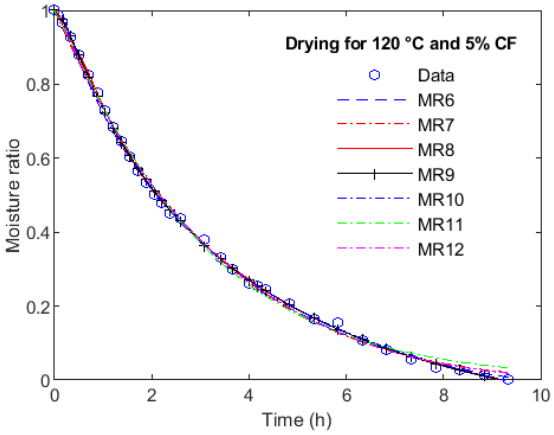


Figure 4. 27 Taux d'humidité T = 120°C et CF =5 %

4.2.4.4 Évaluation des modèles les mieux ajustés

La première comparaison entre les modèles MR6, MR7, MR8, MR9, MR10, MR11 et MR12 est présentée sous forme de courbes cinétiques qui tracent le taux d'humidité (MR) pour l'ensemble de la base de données. Les Figures 4.24-4.27 illustrent la variation du taux d'humidité prédit par rapport au taux d'humidité expérimental pour les CMCRCFs à différentes températures (70, 85, 105 et 120 °C) et une teneur en fibres cellulosiques de 5 %. La comparaison des résultats des modèles a révélé que les équations des modèles MR6, MR7, MR8, MR9, MR10, MR11 et MR12 s'ajustent le mieux en tenant compte du coefficient de détermination R^2 et des constantes K, K', MF et NF. Les valeurs du coefficient de corrélation

(R^2), de l'erreur absolue moyenne (MAE) et des constantes K et K' sont présentées dans le Tableau 4.6.

Le nouveau modèle MR9 a obtenu la valeur la plus élevée de R^2 et la plus faible valeur de MAE. L'erreur absolue moyenne s'est révélée être de 0,41 %, 0,48 %, 0,64 % et 0,55 % pour les modèles MR9, MR8, MR6 et MR10 respectivement. Étant donné que le modèle MR9 présente la plus faible valeur d'erreur absolue moyenne (MAE), il a été choisi comme étant le plus adapté aux données expérimentales.

La deuxième comparaison a été effectuée en utilisant une régression linéaire entre le taux d'humidité prédit et le taux d'humidité expérimental afin d'évaluer la capacité du modèle MR9 proposé à décrire la cinétique de séchage au four.

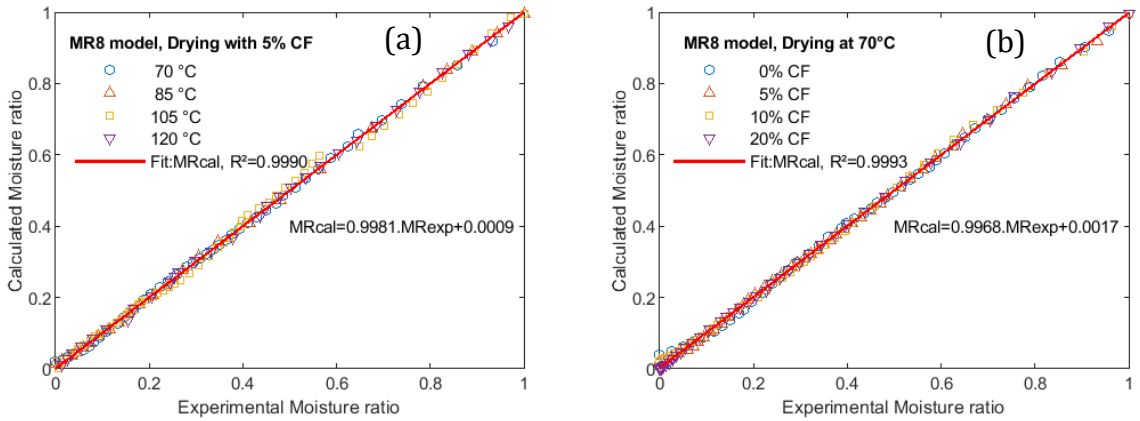


Figure 4. 28 Comparaison entre les taux d'humidité calculé et mesuré, a) Modèle MR8, CF=5% .b), Modèle MR8, T=70 °C.

Pour comparer nos travaux de recherche avec ceux réalisés précédemment, nous avons tracé des courbes de séchage. Ces courbes représentent graphiquement l'évolution du taux d'humidité, généralement une diminution, au fil du temps. De plus, nous avons représenté la cinétique de séchage en traçant le taux de séchage en fonction du temps de séchage.

Les études antérieures ont démontré que les courbes de séchage des matériaux poreux à base de ciment présentent une tendance générale similaire [19]. Cependant, des différences significatives ont été observées en termes de durée totale de séchage et de perte de masse, en raison des différentes conditions de séchage appliquées. Ces conditions comprennent la forme et la taille des échantillons, la composition, le rapport eau-ciment, la température de séchage, l'humidité relative et la vitesse de l'air autour du matériau. De plus, l'incorporation de fibres dans la composition du mortier a une influence considérable sur la cinétique de

séchage, ce qui se traduit par une réduction du temps de séchage et des variations du taux de séchage à différentes températures de séchage.

Le Tableau 4.7 décrit les conditions spécifiques qui ont été appliquées lors de certains essais de séchage, permettant ainsi une comparaison plus détaillée avec d'autres travaux.

Tableau 4. 7 Comparaison avec des travaux antérieurs

Référence	Échantillons	E/C	Forme	Condition de durcissement	Diemsions	Température de séchage
Bennamoun et al [19]	Mortier du ciment	0.5	Cylindre	Eau	Diametre:13mm Hauteur :17mm	60°C, 90°C, 130°C
Zhang et al [16]	Béton	0.55	Cube	Eau	Longueur:150 mm	60°C, 85°C, 105°C, 120°C, 150°C
Lachenani et al [20]	Mortier de ciment renforcé de fibres cellulosiques	0.5	parallélépipéde	Eau	Largeur :40mm Epaisseur:40 mm Longueur :160mm	70°C, 85°C, 105°C, 120°C

Les courbes de séchage de notre étude ainsi que celles provenant d'autres références, à différents niveaux de température, ont été rassemblées et sont présentées dans la Figure 4.29.

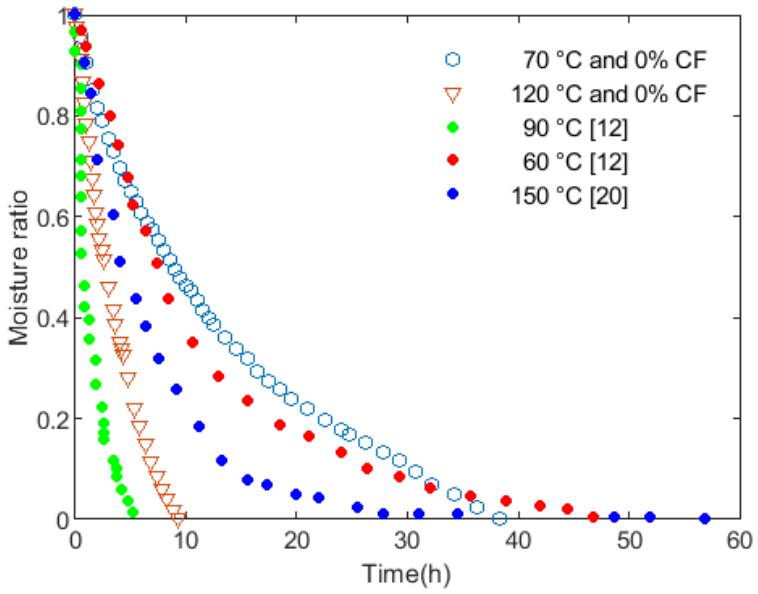


Figure 4. 29 Comparaison des courbes du taux d'humidité

Toutes ces courbes suivent la même tendance générale, mais on observe une différence dans la forme des courbes individuelles. Cette variation de forme est attribuable à plusieurs facteurs, tels que la forme et la taille des échantillons (cylindre, cube, parallélépipède) ainsi que le matériau utilisé (mortier de ciment, béton, mortier de ciment renforcé de fibres cellulosiques). L'examen de ces facteurs peut s'avérer très utile pour identifier les variations observées au fil du temps lors d'un processus de séchage.

4.2.5 **Paramètres thermodynamiques**

La loi de diffusion de Fick pour une géométrie plane est :

$$\frac{\partial M}{\partial t} = De\frac{\partial^2 M}{\partial x^2} \tag{4. 15}$$

Où De représente la diffusivité effective (m²/s). Les conditions initiales et aux limites sont :

$$\begin{cases} M(t=0,x) = M_0 \\ \frac{\partial M}{\partial t}(t, x=0) = 0 \\ M\left(t, x = \pm\frac{e}{2}\right) = M_s \end{cases} \tag{4. 16}$$

Où e représente l'épaisseur de la surface plane (e = 0.04 m).

En utilisant la série de Fourier pour résoudre l'équation (4.15), nous obtenons :

$$M = \frac{8}{\pi^2}\exp\left(-\frac{\pi^2 De}{e^2}t\right) \tag{4. 17}$$

L'équation (4.17) peut être exprimée sous une forme logarithmique comme suit :

$$ln(M) = ln\left(\frac{8}{\pi^2}\right) - \frac{\pi^2 De}{e^2}t \tag{4. 18}$$

De est calculé en déterminant la pente (β) pour un graphique entre ln(M) et le temps (t).

$$\beta = \frac{\pi^2 De}{e^2} \tag{4. 19}$$

4.2.5.1. Diffusivité de l'humidité (Deff)

Elle est également connue sous le nom de coefficient de diffusion de l'humidité, est généralement décrite par une équation d'Arrhenius (4.20) qui représente la variation de De de l'eau en fonction de la température.

$$De = K\ exp\left(-\frac{\mathrm{Ea}}{\mathrm{R\,T}}\right) \tag{4. 20}$$

Où :

De est la diffusivité de l'humidité ou le paramètre de diffusion d'Arrhenius (m^2/s).

K est le facteur de fréquence (min^{-1}).

Ea est l'énergie d'activation de la diffusion ($kJ \cdot mole^{-1}$).

R est la constante des gaz parfaits R = 8,314 $J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$.

T est la température en Kelvin °K = °C + 273,15.

L'équation (4.20) peut être exprimée sous une forme logarithmique comme suit :

$$ln(De) = ln(K) - \frac{Ea}{R\,T}t \qquad (4.\,21)$$

Tableau 4. 8 Diffusivité de l'humidité

T (°C)	T(°K)	1/T	De (m^2/s)
70	343,15	0,002914	-1.56e-5
85	358,15	0,002792	-2.45e-5
105	378,15	0,002644	-4.07e5
120	393,15	0,002544	-5.58e-5

Des valeurs de coefficient de diffusion ont été donné pour plusieurs matériaux de construction. Béton de chanvre : 0.82 e-9 [21], béton cellulaire : 4.5e-9 – 6.7e-9 [22], la chaux : 2.0e-9 – 3.5e-9 [22], brique d'argile : 2.0e-10 – 3.0e-10 [23], et brique 18.75e-9 – 7.16e-9 [24]. Le matériau étudié (Tableau 4.8) montre un coefficient de diffusion supérieur à celui du béton de chanvre, de la brique d'argile, du béton cellulaire, du liant de chaux, et de la brique."

4.2.5.2. L'énergie d'activation (Ea)

Elle se calcule à partir de la pente du graphe de ln(De) en fonction de 1/T. Cette pente équivaut à (Ea/R), avec R représentant la constante des gaz ayant une valeur de 8,3145 J/K mol. La valeur de Ea (énergie d'activation) permet la détermination de différents paramètres thermodynamiques tels que l'enthalpie (ΔH), l'entropie (ΔS), et l'énergie libre (ΔG) d'activation, conformément aux expressions [25]:

4.2.5.3. Enthalpie (ΔH)

La variation d'enthalpie (ΔH) peut être calculée à l'aide de la formule [25]:

$$\Delta H = Ea - R.T \quad (4.22)$$

4.2.5.4. Entropie (ΔS)

La variation d'entropie (ΔS) peut être calculée à l'aide de la formule suivante :

$$\Delta S = \frac{Ea}{T} + R.(\ln(K) - 1) \quad (4.23)$$

4.2.5.5. Energie libre de Gibbs (ΔG)

L'énergie libre de Gibbs (ΔG) peut être calculée à l'aide de la formule suivante [26]:

$$\Delta G = -R.T.\ln(K) \quad (4.24)$$

Tableau 4. 9 Paramètres thermodynamiques pour CF 5%, T=70 °C

T (°C)	T (°K)	ΔH(J mol-1)	ΔG(J)	ΔS(J/K/mol)
70	343,15	3.3158e+04	6.2410e+04	-85.2474
85	358,15	3.3033e+04	6.5138e+04	-89.6425
105	378,15	3.2867e+04	6.8776e+04	-94.9603
120	393,15	3.2742e+04	7.1504e+04	-98.5936

Les figures 30 représentent respectivement les variations de l'enthalpie, de l'entropie et de l'énergie libre de Gibbs en fonction de la température. Les résultats montrent que pendant le processus de séchage, la température joue un rôle central dans les changements thermodynamiques. À mesure que la température augmente, l'entropie du matériau augmente, reflétant le plus grand désordre thermique à l'intérieur. À l'inverse, l'enthalpie et l'énergie libre de Gibbs présentent une tendance à la baisse. Ce déclin résulte d'une énergie thermique accrue permettant aux molécules d'eau de rompre plus facilement leurs liaisons cohésives. Par conséquent, ces molécules d'eau libérées ont une propension accrue à passer du matériau à l'air ambiant, facilitant ainsi le processus de séchage.

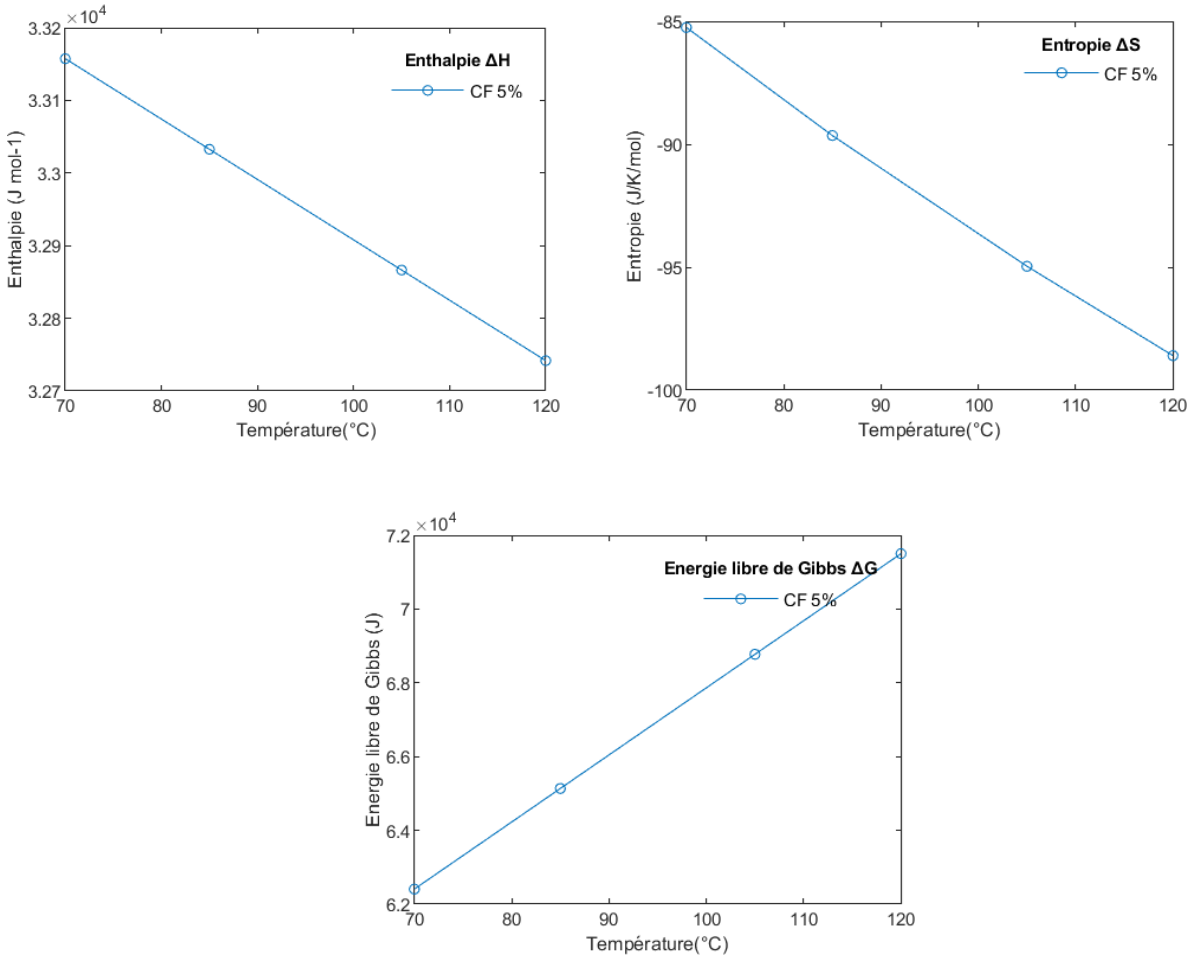


Figure 4. 30 Paramètres thermodynamiques pour CF 5%, T=70 °C

4.3 Composites à matrice organique

Les matériaux composites à matrice organique (CMO) sont des composites constitués d'une matrice et de fibres, offrant de nombreux avantages dans des domaines tels que la construction, l'aéronautique, et l'industrie. Leur combinaison crée des matériaux hautement performants avec des propriétés mécaniques exceptionnelles.

4.3.1 Matériaux de base nécessaire à l'élaboration

Pour la deuxième partie de ce projet, nous avons choisi le Polychlorure de Vinyle (PVC) comme matrice organique, et nous avons utilisé des fibres de courgette mexicaine comme renfort. Les essais ont été menés dans les laboratoires de CABEL, une entreprise spécialisée dans la production de câbles électriques et d'isolants, située à Gué de Constantine, Alger [27].

4.3.2 Essais de caractérisation des composites à matrice organique

La caractérisation d'un matériau implique l'étude de ses propriétés physiques, chimiques et mécaniques pour mieux le comprendre et l'évaluer. Il s'agit de collecter de données expérimentales et d'utiliser des techniques spécifiques pour mesurer et analyser diverses caractéristiques du matériau.

La Figure 4.31 illustre l'organigramme du processus de caractérisation des composites à matrice organique. Les détails de ces essais sont présentés dans la référence [27].

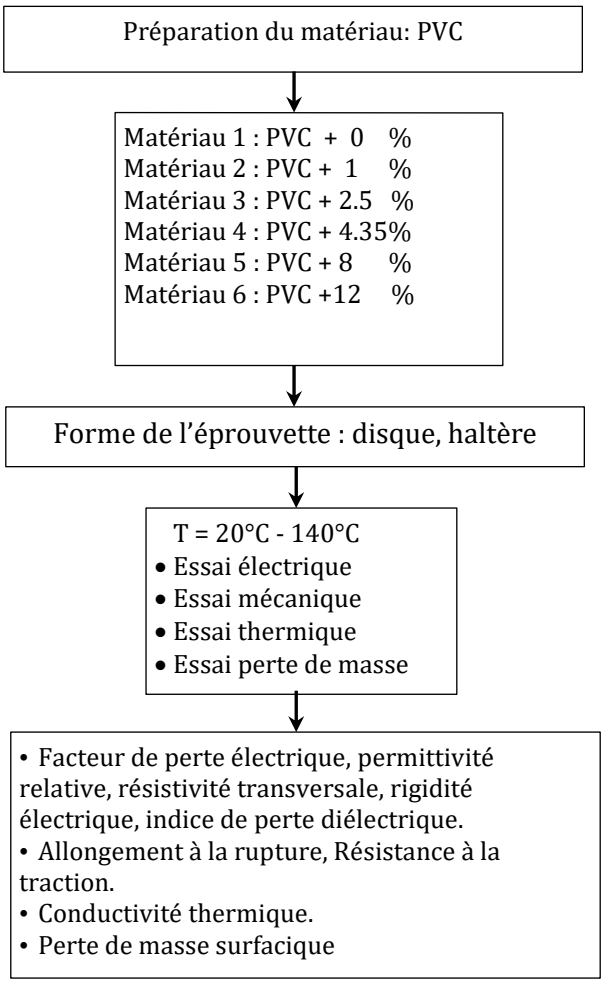


Figure 4. 31 Organigramme des essais effectués sur le composite à matrice PVC

Avant la réalisation des essais de caractérisation, il est essentiel d'étudier l'effet des facteurs sur les propriétés mesurées. En manipulant les facteurs et en mesurant les réponses, on évalue leur importance et leur impact. L'analyse des interactions permet de comprendre

comment leur combinaison influence les réponses. Dans cette optique, l'utilisation de l'approche des plans d'expériences se révèle être un outil efficace pour planifier et réaliser des expériences de manière méthodique, afin de collecter des données pertinentes et d'obtenir des conclusions fiables.

4.3.2.1 Planification des essais

Dans le cadre de ces travaux de recherche [27], quatre types d'essais ont été réalisé: électriques, mécaniques, thermiques et de perte de masse. Les essais électriques portaient sur la mesure de plusieurs grandeurs, telles que le facteur de perte électrique, la permittivité relative, la résistivité transversale, l'indice de perte diélectrique et la rigidité électrique. Ces mesures ont été effectuées dans des conditions opératoires spécifiques, avec des échantillons en forme de disque. Le matériau étudié était du PVC renforcé par des fibres cellulosiques, avec un pourcentage de fibre variant de 0 à 12%, des températures allant de 20°C à 150°C, et le mode de vieillissement. Ces conditions représentent les facteurs pouvant influencer les grandeurs mesurées (Voir la Figure 4. 31).

Notre objectif est de planifier les expériences antérieures en établissant un plan factoriel complet afin d'étudier l'effet des facteurs et de leurs interactions sur les grandeurs mesurées. La méthodologie proposée se déroule selon les étapes suivantes :

A1. Déterminations du nombre des facteurs et des niveaux de chaque facteur.

Le tableau 4.10 présente les facteurs définissant les conditions dans lesquelles les grandeurs telles que le facteur de perte électrique, la permittivité relative, la résistivité transversale et l'indice de perte diélectrique ont été mesurées.

Tableau 4. 10 Facteurs et niveaux

Facteurs	Code	Niveau bas	Niveau haut
Température (°C)	X_1	20	140
Pourcentage des fibres (%)	X_2	0	12
Vieillissement	X_3	Avant	Après

B1. Définition du plan d'expérience et de la matrice de planification

Pour examiner les effets des principaux facteurs qui peuvent influencer la valeur mesurée et les interactions entre eux, nous utilisons un plan factoriel complet. Ce plan prend en compte trois facteurs, chacun avec deux niveaux, comme indiqué dans le Tableau 4.10. Cela nous conduit à réaliser 8 essais (2^3), où nous étudions l'influence de toutes les combinaisons possibles de facteurs. Dans ce cas, la matrice de planification est illustrée par le Tableau 4.11.

C1. Collecte des données des essais selon la matrice de planification

Une fois les facteurs et les niveaux sélectionnés, les expériences sont réalisées pour mesurer les valeurs de résistance à la compression. Les essais expérimentaux sont effectués en suivant une matrice de planification, où chaque essai correspond à une ligne distincte (voir Tableau 4.11).

Tableau 4. 11 Matrice du plan factoriel complet

Expériences	X_1	X_2	X_3	*IPD*	*RT* *(Ω.cm)*	*FPE* (tgδ. 10^{-2})	*PR*
1	20	0	Après	23.79	$5.89\ 10^{13}$	27.35	2.65
2	20	12	Après	54.19	$1.52\ 10^{13}$	35.97	0.21
3	140	0	Avant	412.05	$1.64\ 10^{12}$	51.46	7.29
4	140	12	Après	1694.04	0	180.27	9.75
5	140	0	Après	447.81	$4.85\ 10^{11}$	75.10	6.82
6	20	0	Avant	29.46	$1.97\ 10^{13}$	4.99	2.67
7	140	12	Avant	2172.12	$5.40\ 10^{12}$	197.36	10.79
8	20	12	Avant	75.19	$1.09\ 10^{13}$	19.75	1.20

IPD est l'indice de perte diélectrique ; RT est la résistance transversale ; FPE Facteur de perte électrique ; et PR est la permittivité relative.

D1. Calcul des coefficients du modèle

Après avoir collecté les valeurs des grandeurs mesurées (Tableau 4.11), un modèle polynomial du premier ordre (Équation 3.19) est utilisé pour établir des relations entre les réponses et les facteurs sélectionnés. Dans ce modèle, la réponse y représente une valeur mesurée, et Xi indique le niveau du facteur i (voir Tableau 4.5). Nous utilisons une analyse de régression linéaire multiple pour ajuster les fonctions des réponses aux données expérimentales et calculer les coefficients du modèle du premier ordre (Équation 3.19).

Dans les Tableau 4.14-4.15, l'astérisque (*) indique les P-valeurs qui sont inférieures au niveau de signification α = 0,05, avec un niveau de confiance de 95 %. Le signe positif des coefficients indique que l'augmentation des valeurs des facteurs correspondants entraîne une augmentation du niveau des grandeurs mesurées.

Tableau 4. 12 Coéfficients du plan factoriel complet à 2^3, Réponse IPD

Coéfficients	Valeur	*P-valeur*
a0	613.58	0.0640
a1	385.30	0.1021
a2	567.92	0.0696
a3	58.92	0.5194
a1.a2	366.27	0.1073
a1.a3	66.14	0.4810
a2.a3	51.95	0.5575

Tableau 4. 13 Coéfficients du plan factoriel complet à 2^3, Réponse RT

Coéfficients	Valeur	*P-valeur*
a0	1.40e+13	0.1698
a1	-6.15e+12	0.3546
a2	-1.21e+13	0.1945
a3	-4.62e+12	0.4409
a1.a2	6.97e+12	0.3199
a1.a3	4.89e+12	0.4229
a2.a3	6.257e+12	0.3498

Tableau 4. 14 Coéfficients du plan factoriel complet à 2^3, Réponse FPE

Coéfficients	Valeur	*P-valeur*	
a0	74.03	0.0371	*
a1	34.30	0.0798	
a2	52.01	0.0528	
a3	-5.64	0.4163	
a1.a2	28.46	0.0960	
a1.a3	5.85	0.4047	
a2.a3	4.00	0.5245	

Tableau 4. 15 Coéfficients du plan factoriel complet à 2^3, Réponse PR

Coéfficients	Valeur	*P-valeur*	
a0	5.17	0.0061	*
a1	0.31	0.0996	
a2	3.48	0.0091	*
a3	0.31	0.0994	
a1.a2	1.29	0.0244	*
a1.a3	0.19	0.1609	
a2.a3	0.06	0.4291	

Dans les Tableaux 4.12-4.14, les P-valeur des coefficients des facteurs dépassent α = 0,05 (avec un niveau de confiance de 95 %), ce qui indique que ces facteurs ne sont pas statistiquement significatifs. En d'autres termes, il n'y a pas suffisamment de preuves pour conclure que ces facteurs ont un effet significatif sur les réponses IPD, RT, et FPE. Dans le tableau 4.15, les P-valeurs des coefficients de certains facteurs sont inférieures à α = 0,05, ce qui indique que ces facteurs sont statistiquement significatifs. Le facteur qui influence la réponse PR est le pourcentage des fibres. De plus, il existe une interaction significative entre deux facteurs : la température et le pourcentage des fibres. Pour ces raisons, nous allons éliminer le facteur vieillissement de la liste des facteurs qui influencent les quatre réponses. Ensuite, nous reconstruirons un nouveau plan d'expériences selon l'approche du plan factoriel complet.

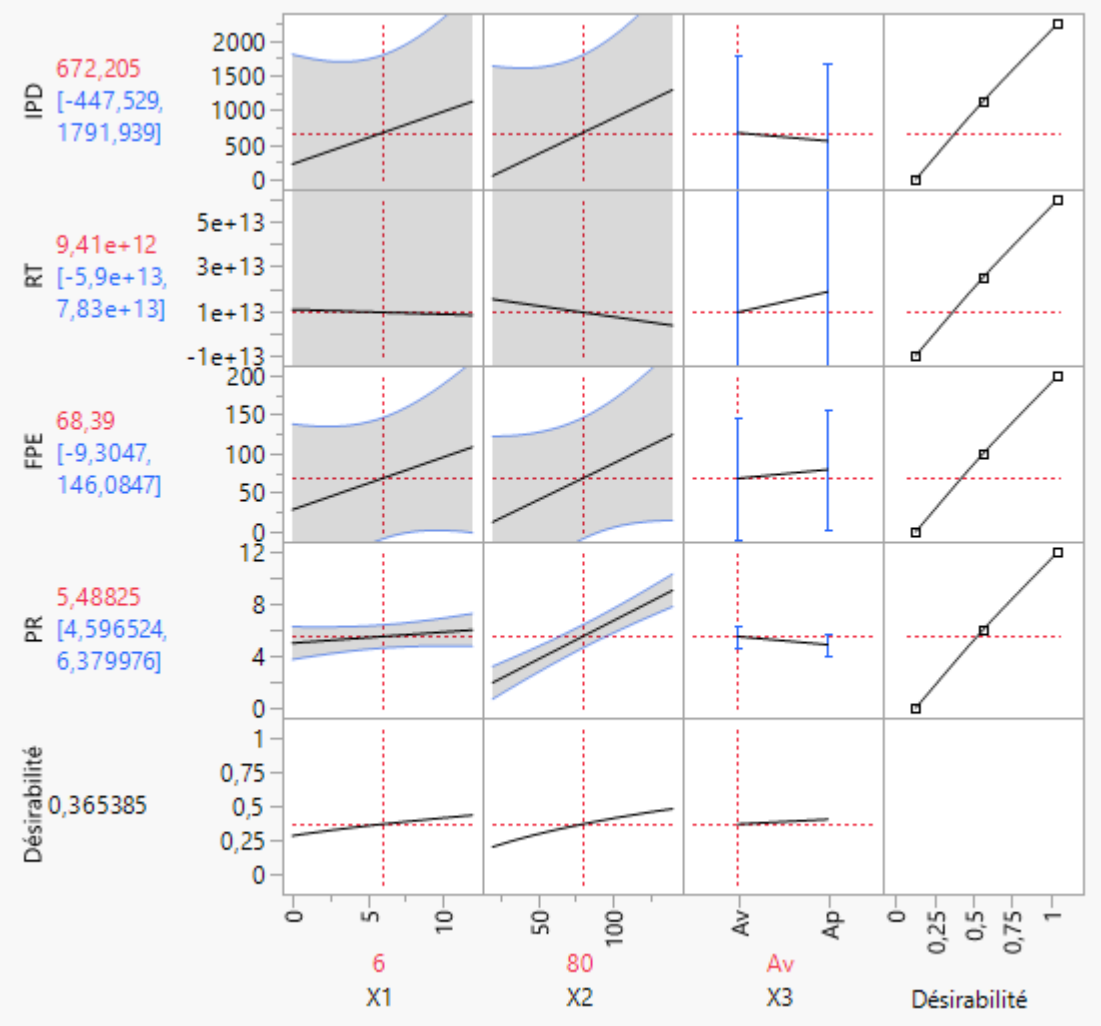


Figure 4.32 Profils des prévisions pour les trois facteurs

E1. Modèle du plan d'expérience pour la réponse PR

A partir du Tableau 4.13 et l'expression de l'équation 3.19, le modèle du plan factoriel complet correspondant à la réponse PR est exprimé comme suit :

$$y = a_0 + a_2 X_2 + a_{12} X_1 X_2 \qquad (4.25)$$

$$PR = 5.17 + 3.48.X_2 + 1.29 X_1 X_2 \qquad (4.26)$$

L'équation 4.15 correspond au modèle du plan factoriel complet. Ce modèle est utilisé dans un contexte statistique plutôt que physique. Il démontre de manière statistique que le facteur X2 (Pourcentage des fibres) a une influence sur la réponse PR, tandis que l'interaction entre les deux facteurs X1 (Température) et X2 est également présente, notée X1.X2.

F1. Analyse des résultats par l'analyse de variance (ANOVA)

D'après le tableau 4.16 La valeur de probabilité (Prob.>F) est de 0,0248, cela signifie un effet statistiquement significatif du facteur X2 sur la réponse PR.

Tableau 4. 16 Analyse de variance, Réponse PR

Source	*SS*	*DF*	*MS*	*Rapport F*
Modèle	*112.705*	*6*	*18.784*	*953..46*
Erreur	*0.019*	*1*	*0.019*	*Prob.>F* *0.0248*
Total corrigé	*112.725*	*7*		

G1. Reconstruction du plan d'expériences

Les facteurs et les niveaux de chaque facteur.

Tableau 4. 17 Facteurs et niveaux

Facteurs	Code	Niveau bas	Niveau haut
Température (°C)	X_1	20	140
Pourcentage des fibres (%)	X_2	0	12

Collecte des données des essais selon la matrice de planification

Tableau 4. 18 Matrice du plan factoriel complet

Expériences	X_1	X_2	*IPD*	*RT* *(Ωcm)*	*FPE* (tgδ. 10^{-2})	*PR*
1	20	0	23.79	5.89 10^{13}	27.35	2.65
2	20	12	54.19	1.52 10^{13}	35.97	0.21
3	140	0	412.05	1.64 10^{12}	51.46	7.29
4	140	12	1694.04	0	180.27	9.75
5	140	0	447.81	4.85 10^{11}	75.10	6.82
6	20	0	29.46	1.97 10^{13}	4.99	2.67
7	140	12	2172.12	5.40 10^{12}	197.36	10.79
8	20	12	75.19	1.09 10^{13}	19.75	1.20

Dans les Tableaux 4.19, 4.23 4.25, les P-valeur des coefficients des facteurs sont inférieures à α = 0.05, ce qui indique que ces facteurs, à savoir le pourcentage des fibres et la température, sont statistiquement significatifs. Le facteur qui influence les réponses IPD, FPE, et PR est le pourcentage des fibres. De plus, il existe une interaction significative entre les deux facteurs suivants: la température et le pourcentage des fibres.

Dans le tableau 4.21 correspondant à la réponse RT, les P-valeurs des coefficients des facteurs dépassent la valeur α = 0,05, ce qui indique que ces facteurs ne sont pas statistiquement significatifs.

Coefficients des modèles des plans d'expériences

Tableau 4. 19 Coefficients du plan factoriel complet à 2^3, Réponse IPD

Coefficients	Valeur	*P-valeur*	
a0	613.58	0.0005	*
a1	385.30	0.0030	*
a2	567.92	0.0007	*
a1.a2	366.27	0.0036	*

Le Modèle établi : $$IPD = 613.85 + 385.30.X_1 + 567.92.X_2 + 366.27.X_1X_2 \quad (4.\ 27)$$

Tableau 4. 20 Analyse de variance, Réponse IPD

Source	*SS*	*DF*	*MS*	*Rapport F*
Modèle	*4841208*	*3*	*1613736*	*56.05*
Erreur	*1151562*	*4*	*28789*	*Prob.>F* *0.0010*
Total corrigé	*4956364*	*7*		

Tableau 4. 21 Coefficients du plan factoriel complet à 2^3, Réponse RT

Coefficients	Valeur	*P-valeur*	
a0	1.39e+13	0.0493	*
a1	-6.03e+12	0.2927	
a2	-1.23e+13	0.0695	
a1.a2	7.09e+12	0.2277	

Tableau 4. 22 Analyse de variance, Réponse RT

Source	*SS*	*DF*	*MS*	*Rapport F*
Modèle	*1.89e+27*	*3*	*6.32e+26*	*3.18*
Erreur	*7.94e+26*	*4*	*1.98e+26*	*Prob.>F* *0.1462*
Total corrigé	*2.69e+27*	*7*		

Tableau 4. 23 Coefficients du plan factoriel complet à 2^3, Réponse FPE

Coefficients	Valeur	*P-valeur*	
a0	74.03	0.0001	*
a1	34.30	0.0024	*
a2	52.01	0.0005	*
a1.a2	28.46	0.0048	*

Le Modèle établi : $$RT = 74.03 + 34.30.X_1 + 52.01.X_2 + 28.46.X_1X_2 \quad (4.\ 28)$$

Tableau 4. 24 Analyse de variance, Réponse FPE

Source	*SS*	*DF*	*MS*	*Rapport F*
Modèle	*37541.21*	*3*	*12513.7*	*62.0269*
Erreur	*806.98*	*4*	*201.7*	*Prob.>F* *0.0008*
Total corrigé	*38348.20*	*7*		

Tableau 4. 25 Coefficients du plan factoriel complet à 2^3, Réponse PR

Coefficients	Valeur	*P-valeur*	
a0	5.17	0.0001	*
a1	0.31	0.1711	
a2	3.48	0.0001	*
a1.a2	1.29	0.0024	*

Le Modèle établi : $$PR = 5.17 + 3.48.X_2 + 1.29.X_1X_2 \quad (4.\ 29)$$

Tableau 4. 26 Analyse de variance, Réponse PR

Source	*SS*	*DF*	*MS*	*Rapport F*
Modèle	*111.58*	*3*	*37.19*	*130.32*
Erreur	*1.14*	*4*	*0.28*	*Prob.>F* *0.0002*
Total corrigé	*112.72*	*7*		

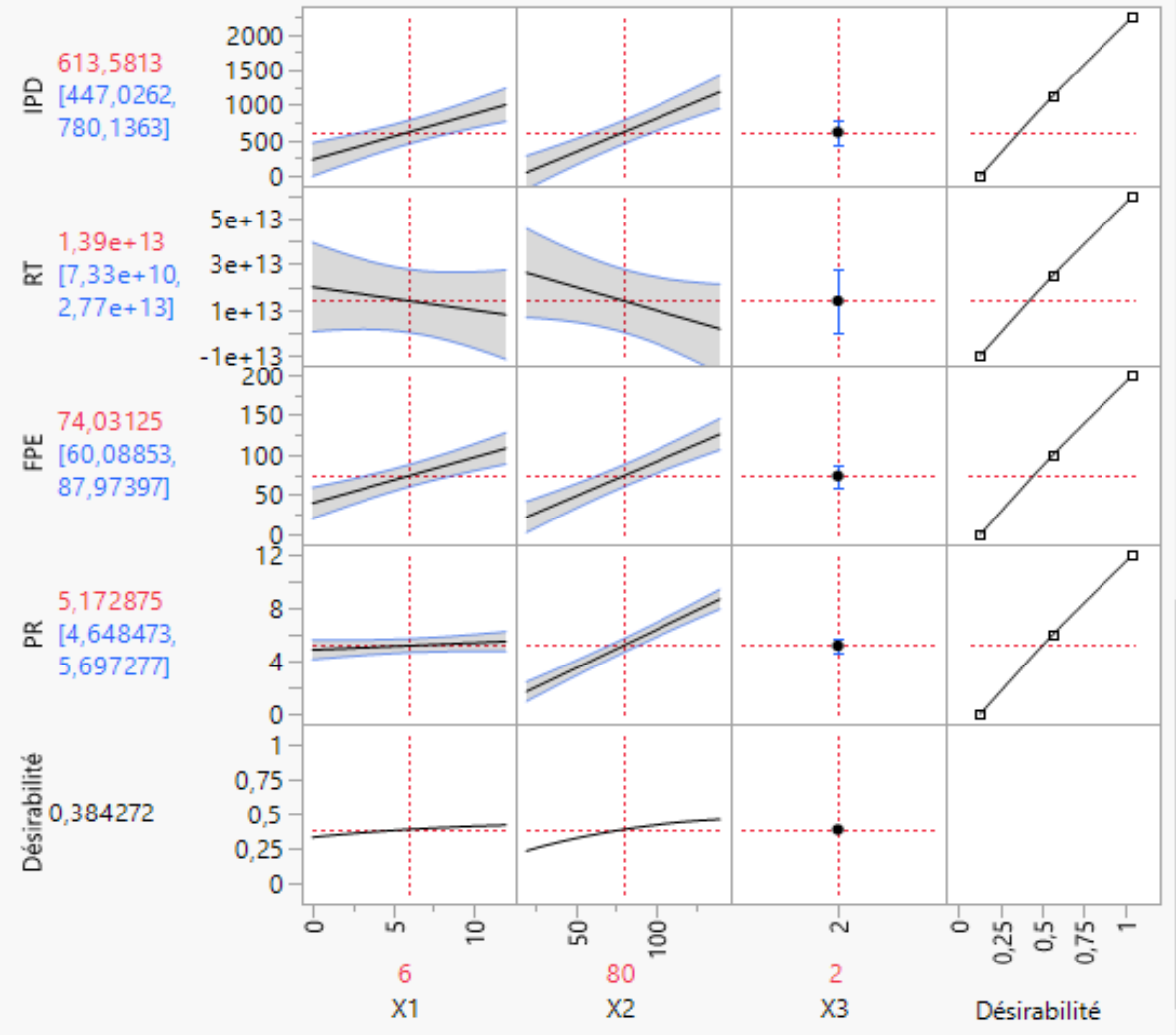


Figure 4. 33 Profils des prévisions pour deux facteurs X1 et X2

4.4 Conclusion

En conclusion, ce chapitre a présenté les résultats des essais expérimentaux menés sur différents aspects du composite à matrice minérale ou à matrice organique. La première section a examiné l'effet du compactage en tant que technique de réduction d'eau sur la résistance mécanique des échantillons du composite à matrice minérale, en utilisant l'approche des plans d'expérience et la modélisation basée sur les réseaux de neurones artificiels. La deuxième section a abordé la cinétique de séchage du composite à matrice minérale en fonction de la concentration en fibres et de la température, avec une modélisation mathématique pour simuler et optimiser ces caractéristiques. La caractérisation électrique, thermique et mécanique des composites à matrice organique et fibres cellulosiques a été réalisée dans la troisième section, en quantifiant l'interaction entre différents paramètres.

Les résultats obtenus dans ces domaines fournissent des informations précieuses pour comprendre les propriétés des matériaux et ouvrent des perspectives pour de futures applications et optimisations. Les essais de réduction de la teneur en eau ont montré que l'ajout de fibres cellulosiques réduit la résistance à la compression du mortier, avec une diminution plus importante à mesure que la concentration de fibres augmente. L'application d'une charge a également amélioré la résistance à la compression. De plus, les essais de séchage ont confirmé l'importance de l'interaction eau-solide dans la durabilité des produits cimentaires.

Concernant la deuxième partie du chapitre qui traite le composite à matrice organique (PVC), le plan d'expérience établi a montré que le pourcentage de fibres exerce une influence sur les réponses IPD, FPE et PR. De plus, il existe une interaction significative entre les deux facteurs suivants : la température et le pourcentage de fibres. Djidjell et al. [28] ont étudié l'effet de l'utilisation de différentes teneurs en fibres de bois (WF) dans les composites PVC sur leurs propriétés thermiques, mécaniques et diélectriques. Les résultats ont montré que lorsque la teneur en WF augmente, la contrainte et la déformation à la rupture des composites diminuent tandis que la permittivité ainsi que les pertes diélectriques augmentent en raison d'une faible adhérence entre le PVC et le bois. Le PVC seul a présenté une résistance à la traction plus élevée et des pertes diélectriques ainsi qu'une permittivité plus faible.

La permittivité et le facteur de perte diélectrique du PVC chargé avec différentes concentrations de grignons d'olive, qu'ils soient non traités ou traités au chlorure de benzyle, ont été mesurés à une fréquence constante de 100 Hz et sur une plage de températures s'étendant de -50°C à 130°C. Ces deux valeurs augmentent proportionnellement à la température. Cette augmentation est légère dans la plage de températures allant de -60°C à 0°C, plus modérée entre 0°C et 40°C, et devient plus significative au-delà de 70°C. Par ailleurs, le traitement chimique de benzylation entraîne une réduction de la perte diélectrique, ce qui rend le matériau adapté à des applications d'isolation [29].

Enfin, cette partie du chapitre contribue à l'avancement des connaissances dans le domaine des matériaux de construction et ouvre des perspectives pour de futures recherches visant à optimiser les propriétés des composites à matrice minérale. Les approches expérimentales et de modélisation utilisées ont montré leur efficacité dans la caractérisation et la prédiction des propriétés du mortier.

Références

1. Savastano Jr, H., Warden, P. G., & Coutts, R.S.P.: Mechanically pulped sisal as reinforcement in cementitious matrices. Cem. Concr. Compos. 25, 311–319 (2003)
2. Savastano Jr, H., Warden, P. G., & Coutts, R.S.P.: Microstructure and mechanical properties of waste fibre–cement composites. Cem. Concr. Compos. 27, 583–592 (2005)
3. Soroushian, P., Won, J. P., & Hassan, M.: Durability characteristics of CO2-cured cellulose fiber reinforced cement composites. Constr. Build. Mater. 34, 44–53 (2012)
4. Balaguru, P.N.: Thin reinforced concrete products and systems. American Concrete Institute (1994)
5. Mindess, S.: Fiber reinforced concrete: Challenges and prospects. Presented at the (1995)
6. Coutts, R.S.P.: Fibre-matrix interface in air-cured wood-pulp fibre-cement composites. J. Mater. Sci. Lett. 6, 140–142 (1987)
7. Claramunt, J., Ardanuy, M., García-Hortal, J. A., & Tolêdo Filho, R.D.: The hornification of vegetable fibers to improve the durability of cement mortar composites. Cem. Concr. Compos. 33, 586–595 (2011)
8. Antwi-Boasiako, C., Ofosuhene, L., & Boadu, K.B.: Suitability of sawdust from three tropical timbers for wood-cement composites. J. Sustain. For. 37, 414–428 (2018)
9. Bentchikou, M.: Elaboration et étude de deux materiaux composites a fibres cellulosiques et matrice minerale organique. application al l''isolation thermique, (2000)
10. Tolêdo Filho, R. D., Scrivener, K., England, G. L., & Ghavami, K.: Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. Cem. Concr. Compos. 22, 127–143 (2000)
11. Zhang, L., Ren, Q., Li, Z., & Zhang, G.: Predicting the Drying of Concrete by an Anomalous Diffusion Mode. J. Mater. Civ. Eng. 31, (2019)
12. Aligizaki, K.K.: Pore structure of cement-based materials: testing, interpretation and requirements.
13. Moropoulou, A., Karoglou, M., Giakoumaki, A., Krokida, M. K., Maroulis, Z. B., & Saravacos, G.D.: Drying kinetics of some building materials. Brazilian J. Chem. Eng. 22, 203–208 (2005)

14. Vinkler, M., & Vítek, J.L.: Drying concrete: experimental and numerical modeling. J. Mater. Civ. Eng. 28, (2016)
15. Zhang, Q., Zeng, Q., Zheng, D. C., Wang, J., & Xu, S.L.: Oven dying kinetics and status of cement-based porous materials for in-lab microstructure investigation. Adv. Cem. Res. 30, 204–215 (2018)
16. Zhang, L., Ren, Q., Li, Z., & Zhang, G.: Predicting the Drying of Concrete by an Anomalous Diffusion Model. J. Mater. Civ. Eng. 31, (2019)
17. Badaoui, O., Hanini, S., Djebli, A., Haddad, B., & Benhamou, A.: Experimental and modelling study of tomato pomace waste drying in a new solar greenhouse: Evaluation of new drying models. Renew. energy. 133, 144–155 (2019)
18. Benyekhlef, A., Mohammedi, B., Hanini, S., Boumahdi, M., Rezrazi, A., Laidi, M.: A Contribution to the Modelling of Fouling Resistance in Heat Exchanger-Condenser by Direct and Inverse Artificial Neural Network. Kem. u Ind. Časopis kemičara i Kem. inženjera Hrvat. 70, 639–650 (2021)
19. Bennamoun, L., Kahlerras, L., Michel, F., Courard, L., Salmon, T., Fraikin, L., ... & Léonard, A.: Determination of moisture diffusivity during drying of mortar cement: experimental and modeling study. Int. J. Energy Eng. 3, (2013)
20. Lachenani, A., Bentchikou, M., Boumahdi, M., Hanini, S., & Laidi, M.: Drying Process of Cement Mortar Composites Reinforced with Cellulosic Fibres: Experiment and Mathematical Modelling. Kem. u Ind. Časopis kemičara i Kem. inženjera Hrvat. 71, 675–684 (2022)
21. Colinart, T., Glouannec, P., & Chauvelon, P.: Influence of the setting process and the formulation on the drying of hemp concret. Constr. Build. Mater. 30, 372–380 (2012)
22. Zaknoune, A., Glouannec, P., & Salagnac, P.: Estimation of moisture transport coefficients in porous materials using experimental drying kinetics. Heat Mass Transf. 48, 205–215
23. Rörig-Dalgaard, I., Ottosen, L. M., & Hansen, K.K.: Diffusion and electromigration in clay bricks influenced by differences in the pore system resulting from firing. Constr. Build. Mater. 27, 390–397 (2012)
24. Bennamoun, L., Belhamri, A., & Mohamed, A.A.: Application of diffusion model to predict drying kinetics changes under variable conditions: experimental and simulation study. Fluid Dyn. Mater. Process. 5, 177–191 (2009)

25. Jideani, V.A., Mpotokwana, S.M.: Modeling of water absorption of Botswana bambara varieties using Peleg ' s equation. J. Food Eng. 92, 182–188 (2009). https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.10.040
26. Djebli, A., Hanini, S., Badaoui, O., Boumahdi, M.: A new approach to the thermodynamics study of drying tomatoes in mixed solar dryer. Sol. Energy. 193, (2019). https://doi.org/10.1016/j.solener.2019.09.057
27. Bentchikou, M.: Elaboration et étude de deux materiaux composites a fibres cellulosiques et matrice minerale organique. application al l''isolation thermique. , Doctoral dissertation, Médéa (2000)
28. Djidjelli, H., Martinez-Vega, J. J., Farenc, J., & Benachour, D.: Effect of wood flour content on the thermal, mechanical and dielectric properties of poly (vinyl chloride). Macromol. Mater. Eng. 287, 611–618 (2002)
29. Djidjelli, H., Benachour, D., Boukerrou, A., Zefouni, O., Martinez-Véga, J., Farenc, J., & Kaci, M.: Thermal, dielectric and mechanical study of poly (vinyl chloride)/olive pomace composites. Express Polym. Lett. 1, 846–852 (2007)

Conclusion générale

Dans cette thèse, nous avons abordé la problématique de l'utilisation de matériaux de construction respectueux de l'environnement dans l'industrie de la construction. Étant donné que ce secteur est l'un des plus énergivores et émetteurs de dioxyde de carbone, il est crucial de trouver des solutions durables pour atténuer son impact sur l'environnement et le changement climatique.

Notre objectif principal était de développer des matériaux composites à base de fibres cellulosiques présentant des propriétés améliorées. Nous avons étudié et caractérisé deux types de composites : l'un avec une matrice minérale (mortier de ciment) et l'autre avec une matrice organique (PVC). Ces matériaux composites offrent une alternative écologique aux matériaux traditionnels et peuvent contribuer à la construction durable.

En récapitulant nos objectifs de recherche, nous avons évalué l'importance de l'application d'une pression de compactage et du mode de cure sur les propriétés des composites à matrice minérale. Nous avons également utilisé la méthode des plans d'expérience pour concevoir des tests sur les composites élaborés. De plus, nous avons utilisé une approche basée sur les réseaux de neurones artificiels pour prédire les propriétés mécaniques des matériaux composites. Enfin, nous avons étudié la cinétique du processus de séchage pour les composites à matrice minérale.

Les résultats de notre recherche ont montré plusieurs avantages des matériaux composites à base de fibres cellulosiques. Ils contribuent à l'avancement de la construction durable en offrant une alternative écologique aux matériaux traditionnels. De plus, ils améliorent notre compréhension du comportement des composites renforcés avec des fibres végétales et permettent d'optimiser leur utilisation dans diverses applications.

Pour l'avenir, il est essentiel de poursuivre les recherches sur les matériaux composites à base de fibres cellulosiques. Cela pourrait inclure l'exploration de nouvelles méthodes de

renforcement, l'étude de différentes matrices et l'analyse de l'impact environnemental complet de ces matériaux.

En conclusion, cette thèse a contribué à l'avancement des connaissances dans le domaine des matériaux de construction respectueux de l'environnement. Les résultats obtenus ouvrent la voie à de futures recherches visant à optimiser les propriétés des composites à base de fibres cellulosiques et à promouvoir leur utilisation dans l'industrie de la construction. En utilisant des approches expérimentales et de modélisation, nous avons réussi à caractériser et à prédire les propriétés des matériaux composites, ce qui constitue une contribution scientifique importante. Bien que des limitations subsistent, ces travaux offrent des perspectives prometteuses pour la création de matériaux de construction plus durables et respectueux de l'environnement. Il est essentiel de poursuivre les efforts de recherche dans ce domaine pour répondre aux défis environnementaux auxquels notre société est confrontée.

Annexe A Résultats des essais sur les granulats

Les résultats des essais sur les granulats sont présentés dans les tableaux suivants :

Masses volumiques

Après avoir soumis les granulats utilisés à différents essais de caractérisation, les résultats trouvés sont résumés dans le Tableau A.1.

Tableau A. 1 Les masses volumiques des différents sables utilisés

Sable	Roulé (HASI BAHBAH)	Concassé lavé (Mont Courno)
Masse volumique apparente (kg/m^3)	1483	1552
Masse volumique absolue (kg/m^3)	2500	2500

Equivalent de sable

Les résultats de l'essai d'équivalent de sable sont résumés dans le tableau A.2. Les résultats montrent que l'équivalent du sable est acceptable.

Tableau A. 2 L'équivalent du sable des différents sables utilisés

Sable	ESV	ESP	Observations
Roulé (HASI BAHBAH)	82.41	77.96	Sable très propre : bonne utilisation
Concassé (Mont courno)	55.15	54.65	Sable argileux

Analyse granulométrique

Pour obtenir la courbe granulométrique des sables, nous procédons au tamisage. Les courbes granulométriques des sables utilisés sont présentées dans la Figure A.1.

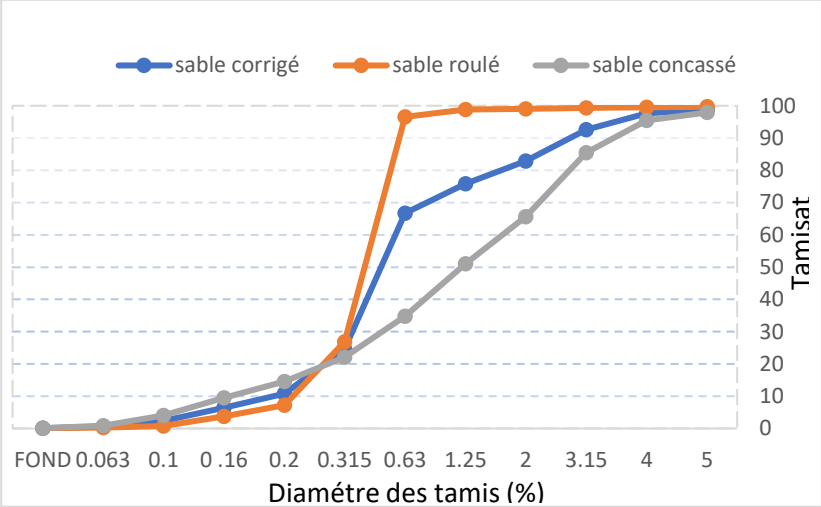


Figure A. 1 La courbe granulométrique des sables utilisés

En se basant sur l'analyse granulométrique, nous déterminons le module de finesse (MF) et les résultats correspondants pour chaque sable sont récapitulés dans le Tableau A.3.

Tableau A. 3 Analyse granulométriques des différents sables.

Sable	Roulé (HASI BAHBAH)	Concassé lavé (Mont Courno)
Module de finesse (MF)	1.75	3.17

D'après ces résultats, il est évident que le sable concassé est de granulométrie grossière, tandis que l'autre sable est fin. Cette constatation nous amène à compenser la finesse du sable roulé avec le sable grossier afin d'obtenir un mélange adéquat.

Mélange des deux sables

Selon la méthode d'ABRAMS et le module de finesse souhaité (MF souhaité = 2.5), nous calculons les paramètres S_1, S_2 et S suivants :

Mf souhaité =2.5

S_1=3.17-2.5=0.67

S_2=2.5-1.75=0.75

S=0.67+0.75=1.42

Le sable mélangé est composé des proportions suivantes :

- Le pourcentage du sable concassé = (0.67/1.42).100=47.18%
- Le pourcentage du sable roulé = (0.75/1.42).100=52.82 %