République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

U.Y.F.Médéa

Université Yahia Farès de Médéa
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés

THÈSE

Présentée en Vue de l'Obtention du Grade de

Docteur en Sciences

Spécialité : Génie des Procédés
Option : Génie des Procédés

Par

Nadjla MOSTEFAI

Contribution à l'Elaboration et à la Caractérisation de Composites Modifiés par des Biopolymères

Soutenue publiquement le : **03 / 07 / 2017** devant le jury composé de :

• Pr. Salam Abudura	Université de Médéa	Président
• Dr. Rachida Rihani	USTHB d'Alger	Examinatrice
• Dr. Mohamed Bentchikou	Université de Médéa	Examinateur
• Dr Benamar Cheknane	Université de Blida	Examinateur
• Pr. Salah Hanini	Université de Médéa	Directeur de thèse
• Pr. Noureddine Benseddiq	Université de Lille 1	Co-Directeur de thèse
• Dr Sofiane Guessasma	INRA de Nantes	Co-Directeur de thèse
• Dr Rabah Hamzaoui	ESTP - Paris	Co-Directeur de thèse

- Année 2017 -

" Les chemins difficiles mènent souvent vers de belles destinations"

A la mémoire de mes chers parents

Vous auriez été très fiers, vous qui m'avez toujours poussée à aller de l'avant et plus loin que cela me sera permis....

Gratitude & Remerciements

J'ai beaucoup de gratitude envers le Bon Dieu, pour m'avoir donné la force et le courage pour dépasser toutes les difficultés et persévérer pour achever ce modeste travail.

Je tiens à exprimer ma gratitude à vous, mes directeurs de thèse ;

Mr Salah .Hanini, Professeur à l'université de Médéa, pour vos conseils votre disponibilité votre patience et compréhension ;

Mr Noureddine Benseddiq, Professeur à l'université de Lille 1, pour également, vos conseils, votre disponibilité durant mes séjours dans le laboratoire de mécanique et productique de Lille 1 ;

Mr Sofiane Guessasma, Chargé de Recherche Classe A / HDR à l'INRA de Nantes, je ne te remercierai jamais assez, pour avoir cru en moi, pour avoir puisé le meilleur en moi, pour tes conseils, tes directives et ta disponibilité durant tous les séjours que j'ai effectué à l'INRA, où j'apprenais en continu avec toi ;

Mr Rabah Hamzaoui, Enseignant Chercheur / HDR à l'université Paris Est / ESTP- Paris, ce travail n'aurait pas été possible sans ton soutien et ta disponibilité, je te remercie infiniment pour ton accueil à l'ESTP pour tes conseils, pour les moyens mis à ma disposition et tes encouragements ;

Je remercie également Mr Hedi Nouri, Professeur Assistant invité à l'école des mines de Douai, qui m'a été d'une grande aide pour les acquisitions tomographiques.

Je remercie chaleureusement ; le président de jury Mr Salam Abudura , Professeur à l'université de Médéa, pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ma soutenance ;

Aux examinateurs ; Mme Rachida Rihani MCA à l'USTHB, Mr Mohamed Bentchikou MCA à l'université de Médéa et Mr Benamar Cheknane MCA à l'université de Blida, qui ont accepté de juger ce travail je vous présente mes sincères remerciements ;

Merci à vous Mr.Smain Kouadik, Professeur à l'université de Médéa, pour votre aide et votre soutien si précieux.

Je remercie le Bon Dieu pour m'avoir fait membre d'une magnifique famille, à qui j'exprime toute ma gratitude, c'est dans les moments difficiles qu'on a appris à mieux s'aimer à se soutenir, à être disponible les uns pour les autres, à s'aider mutuellement et continuellement. Merci à ma très chère sœur Narriman, mes chers frères Soufienne, Adnane EsSaid et Tallal, mes chères belles sœurs Anissa et Moufida. Un grand merci, à toi Anissa, pour ton aide si précieuse pour la mise en page et l'impression. Sans oublier mes adorables nièces Fatiha, Malek et Sorror. Que le Bon Dieu nous garde tous les uns pour les autres.

Au terme de ce parcours, j'exprime ma gratitude pour toutes celles et ceux qui m'ont aidé de près ou de loin, qui me sont chers et qui m'ont accompagnée tout au long de ces années. En particulier, toi ma chère Souad je te remercie pour tous les moments passés ensembles, pour tes attentions et encouragements. Mes collègues et amis, qui m'ont soutenue, je nommerai ; Leila et Wahiba pour vos textos, appels et soutiens quotidiens et Khaled pour ton aide et ta gentillesse. Les adorables personnes que j'ai rencontrées lors de mes séjours dans les laboratoires de l'INRA de Nantes et l'ESTP de Paris, je citerai particulièrement, Amadou et Radja. Ainsi que tous ceux qui ont effectué le déplacement pour assister et m'encourager lors de ma soutenance, en particulier ma chère cousine Akeela.

Merci à vous Tous.

Avant – Propos

Ce travail de thèse est le fruit de collaboration de plusieurs équipes ; le laboratoire de biomatériaux et phénomènes de transport de l'université de Médéa, le laboratoire de mécanique et productique de l'université de Lille 1, l'unité de recherche Biopolymères Interactions et Assemblage (BIA), équipe MC2 de l'INRA de Nantes et l'institut de recherche en constructibilité (IRC) de l'ESTP de Cachan.

Les travaux de recherche réalisés durant ces années de thèse ont donné lieu à des publications et à des communications dans des congrès dont la liste est donnée ci-dessous :

Publications dans des revues à comité de lecture :

- ✓ Nadjla Mostefai, Rabah Hamzaoui, Sofiane Guessasma, Amadou Aw, Hedi Nouri. *Microstructure and mechanical performance of modified hemp fibre and shiv mortars: Discovering the optimal formulation*. Materials and Design 84 (2015) 359–371.

Congrès et Colloques :

- ✓ N.Mostefai, R.Hamzaoui, S.Guessasma : *Effet de la taille et du pourcentage des fibres de chanvre et de la chènevotte sur les propriétés mécaniques des mortiers et des bétons*. Congrès Matériaux 2014, 24-28 Novembre à Montpellier – France,

- ✓ N.Mostefai, R.Hamzaoui, S.Guessasma: *Effect of fly ashes on the mechanical performance of hemp modified mortar*. la conférence Internationale de géotechnique, des ouvrages et structures, du 11-12 Mai 2015, à Paris – France.

Sommaire

Page

Nomenclature……...……...……..… **i**

Liste des Figures……...……...… **iv**

Liste des Tableaux……...…….……... **viii**

Introduction Générale…… **01**

CHAPITRE I : Recherche Bibliographique et Etat de l'Art

Introduction…… **08**

Partie I.1 :Propriétés et Performances des Biopolymères

I.1. Propriétés et performances des biopolymères…… **10**

I.1.1. Utilisation alimentaires et non alimentaire de l'amidon…… **10**

I.1.2. Amidon biodégradable, ressource renouvelable…… **13**

I.1.3. Amidon comme matrice dans des biocomposites……..…… **15**

I.1.4. Composites 100% biopolymères à matrice d'amidon. …….. **17**

I.1.5. Amidon thermoplastique (TPS)…….. **18**

I.1.6. Composites d'amidon et fibres naturelles, Procédés d'élaboration……... **20**

I.1.7. Traitements des fibres dans les composites d'amidon renforcé par des fibres naturelles……... **23**

I.1.8. Propriétés de phases et comportement mécanique des composites à base d'amidon……. **24**

Partie I.2 : Matériaux du Génie-civil

I.2. Matériaux du Génie-civil…… **30**

I.2.1. Fibre naturelle dans le Génie-civil……... **30**

I.2.2. Secteur du bâtiment et environnement…….. **32**

I.2.3. Emissions CO_2…….. **34**

I.2.4 Fibres naturelles comme renfort dans les matrices cimentaires…….……. **42**
I.2.5. Propriétés spécifiques des fibres naturelles……….…………………….. **43**
I.2.6. Fibre et densité du composite……………………………………………. **48**
I.2.7. Plante de chanvre………………………………………………………… **49**
I.2.8. Additifs pour de meilleures performances mécaniques…………………. **53**

CHAPITRE II : Matériaux & Méthodes

Partie II.1. :Composite 100% biopolymère

Introduction…………………………………………………………………....... **56**
II.1.Composite 100% biopolymère…………………………………………………... **59**
II.1.1. Matériaux……………………………………………………………….. **59**
II.1.1.1. Amidon………………………………………………………………. **59**
II.1.1.2. Zéïne…………………………………………………………………. **60**
II.1.1.3. Composite Amidon-Zéïne (AZ)……………………………….... **61**
II.1.2. Elaboration……………………………………………………………… **62**
II.1.2.1. Matériels……………………………………………………………... **62**
II.1.2.2. Fabrication des matériaux………………………………………. **63**
II.1.2.3. Thermomoulage………………………………………………….. **63**
II.1.3. Caractérisation expérimentale……………………………………………... **64**
II.1.3.1. Méthodes de caractérisation des matériaux………………..…… **64**
II.1.4. Caractérisations structurales…………………………………………… **66**
II.1.4.1. Microscopie confocale à balayage laser (MCBL) et analyse d’images…………………………………………………………….……… **66**
II.1.5. Caractérisation numérique et implémentation des images…………….. **68**
II.1.5.1.Introduction..…………………………..………………...……….…. **68**
II.1.5.2. Modélisation numérique de l’interface..………………….…..…. **69**
II.1.5.3. Critère d’endommagement du type coulomb………………….. **70**
II.1.5.4. Modélisation par éléments finis……………………………….... **70**

Partie II.2. : Composite Modifié par des Fibres Naturelles

II.2. Composite Modifié par des Fibres Naturelles……... **75**

II.2.1. Introduction……... **75**

II.2.2.Matériaux……... **75**

II.2.2.1. Ciment…….. **75**

II.2.2.2 Cendres Volantes……... **77**

II.2.2.3. Fibres de chanvre et de chènevotte……... **78**

II.2.3. Propriétés mécaniques…….. **82**

II.2.3.1. Résistance à la compression…… **82**

II.2.3.2 Résistance à la flexion……... **83**

II.2.4. Broyage à très haute énergie (Mécanosynthèse)……... **84**

II.2.4.1 Principe de la mécanosynthèse…….. **84**

II.2.4.2. Mode opératoire…… **85**

II.2.5. Elaboration des composites : mortiers modifiés…….. **86**

II.2.5.1. Matériaux de base…… **87**

II.2.5.2. Confection et conservation…… **88**

II.2.6 Caractérisation expérimentale…… **91**

II.2.6.1. Essais à l'état frais…… **91**

II.2.6.2. Essais à l'état durci; Essais mécaniques …….. **92**

II.2.6.3. Analyse structurale et thermique…..……... **94**

CHAPITRE III
Resultats et Discussions
Composite 100% Biopolymère

Introduction……... **102**

III.1. Traitement d'images…… **103**

III.1.1. Binarisation et seuillage……... **103**

III.2. Effet de la résolution…… **105**

III.2.1. Endommagement et contrainte de déformation……..... **108**

III.2.2. Calcul du champ des contraintes……... **109**

III.3. Effet de la teneur en phase, de la force interfaciale et du coefficient de modulation du cisaillement…….. 111
III.4. Identification…… 116
III.5. Conclusion…… 118

CHAPITRE IV
Résultats et Discussions
Composite Modifié par des Fibres Naturelles

Introduction…….. 120
IV.1. Détermination de l'optimum…… 121
IV.2. Essais à l'état frais……. 121
V.3. Essais à l'état durci…… 126
V.3.1. Essais mécaniques…… 126
IV.3.1.1 Effet de la longueur de fibre…… 126
IV.3.1.2. Effet de la teneur en fibre…… 131
IV.3.1.3. Etude de toutes les formulations……. 134
IV.3.1.4. Addition des cendres volantes broyées……... 139
IV.3.1.5.Essais Mécaniques des mortiers avec des nanostructurés…… 140
IV.3.1.6. Module de Young…… 143
IV.3.2. Microstructure des mortiers modifiés…….. 144
IV.4. Etude structurale et thermique……. 150
IV.4.1. Diffraction des rayons X (DRX)…… 151
IV.4.2. Spectroscopie Infra-Rouge…….. 152
IV.4.3.Analyse thermogravimétrique…….. 152
IV.4.4. Analyse thermique différentielle DSC…… 154
IV.5. Conclusion…….. 155

Conclusion Générale ……..…..…….. 158
Références Bibliographiques……..…… 161
Résumés…… 168

Nomenclature

D	: Distance entre deux plans cristallographiques (µm)
d	: Déplacement (m)
d_f	: Longueur de la fibre (mm)
D_f	: Diamètre final (cm)
D_i	: Diamètre initial (cm)
d_s	: Longueur de la chènevotte (mm
e	: épaisseur de l'échantillon (mm)
e	: Chargement (%)
E	: Etalement (%)
E	: Module de Young(GPa)
E	: Module en flexion (Pa)
E_B	: Module en flexion (GPa)
E_C	: Module en compression (GPa)
EN	: rigidité normale (GPa)
ET	: rigidité tangentielle (GPa)
F	: Force mesurée (N)
f	: Fraction de la phase 1
f_f	: Teneur en fibres de chanvre (%)
F_N	: Force normale (N)
f_s	: Teneur en chènevotte (%)
F_T	: Force tangentielle (N)
f_Z	: Teneur en zéine (%)
F-	: Force produite de l'interface (-x) (N)
F+	: Force produite de l'interface (+x) (N)
g_i	: Niveau de gris
h	: Largeur de l'échantillon (mm)
I	: Contenu d'interface (%)

I : Unité d'épaisseur (microns)

I : Voxel $(\mu m)^3$

I_0 : largeur de l'échantillon (microns)

L : Distance entre les deux supports (mm)

l_0 : Largeur de l'échantillon (microns)

M_{CaCO_3} : Masse molaire de la calcite (g / mol)

$M_{Ca(OH)_2}$: Masse molaire de la portlandite (g / mol)

M_{CO_2} : Masse molaire de CO_2 (g / mol)

m_e : Masse de l'échantillon (g / mol)

M_{H_2O} : Masse molaire de H_2O (g / mol)

n : Ordre de réflexion

$n_{Ca(OH)2}$: Nombre de moles de portlandite (g / mol)

n_{H20} : Nombre de moles d'eau (g / mol)

N_X : Dimension dans l'unité voxel du volume acquis dans la direction X (µm)

N_Y : Dimension dans l'unité voxel du volume acquis dans la direction Y (µm)

N_Z : Dimension dans l'unité voxel du volume acquis dans la direction Z (µm)

PR : Coefficient de Poisson

q_R : Paramètre de fit

R : Résistance maximale (N)

R_0 : Résistance (N)

R^2 : Facteur de corrélation

S : Déformation

S : section $(micron)^2$

t_C : Nombre de jours de cure

t_w : Temps d'écoulement (s)

UX : Déplacement selon l'axe X

Lettres grecques

β : Paramètre de couplage entre le cisaillement et la traction à l'interface

Δd_w : Variation du diamètre du mortier (%)

Δl : Déplacement effectué (micron)

Δ m : Perte de masse de l'échantillon (g)

δ : Taille du pixel $(\mu m)^3$

δ_i : Opérateur Kronecker

ε : Déformation

θ : Demi – angle de déviation (rad)

λ : Longueur d'onde des rayons X (nm)

ρ_a : Masse volumique de l'amidon ($g.cm^{-3}$)

ρ_z : Masse volumique de la zéine ($g.cm^{-3}$)

σ : Contrainte (Mpa)

σ : Contrainte à la rupture (Pa)

σ_1 : Contrainte moyenne dans la phase 1 (Mpa)

σ_2 : Contrainte moyenne dans la phase 2 (Mpa)

σ_B : Résistance à la flexion (MPa)

σ_C : Résistance à la compression (MPa)

σ_e : Contrainte externe dans le composite (MPa)

σ_R : Force interfaciale (MPa)

Φ : Contenu de phase (%)

Φ_0 : Paramètre de fit

Φ_z : Fraction volumique de la zéine (%)

Ω : Vitesse de la roue solaire (tr/min)

ω : Vitesse des jarres tr/min

ω_z : Fraction massique (%)

:

Liste des Figures

Chapitre I

Partie I.1

Figure I.1.1. Représentation schématique d'une particule TPS typique idéalisant la couche externe riche en glycérol……. **19**

Figure I.1.2. Hygroscopicité des formulations des fibres…… **25**

Figure I.1.3. Hygroscopicité des formulations composites contenant 10% en poids de fibres……. **26**

Partie I.2

Figure I.2.1. Secteur de la construction…… **36**

Figure 1.2.2. Distribution de l'émission de dioxyde de carbone du cycle de vie pour les trois bâtiments……..... **39**

Figure I.2.3. Analyse de comparaison de CO2 entre le plan 1 et le plan 2 par quantité de chaque sous-système……. **41**

Figure I.2.4. Analyse de comparaison de CO2 entre le plan 1 et le plan 2 par les matériaux……. **41**

Figure I.2.5. Tracés d'Ashby illustrant le module de Young en fonction de la résistance à la traction des matériaux d'ingénierie traditionnels et des matériaux naturels sur le même axe…….. **47**

Figure I.2.6. Densité du mortier durci en fonction du volume de fibres de PET **49**

Figure I.2.7. (a) Plante du chanvre (Cannabis Sativa). (b) Coupe transversale d'une tige de chanvre……..…… **50**

Chapitre II

Partie II.1

Figure II.1.1.	Structure d'un grain de maïs…….……..	**60**
Figure II.1.2.	Schéma du dispositif de flexion trois points……...	**64**
Figure II.1.3.	Principe de la microscopie confocale à balayage laser……..	**67**
Figure II.1.4.	Représentation rhéologique de l'interface…….	**70**

Partie II.2

Figure II.2.1.	Classification des fibres végétales en fonction de leur origine…..	**79**
Figure II.2.2.	Plante de Chanvre……...	**80**
Figure II.2.3.	Modèle structurel de la paroi cellulaire végétale……	**81**
Figure II.2.4.	Résistance à la compression du mortier modifié par la fibre de chanvre en fonction du pourcentage de la fibre mouillée et sèche	**83**
Figure II.2.5.	Broyeur Planétaire à billes PM 400 et principe de fonctionnement……...	**84**
Figure II.2.6.	Poudres broyées à (0, 1, 3, 6 et 9) heures……...	**86**
Figure II.2.7.	Confection des différents mortiers modifiés……...	**89**
Figure II.2.8.	Essai d'ouvrabilité avec le maniabilimetre (LCPC)……...	**91**
Figure II.2.9.	Essai d'ouvrabilité avec la table à secousse……...	**92**
Figure II.2.10.	Essais mécaniques : (a) Flexion, (b) compression……..	**93**
Figure II.2.11.	Diffraction des rayons X…….	**95**
Figure II.2.12.	Spectroscopie infrarouge……	**96**
Figure II.2.13.	Analyse thermogravimétrique……	**97**
Figure II.2.14.	Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)…….	**98**
Figure II.2.15.	Système de tomographie ……	**100**

Chapitre III

Figure III.1. Composite AZ 15-85a 04, (a) Image de la microstructure, (b) Image binaire (c) Image de l'interface…… **104**

Figure III.2. Effet de la résolution sur l'arrangement microstructural pour une teneur en phase zéine de 59% (AZ-15-85a04)……... **105**

Figure III.3. Quantité de l'interface, relation du contenu en fonction de la résolution…… **106**

Figure III.4. Cinétique de l'endommagement et la contrainte de déformation en fonction de la résolution pour la microstructure AZ15-85 a04.. **108**

Figure III.5. (a) Déplacement UX dans la direction de chargement X et (b) Composante de contrainte principale S1 de la microstructure contenant AZ 15-85 a04 pour différentes résolutions…… **110**

Figure III.6. Effet de la teneur de la phase zéine sur l'évolution de la contrainte principal S1…… **113**

Figure III.7. Effet du (a) Contenu de phase f_Z, (b) Force interfaciale σ_R et (c) Coefficient de modulation de cisaillement β sur l'endommagement et la réponse mécanique de la microstructure de l'amidon-zein ……. **114**

Figure III.8. Effet combiné du contenu de phase et des paramètres de l'interface sur le contenu d'endommagement à un niveau de charge (e= 0,3 %)……... **116**

Figure III.9. Taux d'endommagement et chargement de départ en fonction de la teneur en phase. Effet (a) de la résistance interfaciale et (b) du coefficient de cisaillement…….. **117**

Chapitre IV

Figure IV.1. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion des mortiers modifiés par la fibre de chanvre avec une teneur de 02% en poids **127**

Figure IV.2. Contraintes de (a) Compression et de (b) Flexion des mortiers modifiés par la chènevotte avec une teneur de 02% en poids…... **130**

Figure IV.3. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion de mortiers typiques contenant des fibres de chanvre de 20 mm de longueur (MH2X) après 28 jours de durcissement…… **132**

Figure IV.4. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion de mortiers modifiés typiques contenant des fibres de chènevotte de 20 mm de longueur (MS2X) après 28 jours de durcissement…..…….. **133**

Figure IV.5. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion des mortiers modifiés par des fibres de chanvre (MHXX) en fonction du temps de durcissement……..... **135**

Figure IV.6. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion des mortiers modifiés par des fibres de chanvre (MSXX) en fonction du temps de durcissement……..... **137**

Figure IV.7. Diagramme de diffraction des rayons X des cendres volantes broyées à 0 et 3h……. **140**

Figure IV.8. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion du mortier optimal mélangé avec la fibre de chanvre et la chènevotte avec ajout des cendres volantes……...……... **142**

Figure IV.9. Morphologie (a) des fibres de chanvre, (b) la chènevotte, (c) les mortiers modifiés par les fibres de chanvre, (d). les mortiers modifiés par la chènevotte. Images obtenue par MEB……..…… **145**

Figure IV.10. (a) Images de μ tomographie à rayon X des mortiers modifiés (MHFA) et (MS22), (b) Vues en profondeur montrant l'arrangement de la porosité et des phases de chanvre et chènevotte ……..……..….. **147**

Figure IV.11. Répartition du volume et du nombre de volumes de pores dans les mortiers modifiés (MS22) et (MHFA). …….……. **149**

Figure IV.12. Diagramme de diffractions des mortiers REF et REFA à 28 Jours **150**

Figure IV.13. Spectre IR du mortier REF à 28 jours……...……..….... **151**

Figure IV.14. Perte de masse et Dérivée en fonction de la température……... **152**

Figure IV.15. DSC pour les mortiers REF et REFA……...…….. **154**

Liste des Tableaux

Chapitre I

Partie I.1

Tableau I.1.1. Caractéristiques de l'amidon……...……..…… **11**

Tableau I.1.2. Propriétés et applications des amidons modifiés……...…….…… **12**

Tableau I.1.3. Composition chimique de quelques fibres naturelles…….……...… **21**

Partie I.2

Tableau I.2.1. Composition des fibres végétales…….….. **31**

Tableau I.2.2. Comparaison des intensités de CO2 dans les six sous-secteurs……..… **37**

Tableau I.2.3. Teneur en eau d'équilibre de différentes fibres naturelles à 65 % d'humidité relative (HR) et 21° C…….…….. **42**

Tableau I.2.4. Propriétés mécaniques des fibres naturelles par rapport aux renforts classiques disponibles dans la littérature……..…….…. **44**

Tableau I.2.5. Propriétés de fibres utilisées ……..…… **48**

Tableau I.2.6. Dimensions des fibres de chanvre……...……... **51**

Chapitre II

Partie II.1

Tableau II.1.1. Paramètres Mécaniques des différentes phases…….…… **72**

Partie II.2

Tableau II.2.1. Composition du clinker…… **75**

Tableau II.2.2. Composition chimique des cendres volantes…… **77**

Tableau II.2.3. Principaux composants de la fibre de chanvre et de la chènevotte en % massique…….**.....** **81**

Tableau II.2.4. Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison des renforts conventionnels…… **82**

Tableau II.2.5. Composition du ciment utilisé……. **86**

Tableau II.2.6. Principe de la confection selon la norme EN 196.1…… **88**

Tableau II.2.7. Eprouvettes confectionnées……..…… **90**

Chapitre III

Tableau III.1. Taux de phases et d'interface des structures étudiées AZ……..…..…. **104**

Tableau III.2. Temps de calcul en fonction de la résolution pour la microstructure AZ 1585a04…….. **106**

Chapitre IV

Tableau IV.1. Etudes réalisées……..…….. **120**

Tableau IV.2. Ouvrabilité des mortiers modifiés par le maniabilimètre et la table à secousse…….…….... **123**

Tableau IV.3. Résultats expérimentaux liés à toutes les formulations de mortier réalisées après 90 jours de durcissement. (modules d'élasticité)……. **144**

Tableau IV.4. Attribution des liaisons……..….. **151**

Tableau IV.5. Teneur en portlandite et en calcite après 28 jours de cure ……..…… **154**

Introduction Générale

1- Contexte et objectif

Dans le contexte général de l'innovation en termes de matériaux respectueux de l'environnement, ce sujet vise à étudier des matériaux composites renforcés par des biopolymères et en étudier les propriétés mécaniques en présence d'endommagement structural.

L'étude des performances de ces composites, passe par une compréhension de la relation structure - propriétés mécaniques. Bien que, les propriétés élastiques ont été bien décrites dans la littérature pour certains matériaux biodégradables, plus particulièrement, du point de vue expérimental, nous sommes loin de la compréhension de l'endommagement de ces matériaux. La nature de cet endommagement ainsi que son implication dans les propriétés d'usage du matériau est de ce fait un aspect important pour valider les performances mécaniques souhaitées des composites biodégradables. Cette étude repose donc sur des compétences numériques à développer pour acquérir une connaissance du rôle de l'endommagement structural sur les propriétés mécaniques des composites modifiés par des biopolymères.

Cette étude couple aussi bien les aspects d'imagerie, les tests mécaniques ainsi que le calcul numérique par éléments finis. L'originalité de ce travail par rapport aux études concurrente réside dans l'intégration de la complexité de la structure ainsi que la prise en compte de l'évolution du comportement mécanique.

2- Problématique et hypothèses de travail

Notre questionnement principal dans cette thèse est comment relier la complexité structurale au comportement mécanique observé. Il découle de ce questionnement une série de questions secondaires :

- Comment prendre en compte l'effet interfacial dans un modèle déterministe ?
- Dans quel cas le contraste de phases l'emporte sur le rôle interfacial ?
- Comment les effets structuraux affectent-il le comportement macroscopique observé ?
- Comment prédire la réponse mécanique en présence d'une évolution de la microstructure ?

Nos hypothèses pour répondre à ces questions sont multiples. L'effet interfacial a souvent été considéré comme négligeable dans beaucoup d'études notamment quand il s'agit de microstructures complexes. Il y a actuellement un consensus dans l'utilisation des modèles à trois phases. Cependant, une description plus exacte des champs passe par l'incorporation d'éléments d'interfaces dotés de comportements spécifiques. C'est sur cette hypothèse que va se bâtir notre approche. Sur le rôle de la microstructure, nous faisons l'hypothèse que le volume sur lequel on réalise nos calculs est suffisamment grand pour être un volume élémentaire représentatif. Si ce n'est pas le cas, le passage d'échelle micro-macro ne pourra se faire et on sera obligé de construire le modèle en prenant en compte toutes les échelles.

L'évolution de la structure peut être prise en compte en proposant des lois d'endommagement qui permettent de faire coïncider la réponse numérique à la réponse expérimentale.

3- Méthodologie : outils d'analyse et techniques d'investigation

La méthodologie pensée pour mettre en œuvre ces hypothèses et réponde à la problématique, à savoir étudier et prédire le comportement des matériaux composites en étudiant l'endommagement à l'interface, était considérée de deux points de vue, expérimental et numérique. En effet, il s'agit :

- ***Du point de vue expérimental* :**
  - ✓ Etablir une base de données sur les matériaux existants développés dans le cadre des travaux précédents du groupe.
  - ✓ Confectionner des composites à renforts organique et/ ou inorganique et tester le comportement mécanique via des essais simples de type traction, cisaillement, flexion et compression.
  - ✓ Faire une corrélation d'images pour déterminer les champs de déplacement au voisinage des interfaces. Les moyens d'imagerie utilisés ; en 2D (microscopie optique) et 3D (Tomographie).
  - ✓ Extraire les propriétés d'interface par des mesures locales.
- ***Du point de vue numérique :***
  - ✓ Etablir un modèle à base d'éléments finis en intégrant l'endommagement et simuler le comportement mécanique. L'hypothèse 2D ou 3D a été sélectionné en fonction de la pertinence du cas d'étude (symétrie, possibilité de simplification du problème).
  - ✓ Etudier la sensibilité du comportement simulé aux variables liées à l'endommagement et à la distribution spatiale des renforts dans la microstructure. Des outils analytiques et/ou statistiques ont été mis en avant pour classer les effets structuraux dans le cadre de l'analyse de sensibilité.

- ✓ Identifier le comportement mécanique sur la base de la comparaison entre les mesures mécaniques et la réponse simulée. Un outil automatique a été développé pour améliorer la précision de l'identification et éliminer la dégénérescence des solutions.

4- Division de la thèse :

Cette thèse après une introduction générale est divisée comme suit :

- **Le premier chapitre ; recherche bibliographique & état de l'art**

Ce chapitre est divisé en deux parties :

La première partie traite des propriétés et performances de l'amidon un biopolymère, qui suscite un grand intérêt, du fait, comme tous les biopolymères, provient de sources naturelles renouvelables, que son coût est relativement bas, en plus qu'il ait des performances mécaniques acceptables, qui peuvent être améliorées, ce qui fait qu'on le retrouve dans beaucoup d'applications, alimentaires et non alimentaires. Dans notre étude la matrice d'amidon de Maïs a été renforcée par une phase biopolymère, issue également du Maïs, la zéïne.

La seconde partie est consacrée aux matériaux du génie civil, qui ont un impact environnemental négatif, dû principalement, à la fabrication de leur matériau principal, le ciment et aux renforts conventionnels qui lui sont additionnés, qui proviennent de sources non renouvelables. Nous exposons les études réalisées, pour estimer et diminuer cet aspect négatif et l'utilisation de renforts naturels qui proviennent de sources renouvelables, qui sont biodégradables et neutre vis-à-vis de l'environnement. Cette étude bibliographique nous a permis de déterminer le choix, la taille, le type du mélange et de conservation des

fibres à ajouter, qui sont dans cette étude, la fibre de chanvre et de chènevotte, dérivées toutes les deux, de la même plante le Cannabis-sativa.

Le second chapitre : Matériaux & méthodes

La première partie de ce chapitre ***(composites 100% biopolymères)***, concerne le composite Amidon-Zeïne (AZ), nous définissons ses composants, l'amidon et la zéïne, sous quelle forme on les trouve, quelles sont leurs propriétés. Nous donnons un résumé de l'étude réalisée par H. Chanvrier sous la direction de D. Lourdin (Chanvrier, Colonna et al. 2005), qui englobe l'élaboration de ce composite par thermomoulage et sa caractérisation mécanique, qui a constitué notre base de donnée pour notre étude numérique, nous détaillons la caractérisation structurale par microscopie confocale à balayage laser (MCBL), qui a donné des images en 2D, qui constituent nos échantillons à étudier et à modéliser. Cette modélisation par éléments finis (FEM) nous a permis de convertir ces images 2D en un modèle mécanique qui tient en compte de l'arrangement des phases et l'imperfection de l'interface, nous présentons notre modèle d'endommagement, utilisé pour prédire le comportement de notre composite 100% biopolymère, Amidon-Zeïne.

La seconde partie est consacrée aux ***(mortiers modifié par des fibres naturelles),*** nous définissons les différents matériaux utilisés pour l'élaboration de nos mortiers bio-sourcés, nous présentons la caractérisation mécanique réalisée ;

- ✓ A l'état frais, pour la détermination de l'ouvrabilité ou la maniabilité du mortier modifié, avec le maniabilimètre LCPC et la table à secousses.
- ✓ A l'état solide, par des essais de flexion et de compression, effectués à 7, 28 et 90 jours de cure.

Nous présentons, également, la caractérisation structurale, faite aussi à 7, 28 et 90 jours de conservation, du mortier référence. Cette caractérisation a été réalisée par la diffraction à rayon X (DRX), la spectroscopie à infrarouge, l'analyse thermogravimétrique (ATG) et l'analyse thermique différentielle (DSC).

Une fois, le mélange optimum déterminé, nous lui avons additionné des matériaux nanostructurés ; des cendres volantes obtenues par mécanosynthèse par le broyeur planétaire à billes. Les nouveaux mortiers modifiés avec addition de cendres volantes broyées, vont être caractérisés avec les mêmes outils précités.

Des images tomographiques ont été réalisées pour nos différents mortiers modifiés. Un traitement d'image nous a permis de faire une reconstruction 3D et de déterminer la porosité et de visualiser les phases ainsi que la fibre à l'intérieur du composite.

Du fait du grand nombre de résultats obtenus et par l'approche, relativement différente de chaque étude réalisée, A savoir, un traitement numérique pour l'amidon-zéïne et une étude purement expérimentale du mortier modifié par le chanvre ou la chènevotte. Nous avons préféré présenter distinctement dans chaque chapitre les résultats et discussions de chaque étude.

Le troisième chapitre est consacré aux résultats et discussions du composite 100% biopolymère (AZ).

Nous présentons les résultats du traitement d'image fait aux images 2D du composite (AZ), et les résultats obtenus sous Ansys en tenant compte de l'effet de la résolution, la teneur en phase, la force interfaciale et du coefficient de modulation du cisaillement sur la quantité de l'interface. Nous avons fait une identification des différents effets sur la vitesse d'endommagement et le déclenchement de l'endommagement en fonction de la teneur en phase.

Nous terminons par une conclusion qui démontre l'efficacité du modèle de la loi de Coulomb pour décrire l'endommagement au niveau de l'interface.

Le quatrième chapitre est dédié aux résultats et discussions des mortiers modifiés.

Nous présentons dans ce chapitre,

✓ les résultats de l'étude à l'état frais, l'ouvrabilité des composites modifiés, par deux méthodes ; la table à secousses et le maniabilimètre LCPC.

✓ Les résultats des essais mécaniques à l'état durci, réalisés à 7, 28 et 90 jours de conservation, pour la détermination dans un premier temps, du mélange Optimum pour les deux formulations, mortier modifié par le chanvre et modifié par la chènevotte, par la détermination des propriétés mécaniques de flexion, de compression, et module de Young, des différentes formulations de nos mortiers modifiés avec et sans addition de nanostructurés.

✓ Les résultats de l'étude structurale faite pour le mortier référence avec et sans ajouts de matériaux nanostructurés, à 7, 28 et 90 jours de cure, seront présentés, pour la (DRX), Spectroscopie IR, l'ATG et La DSC.

✓ Nous présentons la reconstruction 3D des images obtenues par µ-tomographie à rayon X de nos mortiers étudiés.

Et nous terminons par une conclusion dans laquelle nous présentons les améliorations obtenues et les mortiers modifiés les plus performants

A la fin, nous présentons une synthèse des résultats pertinents obtenus dans les deux études et dégageons les perspectives que nous offre ces deux études.

Chapitre I

Recherche Bibliographique & Etat de L'art

Introduction

Ce chapitre se compose de deux parties ;

La première partie est consacrée aux études et recherches faites sur les biopolymères, les constituants de notre composite Amidon-Zeïne (AZ), qui sont ; l'Amidon et la Zéïne, leurs propriétés et leurs performances, les techniques et ajouts utilisés, afin de les améliorer, et leur utilisation de plus en plus fréquente en industrie non alimentaire.

La seconde partie est consacrée aux matériaux de génie civil, leurs impact négatif sur l'environnement, l'utilisation des matériaux de ressources renouvelables, comme alternative à ceux dérivés de ressources non renouvelable, qui ont prouvés leur amélioration considérable des propriétés mécaniques des matériaux de génie civil, et essayer d'atteindre ces propriétés tout en protégeant l'environnement. On présentera la plante du chanvre qui fait partie de la famille du cannabis-sativa, ses constituants, que nous avons utilisés pour améliorer notre mortier, à savoir, la chènevotte et les fibres de chanvre et leurs propriétés spécifiques.

Partie I.1:
Propriétés et Performances des Biopolymères

I.1. Propriétés et performances des biopolymères

I.1.1. Utilisation alimentaires et non alimentaire de l'amidon

Parmi les polymères glucidiques, l'amidon est utilisé de plus en plus, comme un ingrédient dans la majorité des produits céréaliers et dans différentes utilisations non alimentaires. L'amidon est extrait de diverses plantes, de ce fait, ses propriétés varient, et la connaissance de sa structure à elle seule, ne permet pas de prédire sa fonctionnalité, ni comment il interagit avec les autres constituants. Toutefois, plusieurs recherches ont été menées pour mieux comprendre sa structure (Jobling 2004, Singh, Kaur et al. 2007, Copeland, Blazek et al. 2009)

Dans leur synthèse des recherches faites sur l'amidon, intitulée : Forme et fonctionnalités de l'amidon, ***Copeland & al*** (Copeland, Blazek et al. 2009) ont constaté que les amidons peuvent être similaires chimiquement, mais peuvent avoir des propriétés fonctionnelles significativement différentes. Qu'une meilleure compréhension de la localisation de l'amylose dans les granulés d'amidon peut améliorer notre capacité à relier la structure aux propriétés qui impliquent l'absorption de l'eau, par exemple, l'enflure, la gélatinisation et la susceptibilité à une attaque enzymatique. Les propriétés thermiques et la formation de gel semblent être influencées par les deux composants de l'amidon; La teneur en amylose et l'architecture de l'amylopectine. Quant au traitement que subit l'amidon, il détruit la structure native des granulés et crée de nouvelles interactions moléculaires, ce qui complique grandement la relation entre la forme et la fonction.

Nous trouvons l'amidon en abondance dans différentes plantes organiques, dans les fruits, les tubercules et les racines. Le tableau I.1 présente les caractéristiques de l'amidon selon son origine. Dans son étude sur l'amélioration de l'amidon alimentaire et industriel,

Jobling (Jobling 2004) met l'accent sur le fait qu'au courant des dernières années, la connaissance des enzymes impliquées dans la biosynthèse de l'amidon a permis le clonage des gènes qui les codent. Récemment, de nouveaux amidons avec des fonctionnalités améliorées ont été produits par l'utilisation de mutants et la modification génétique. Par exemple, l'amidon sans amylose, qui est un amidon cireux qui se gélatine facilement. Il est utilisé dans la fabrication du papier. Et l'amidon riche en amylose avec un pourcentage de 50%, 70% et même 90% d'amylose. La gélification de ces amidons est très élevée. Ils sont résistants, on les trouve dans les produits adhésifs et dans la production de carton ondulé et de papier.

Tableau I.1.1. Caractéristiques de l'amidon (Jobling 2004).

	Mais	Blé	Pomme de terre	Manioc
Type	céréale	céréale	tubercule	racine
Forme du granule	Ronde, polygonal	Ronde, bimodale	Ovale, sphérique	Ovale, tronquée
Taille du granule (µm)	2-30	1-45	5-100	4-35
Phosphate (%, m/m)	0.02	0.06	0.08	0.01
Protéines (%, m/m)	0.35	0.4	0.06	0.1
Lipides (%, m/m)	0.7	0.8	0.05	0.1
Taille du marché mondial	39.4	4.1	2.6	2.5[a]

[a] comprend d'autres sources mineures d'amidon, comme la patate douce.

L'amidon contribue considérablement aux propriétés de texture de beaucoup de nourritures. Il est également, employé couramment dans les produits alimentaires et dans des applications industrielles comme ; épaississant, stabilisateur colloïdal, gélifiant, agent de conservation d'eau et thermoplastique.

Singh & al (Singh, Kaur et al. 2007) ont revus et réexaminés les divers facteurs qui influencent l'ampleur de la modification chimique des amidons provenant de différentes

sources végétales, et ont analysés les changements Physico-chimiques, morphologiques, thermiques et rhéologiques. Dans le tableau I.2 (ci-dessous), nous pouvons voir les propriétés et utilisations des amidons modifiés.

Tableau I.1.2. Propriétés et applications des amidons modifiés (Singh, Kaur et al. 2007). [a] (D. Knorr 2002, Ivana Ljubić Herceg 2010, S. Manchun 2012)

Types	Propriétés	Applications
Pré-gélatinisation	Dispersabilité à l'eau froide	Utile dans les aliments instantanés
acide partielle ou hydrolyse enzymatique	Réduction de poids moléculaire des polymères, Exposition réduite	Utile dans la confiserie, Pâtisseries et produits alimentaires
Oxydation/blanchiment	Viscosité, rétrogradation accrue et retrait Faible viscosité, grande clarté et stabilité à basse température.	Utilisé dans les pâtes et la panure pour le revêtement de divers aliments, dans la confiserie comme liants et formateurs de film, dans les produits laitiers comme texturisant.
Pyroconversion (dextrinisation)	Solubilité faible à élevée selon la conversion, Faible viscosité, teneur élevée en sucre réducteur.	Utilisé comme matériau de revêtement pour divers aliments, bonne capacité de formation de film et comme substitut de matières grasses dans la boulangerie et les produits laitiers.
Estérification	Clarté améliorée de la pâte d'amidon, plus grande viscosité, synérèse réduite et stabilité au gel-dégel.	Utilisé dans une large gamme d'applications alimentaires telles que les viandes, les trempettes, les sauces, les tartes aux fruits et les poudings.
Ethérification	Une température de gélatinisation plus faible et une rétrogradation, une plus faible tendance à former des gels et une plus grande clarté de pâte.	Utilisé dans les aliments réfrigérés et surgelés, comme stabilisateur d'émulsion et pour l'encapsulation.
Réticulation	Stabilité accrue des granules vis-à-vis du gonflement, haute température, haute résistance au cisaillement et des conditions acides.	Utilisé comme viscosifiant texturisant et dans les soupes, sauces, produits laitiers et de boulangerie.
Modification double	Stabilité contre l'acidité, dégradation thermique et mécanique et rétrogradation retardée pendant le stockage	Utilisé dans les aliments en conserve, les aliments réfrigérés et surgelés, les vinaigrettes, les sauces et puddings.
Sonication [a]	Amélioration dans la cinétique de la réaction d'estérification, éthérification, hydroxypropylation ou oxydation et modification acide de polymères de l'amidon.	Utilisé dans une large gamme d'applications alimentaires. selon la transformation et la modification faite.

Ces modifications chimiques des amidons de qualité alimentaire sont faites, principalement pour augmenter la consistance, la douceur et la clarté de la pâte, et pour conférer des stabilités au gel-dégel et au stockage froid.

Si on prend la double modification, qui est une combinaison de substitution et de réticulation, qui a été démontrée pour fournir une stabilité contre la dégradation acide, thermique et mécanique de l'amidon et pour retarder la rétrogradation pendant le stockage.

Lors de la préparation d'amidons réticulés / hydroxypropylés à double modification utilisant différents réactifs de réticulation avec différentes bases d'amidon telles que le maïs, le tapioca, le blé, le maïs cireux, l'orge cireuse, le riz et le sagou, il est important de contrôler les conditions de réaction. La quantité de réactif de réticulation requise pour préparer un amidon à double modification (avec des propriétés souhaitables) varie selon ; la source d'amidon, le type de réactif de réticulation, l'efficacité de la réaction de réticulation, le degré de substitution requis et la plage spécifiée des propriétés finales modifiées d'amidon. Aussi, nous trouvons que, les effets de différentes conditions de réaction telles que la concentration de base d'amidon, la température, le pH et la concentration du sel de catalyseur jouent un rôle important lors de la préparation de l'amidon réticulé hydroxypropylé à double modification (Singh, Kaur et al. 2007).

I.1.2. Amidon biodégradable, ressource renouvelable

Après la cellulose, l'amidon est une réserve d'énergie primaire dans d'importantes plantes. C'est également la source d'énergie la plus importante dans le régime alimentaire humain ; C'est un polymère biodégradable qui a un énorme potentiel comme ressource renouvelable polyvalente (Blennow, Engelsen et al. 2002, Jobling 2004, Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al. 2012).

Benezet & al (Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al. 2012) ont élaboré par extrusion des mousses biodégradables à base d'amidon de pomme de terre et de fibres naturelles (de paille de blé, de chanvres, de cellulose, lin et de coton). Les résultats de ce travail ont montré que la nature des fibres ainsi que le taux d'absorption de l'eau sont les principaux facteurs qui modifient la résistance mécanique des composites. Les propriétés mécaniques ont été affectées à la fois par l'humidité relative (HR) de stockage et la formulation de mousse.

En effet, l'ajout des fibres augmente l'indice d'expansion et entraîne une réduction significative de l'adsorption d'eau des mousses d'amidon, ce qui améliore généralement les propriétés de la mousse. Que parmi les fibres utilisées, le composite avec les fibres de chanvre présentait les meilleures propriétés, avec une résistance maximale à la flexion de 4,14 MPa et un module de 228 MPa, correspondant à une microstructure plus compacte et dense. Ces matériaux peuvent être considérés comme des alternatives à l'élargissement des plateaux en polystyrène.

La seule modification naturelle covalente de l'amidon est la phosphorylation. Les esters de phosphate d'amidon ont été découverts il y a un siècle, mais ont longtemps été considérés comme une curiosité, recevant peu d'attention. En effet, le mécanisme de phosphorylation de l'amidon est resté complètement inconnu jusqu'à récemment. L'enzyme phosphoryle d'amidon est une dikinase d'eau α-glucane. On sait maintenant que la phosphorylation de l'amidon joue un rôle central dans le métabolisme de l'amidon.

Dans les recherches de la phosphorylation de l'amidon, nous pouvons citer les travaux de : (Blennow, Engelsen et al. 2002, Jobling 2004)

A travers une synthèse de travaux et recherches, ***Blennow & al*** (Blennow, Engelsen et al. 2002), ont étudié la phosphorylation de l'amidon qui joue un rôle central dans le métabolisme de l'amidon. Elle fait partie intégrante de la biosynthèse d'amidon. Une percée

dans l'élucidation des mécanismes enzymatiques derrière la phosphorylation de l'amidon a permis la découverte d'une nouvelle protéine de 160 kDa appelée R1 qui est liée aux granules de fécule de pomme de terre . Les plantes de pommes de terre avec des niveaux réduits de cette protéine (0,2 - 0,4 % p / p) présentent beaucoup moins de phosphorylation d'amidon, ce qui indique que cette protéine est cruciale pour la phosphorylation de l'amidon.

Jobling (Jobling 2004) a aussi étudié la phosphorylation de l'amidon. Dans ses études, l'amidon de la pomme de terre a le taux le plus élevé de phosphate (0.08 % p / p). Le niveau de phosphorylation influence fortement les propriétés physiques de l'amidon, les amidons les plus riches en phosphates connus, ont un taux, plus de cinq fois supérieure à celui de l'amidon de pomme de terre normal. L'amidon de pomme de terre est largement utilisé dans la fabrication du papier.

I.1.3. Amidon comme matrice dans des biocomposites

Outre les utilisations importantes, précitées, qui justifient parfaitement l'intérêt des recherches sur l'amidon, son abondance, en plus de son coût relativement bas et sa biodégradabilité, le favorisent à être une ressource très prometteuse, comme matrice dans beaucoup de biocomposites (Rjafiallah, Guessasma et al. 2009, Jie, Gamstedt et al. 2010, Rjafiallah, Guessasma et al. 2010, Das, Ray et al. 2011, Tang and Alavi 2011, Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al. 2012, Cheng, Zheng et al. 2013, Lomeli-Ramirez, Kestur et al. 2014).

Rjafiallah & al (Rjafiallah, Guessasma et al. 2009) ont étudié le module de Young effectif d'un composite biopolymère Amidon-Zéïne à l'aide d'un modèle Eléments-Finis (EF). Dans cette étude, ils soulignent l'intérêt de bien connaître le comportement de l'interface pour améliorer les performances des composites.

Afin d'améliorer les propriétés hygro-mécaniques et la capacité de traitement d'un amidon de pomme de terre modifié à l'éther d'allyl glycidylique (AGE-Starch), élaboré dans

une précédente étude (du même groupe) de composites thermodurcissables de fibres de bois, ***Jie & al*** (Jie, Gamstedt et al. 2010) ont effectué une dégradation enzymatique de la matrice de l'amidon LDS-3 par α-amylase. Les résultats de cette étude montrent une bonne répartition de la fibre dans la matrice, un bon mouillage des fibres par la matrice. Une excellente adhérence interfaciale entre la fibre et la matrice et aucune fibre singulière. Les tests hygro-mécaniques ont montré que le temps de dégradation et l'augmentation du contenu des fibres améliorent les propriétés de rigidité et de résistance à l'eau.

Dans des travaux postérieurs ***Rjafiallah & al*** (Rjafiallah, Guessasma et al. 2010) ont élaboré des biocomposites avec renforts en verre de silice. Un prétraitement du renfort a été établit afin d'améliorer l'adhérence avec la matrice d'amidon, une caractérisation mécanique a été effectuée ainsi qu'un calcul Eléments-Finis (EF), pour interpréter quantitativement l'effet interphase.

Das & al (Das, Ray et al. 2011) ont étudié des films biocomposites conçus d'un mélange amidon /alcool polyvinylique (PVA) renforcé par des micro/nano fibres de Jute (JNF), ces biocomposites ont un grand potentiel et peuvent être une alternative aux films plastiques classiques.

Cheng & al (Cheng, Zheng et al. 2013), ont étudié des films nanocomposites à base d'amidon plastifié (PS) (utilisé généralement pour produire des plastiques biodégradables) qui ont été modifiés par : des nanotubes de carbone (CNT), des nanotubes de carbones oxydés par la méthode de Hummer (OCNT), et des nanotubes de carbone oxydés, réduits par le glucose (RCNT). Ces composites ont été obtenus par la méthode de coulée simple. Les résultats de leur étude démontrent que l'effet de renforcement des RCNT était plus évident que les CNT et les OCNT. Les CNT présentaient une meilleure résistance à l'humidité que les OCNT et les RCNT.

Dans leur études : « Les progrès récents dans l'amidon, les mélanges de polymères à base d'alcool polyvinylique, les nanocomposites et leur biodégradabilité » ***Tang & Alavi*** (Tang and Alavi 2011) ont élaboré une revue qui décrit les nouveaux développements des mélanges à base de l'amidon thermoplastique – d'alcool polyvinylique et des nanocomposites (PVOH). Ce sont des matériaux qui présentent une gamme étendue et polyvalente de propriétés physiques et d'autres caractéristiques avantageuses ; un coût et un taux de biodégradation acceptables et peuvent être utilisés dans une large gamme d'applications. Afin d'améliorer encore leurs propriétés (les propriétés mécaniques, la sensibilité à l'humidité), certaines méthodes physiques ou chimiques comme la réticulation, l'incorporation de nouvelles nanoparticules peuvent être appliquées. Avec ces nouvelles techniques, des matériaux avec une grande variété de bons profils pourraient être réalisés. Ils ont même pu concurrencer, à la fois en prix et en performance, des matériaux polymères synthétiques dans différentes applications.

Lomeli-Ramirez & al (Lomeli-Ramirez, Kestur et al. 2014) ont étudié un biocomposite d'amidon de manioc renforcé avec les fibres de noix de coco vertes, élaborés par moulage thermique.

I.1.4. Composites 100% biopolymères à matrice d'amidon.

De nombreux articles ont rapporté des études liées aux propriétés mécaniques des composites d'amidon. Certains d'entre elles considèrent un composite entièrement Biopolymères, comme le composite Amidon– Zéine, en dépit des propriétés relativement proches des phases (Espinosa-Dzib, Ramirez-Gilly et al. 2012, Le, Gacoin et al. 2015).

Espinosa-Dzib & al (Espinosa-Dzib, Ramirez-Gilly et al. 2012) ont étudié le Comportement viscoélastique et microstructure de mélanges aqueux d'amidon de maïs cireux réticulé, de protéines de lactosérum isolées et k-carraghénine.

Le & al (Le, Gacoin et al. 2015) se sont intéressés aux performances mécaniques et acoustiques de nouveaux matériaux composites amidon-chanvre/chènevotte, avec différents ratios Chanvre/chènevotte. Ils ont constaté que les composites amidon-chanvre sont de bons matériaux d'isolation acoustique et ils peuvent être également incorporés dans la fabrication de mur insonorisé.

I.1.5. Amidon thermoplastique (TPS)

L'utilisation des plastifiants est une issue commune pour donner une meilleure performance mécanique et pour éviter la décomposition d'amidon reconnue aussi comme amidon thermoplastique (TPS) ; (Taguet, Huneault et al. 2009, Duanmu, Gamstedt et al. 2011, Tang and Alavi 2011, Girones, Lopez et al. 2012, Dang and Yoksan 2015).

Les granules d'amidon natifs gonflent lorsqu'ils absorbent l'eau par liaison hydrogène avec leurs groupes hydroxyles libres. Lorsque ces granules d'amidon gonflés sont chauffés à haute température, la gélatinisation se produit. L'addition d'un plastifiant tel que le glycérol combiné au chauffage peut améliorer encore la ductilité de l'amidon gélatinisé et l'amidon plastifié obtenu est connu sous le nom d'amidon thermoplastique (TPS). Cependant, l'amidon thermoplastique est un matériau très hydrophile avec des performances limitées.

Dans leur étude : « les composés d'amidon thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles obtenus par traitement à l'état fondu », ***Girones & al*** (Girones, Lopez et al. 2012) ont analysé les propriétés physico-chimiques des composites obtenues par traitement à l'état fondu à base de TPS provenant de l'amidon de maïs renforcé par des fils de fibres de sisal et de chanvre. Les résultats de leur étude ont montré que l'incorporation des fibres de sisal ou de chanvre provoquait une augmentation de la température de transition vitreuse (Tg) du TPS et la rigidité du matériau. Ils ont également, constaté que l'addition du latex naturel, comme plastifiant, à certains mélanges a diminué la cinétique d'absorption d'eau sans affecter de manière significative les propriétés thermiques et mécaniques du matériau. De plus la

résistance à la traction et à la flexion se sont améliorées avec le pourcentage de fibres. En dépit de leurs propriétés mécaniques similaires, les fibres de chanvre ont fourni des composites ayant de meilleures propriétés mécaniques que ceux obtenus avec le sisal. Cet effet est attribué à la meilleure fibrillation obtenue lors du mélange du TPS avec le chanvre.

Pour leur part, ***Taguet & al*** (Taguet, Huneault et al. 2009) ont examiné la relation interface / morphologie dans des mélanges de polyéthylène/TPS préparés par un procédé d'extrusion. Leurs résultats ont indiqué la présence d'une mince couche riche en glycérol à l'interface du polyéthylène/TPS (Figure II.1.2)

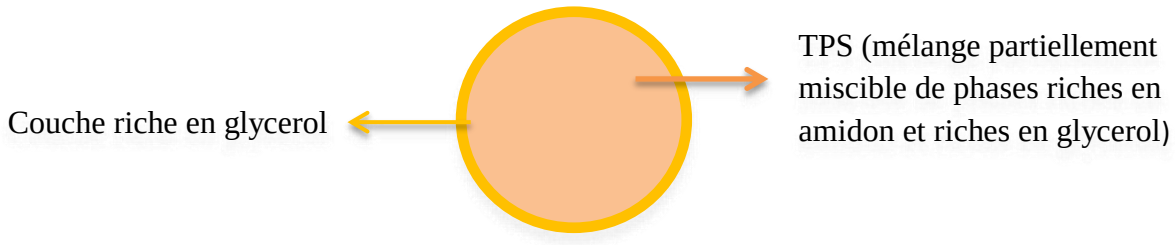


Figure I.1.1. Représentation schématique d'une particule TPS typique idéalisant la couche externe riche en glycérol (Taguet, Huneault et al. 2009).

Tang & Alavi (Tang and Alavi 2011) ont étudié les nouveaux développements de l'amidon thermoplastique (TPS), ainsi que les mélanges à base d'alcool polyvinylique (PVOH) et de nanocomposites. Ils ont fait une synthèse des différentes études sur l'amidon thermoplastique. Qui, en raison de sa sensibilité à l'humidité et de ses faibles propriétés mécaniques, limite ses applications. On le trouve principalement, dans les mousses compostables solubles, les plateaux expansés, les pièces moulées en forme et des couches expansées en remplacement de polystyrène.

Afin d'améliorer ses propriétés, ces études suggèrent de le mélanger avec d'autres polymères biodégradables, tels que l'alcool polyvinylique (PVOH). Le PVOH est considéré comme un polymère synthétique véritablement biodégradable, un émulsifiant, et a des

propriétés adhésives, ce qui lui a conféré une large utilisation industrielle ; comme les films d'emballage hydrosolubles, les adhésifs de papier, un agent d'encollage textile et les revêtements de papier. Comme application du mélange amidon-PVOH, on peut citer les sacs hydrosolubles pour la lessive, des agents de collage recyclables. En outre, il a été envisagé de l'utiliser pour les mousses expansées en tant que matériau d'emballage, de remplissage libre à la place des mousses de polystyrène.

Bien que les mélanges d'amidon-PVOH soient sensibles à l'humidité, ce sont des matériaux de grandes qualités qui fournissent des barrières à l'oxygène et au dioxyde de carbone. Ils peuvent ainsi agir comme des obstacles aux saveurs et arômes, une qualité, recherchée par les supermarchés, dans les rayons alimentaires, pour empêcher, la nourriture d'amasser les odeurs d'autres produits.

Toujours pour améliorer les propriétés de l'amidon thermoplastique (TPS), ***Dang & Yoksan*** (Dang and Yoksan 2015) ont rajouté le chitosane plastifié à des films de (TPS), en utilisant le procédé d'extrusion de film soufflé. En comparaison avec les TPS, les films TPS modifiés par le chitosane obtenus, ont vus leur résistance à la traction s'améliorer de (8 à 97%) et leur module de Young augmenter de (40 à 154%). Ils offrent de réels potentiels dans l'industrie alimentaire, par exemple en tant que films comestibles.

I.1.6. Composites d'amidon et fibres naturelles, Procédés d'élaboration

Récemment, nous avons noté plusieurs contributions essayant de combiner les fibres naturelles et l'amidon en utilisant différents moyens de transformation. C'est toujours pour le même but ; avoir de meilleures propriétés. Parmi elles nous pouvons citer celles de ; (Vilaseca, Mendez et al. 2007, Das, Ray et al. 2011, Duanmu, Gamstedt et al. 2011, Hbib, Guessasma et al. 2011, Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al. 2012, Faruk, Bledzki et al. 2012, Girones, Lopez et al. 2012, Guessasma, Bassir et al. 2015, Le, Gacoin et al. 2015).

Faruk & al (Faruk, Bledzki et al. 2012), quant à eux, ont fait une synthèse, dans une revue complète (de 2000 à 2010), des études faites, sur les biocomposites à base de biopolymères renforcés par les fibres naturelles, les plus largement utilisées. Dans cette revue, ils ont examiné les caractéristiques générales des fibres de renforcement utilisées dans les biocomposites, le type de fibre ; leurs sources, la structure et la composition, de plus que les propriétés mécaniques de ces fibres.

La performance des composites polymères renforcés par des fibres naturelles dépend de plusieurs facteurs, y compris la composition chimique des fibres, des dimensions, de l'angle microfibrillaire, des défauts, de la structure, des propriétés physiques et mécaniques, et de surcroît, de l'interaction de la fibre avec le polymère.

Les bio-fibres les plus citées dans cette synthèse sont : Le lin, le chanvre, le jute, le kénaf, le sisal, l'abaca, les fibres de feuilles d'ananas, La ramie, la bagasse, la coco, le bambou, les fibres de coque de riz et de noix de palme. Le tableau II.1.3, ci-dessous, présente la structure de différentes fibres naturelles, utilisées comme renfort, dans des biocomposites.

Tableau I.1.3. Composition chimique de quelques fibres naturelles (Faruk, Bledzki et al. 2012)

Fiber	Cellulose (wt%)	Hemicellulose (wt%)	Lignin (wt%)	Waxes (wt%)
Bagasse	55.2	16.8	25.3	-
Bamboo	26-43	30	21-31	-
Flax	71	18.6-20.6	2.2	1.5
Kenaf	72	20.3	9	-
Jute	61-71	14-20	12-13	0.5
Hemp	68	15	10	0.8
Ramie	68.6-76.2	13-16	0.6-0.7	0.3
Abaca	56-63	20.25	7-9	3
Sisal	65	12	9.9	2
Coir	32-43	0.15-025	40-45	-
Oil palm	65	-	29	-
Pineapple	81	-	12.7	-
Curaua	73.6	9.9	7.5	-
Wheat straw	38-45	15-31	12-20	-
Rice husk	35-45	19-25	20	14-17
Rice straw	41-57	33	8-19	8-38

Vilaseca & al (Vilaseca, Mendez et al. 2007) ont utilisé le procédé de moulage par injection pour obtenir des composites d'amidon renforcé par des fibres de jute. Afin d'évaluer le degré d'adhérence à l'interface fibre-matrice sur les propriétés mécaniques des composites, ils ont effectué une délignification partielle des fibres de jute par traitement au NaOH. Ce dernier a entraîné une augmentation de la force et de la rigidité des composites de amidon / fibres de jute.

Das & al (Das, Ray et al. 2011) ont élaboré par procédé de coulée en solution, des films de biocomposite à base d'amidon / alcool polyvinylique (PVA) renforcés par des Micro/nano fibres de Jute (JNF), en incorporant du glycérol comme plastifiant. Les JNF ont été préparés à partir de jute par voie d'hydrolyse acide.

Pour ***Duanmu & al*** (Duanmu, Gamstedt et al. 2011) le procédé choisi pour réaliser des composites d'amidon - éther d'allyl glycidyl (AGE) et de fibres de bois, avec différentes variations de teneur de glycérol ajouté, est le moulage par compression. L'amidon- AGE a été hydrolysé avec de l'α-amylase sous condition neutre.

Quant à ***Hbib & al*** (Hbib, Guessasma et al. 2011), ils ont réalisé par thermomoulage, des composites d'amidon et fibres de chanvre alignées. Ils ont étudié l'endommagement interfacial dans ces composites. L'amidon natif de pomme de terre utilisé, a été extrudé, au préalable, à l'aide d'une extrudeuse à une seule vis. Un broyage à froid (cryobroyage) est ensuite effectuée pour transformer mécaniquement les extrudas en poudre. Cette dernière est stockée dans un environnement contrôlé avant d'être utilisée.

Par ailleurs, ***Guessasma & al*** (Guessasma, Bassir et al. 2015) ont élaborés des composites 100% biopolymères d'amidon et de fibres de chanvre par thermomoulage. Ils ont fait une étude du comportement mécanique expérimentale et numérique des composites avec différentes teneur de fibre de chanvre. Ils ont conclu que la transformation par

thermomoulage est non adaptée pour atteindre des teneurs en fibres supérieures à 10% sauf si elles sont combinées avec un mélange énergétique.

Le & al (Le, Gacoin et al. 2015) quant à eux, ont élaboré un composite d'amidon et de fibres de chanvre, avec différents ratios Amidon/chanvre, comme on prépare un béton, avec un liant qui n'est autre que l'amidon/eau. L'étude optimale du liant, a permis de déterminer un liant avec un ratio amidon / eau A/e=0.18.

Benezt & al (Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al. 2012) ont élaboré des mousses biodégradables à base d'amidon de pomme de terre et de fibres naturelles (de paille de blé, de chanvre, de coton et de cellulose) par extrusion.

I.1.7. Traitements des fibres dans les composites d'amidon renforcé par des fibres naturelles

En plus de leur absorption d'humidité relativement élevée, un des autres inconvénients des fibres naturelles utilisées comme renforts dans les composites, est leur faible compatibilité avec la matrice. Ce qui a poussé certains chercheur à effectuer des modifications, principalement de la surface des fibres, afin d'améliorer leur adhérence avec les différentes matrices.

Les modifications des fibres naturelles se font par des méthodes physiques, qui comprennent l'étirement, le calandrage, le traitement thermique et la production de fils hybrides. Ces traitements modifient les propriétés structurales et de surface de la fibre et influent ainsi sur la liaison mécanique des polymères. Par conséquent, l'interface est généralement améliorée par une liaison mécanique accrue entre la fibre et la matrice. Parmi ces traitements, on peut citer le traitement Corona et le traitement plasma. Toujours, afin d'améliorer l'adhérence à l'intérieur de la matrice polymère d'autres modifications des fibres naturelles se font par des méthodes chimiques, le nombre de ces méthodes est plus important.

Faruk & al (Faruk, Bledzki et al. 2012) dans leur revue, ont cité ; le traitement silane, le traitement alcalin, l'acétylation. Les agents de couplage et le traitement enzymatique.

Ils ont en outre, évalué les technologies de traitement des composites renforcés par des bio-fibres à partir de matrices thermoplastiques (moulage par compression, extrusion, moulage par injection, procédé LFT-D et thermoformage) et des thermodurcissables (moulage par transfert de résine, moulage en feuilles). Ainsi que d'autres procédés mis en œuvre, c'est-à-dire le moulage par compression thermodurcissable et la pultrusion et leur influence sur les performances mécaniques (propriétés de traction, de flexion et d'impact). Enfin, leur examen s'est terminé par les développements récents et les tendances futures des biocomposites, en plus des problèmes clés qui doivent être abordés et résolus.

Girones & al (Girones, Lopez et al. 2012) En élaborant leur amidon thermoplastique renforcé par des fibres de sisal et de chanvre, ont soumis les fibres, avant la préparation à un reflux dans un mélange de cyclohexane / éthanol pendant 24 h. Ce traitement avait pour but d'éliminer la pectine, les cires et d'autres composants mineurs présents sur la surface des fibres sans pour autant, affecter les principales caractéristiques morphologiques des fibres (c'est-à-dire le diamètre).

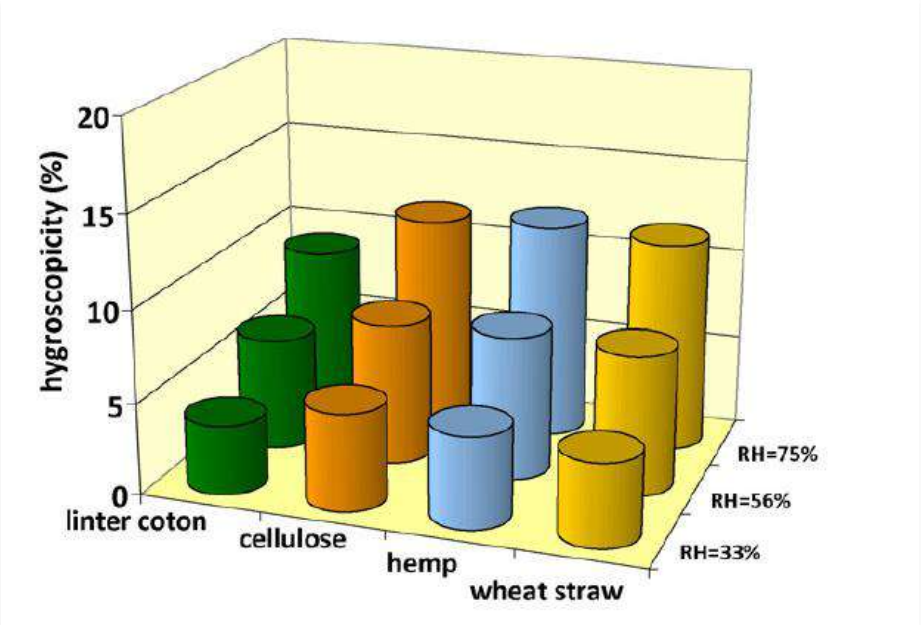
I.1.8. Propriétés de phases et comportement mécanique des composites à base d'amidon

Dans un contexte plus large, le comportement mécanique des composites à base de biopolymères dépend intimement des propriétés intrinsèques des phases (Jie, Gamstedt et al. 2010, Tang and Alavi 2011, Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al. 2012) et des caractéristiques de la microstructure, particulièrement les propriétés d'interface (Vilaseca, Mendez et al. 2007, Rjafiallah, Guessasma et al. 2009, Taguet, Huneault et al. 2009, Rjafiallah, Guessasma et al. 2010, Hbib, Guessasma et al. 2011, Zou, Zhang et al. 2011).

Dans leur étude : « les propriétés mécaniques des composites à renforts de bois et à base d'amidon réticulés, fabriqué à partir d'amidon modifié à l'éther d'allyl glycidylique dégradé enzymatiquement. ***Jie & al*** (Jie, Gamstedt et al. 2010) ont constaté que la dégradation enzymatique, a provoqué un changement dans la phase d'amidon modifié (son poids moléculaire et ses propriétés thermiques) et a généré, une bonne dispersion de la fibre, une excellente interface entre la fibre et la matrice et une réduction de l'absorption d'eau. Les propriétés mécaniques, résistance et module de Young se sont nettement améliorées.

Afin de diminuer la température de fusion du PVOH et d'augmenter la souplesse et la maniabilité de l'amidon et du PVOH, ***Tang & Alvi*** (Tang and Alavi 2011) ont testé plusieurs plastifiants. Les propriétés des films obtenus variaient avec le type de plastifiant utilisé.

Dans leur étude ***Benezet & al*** (Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al. 2012) confirment dans Les figure I.1.2. et I.1.3, qui représentent, respectivement, l'hygroscopicité des fibres, et formulations composites contenant 10% de poids de fibres en fonction de RH., Que les propriétés intrinsèques des phases influencent le comportement du composite biopolymère



.

Figure I.1.2. Hygroscopicité des formulations des fibres. (Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al. 2012).

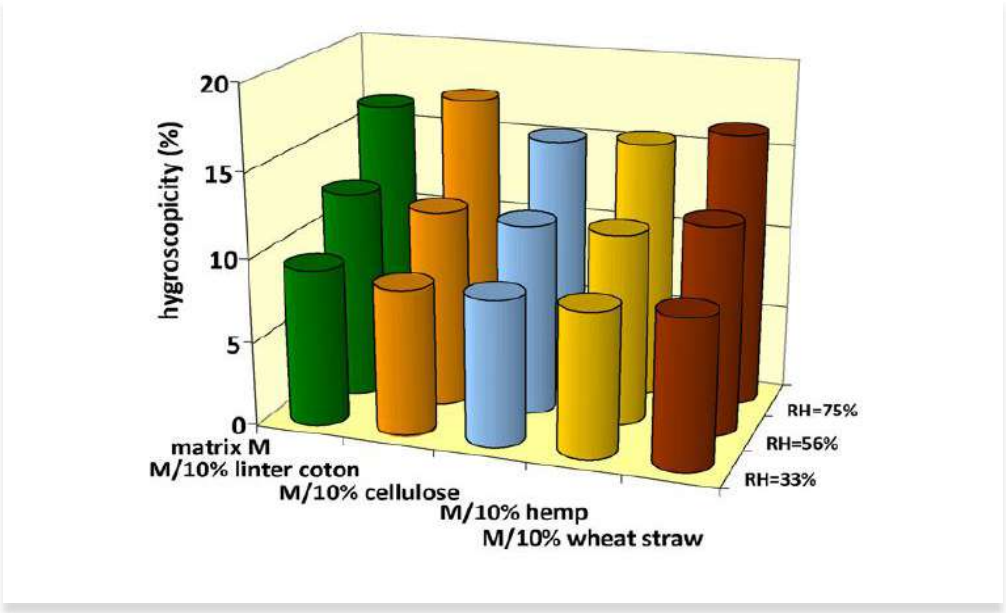


Figure I.1.3. Hygroscopicité des formulations composites contenant 10% en poids de fibres. (Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al. 2012).

Des recherches plus étendues sont actuellement entreprises pour ajuster les propriétés d'interface afin d'améliorer le transfert d'effort entre les phases ou de prévenir l'endommagement aux conditions (Taguet, Huneault et al. 2009, Hbib, Guessasma et al. 2011, Zou, Zhang et al. 2011).

Comme on l'a vu plus haut dans leur étude sur la relation entre l'interface et la morphologie dans les mélanges de polymères avec le TPS, ***Taguet & al*** (Taguet, Huneault et al. 2009) ont constaté la présence d'une mince couche riche en glycérol à l'interface PE / TPS (Figure I.1.1.) qui sert de modification interfaciale. Ceci peut être expliqué, par le fait que dans des conditions dynamiques de mélange en fusion, comme prédit par la théorie d'étalement de Harkins, une petite partie de la phase riche en glycérol de faible poids moléculaire dans le TPS tend à migrer vers l'interface HDPE-TPS. Une fois à l'interface, cette couche externe riche en glycérol et de faible poids moléculaire est facilement déformée par une contrainte appliquée et cette contrainte est ensuite transférée à la phase riche en amidon en raison de leur miscibilité partielle mutuelle. Le copolymère de PE-g-MA ajouté réagit

initialement avec la couche externe riche en glycérol, mais si le taux de copolymère est suffisamment élevé, il réagit ensuite avec la phase riche en amidon via un protocole classique de modification interfaciale. En fin de compte, une combinaison optimale à la fois du copolymère PE-g-MA ajouté et d'une phase interfaciale riche en glycérol se combine pour obtenir les meilleures propriétés mécaniques possibles. En outre, les propriétés d'allongement à la rupture et d'impact augmentent de façon spectaculaire à un niveau de copolymère associé à la saturation interraciale.

Les résultats de l'étude de ***Zou & al*** (Zou, Zhang et al. 2011) sur l'effet des nanocristaux d'amidon sur la structure et les propriétés des composites à base de polyuréthane flottant, ont montré une bonne dispersion des nanocristaux d'amidon dans les nanocomposites même lorsque le taux des nanocristaux d'amidon a atteint 30% en poids. En outre, les composites résultants ont subi une augmentation notable de la résistance et du module d'Young et maintenu un allongement 300% ca. De plus, un niveau de charge des nanocristaux d'amidon de 10% en poids a montré une résistance à la traction maximale (31,1 MPa) et un module de Young amélioré, respectivement de 1,8 et 35,7 fois environ par rapport à ceux du polyuréthane flottant pur. La surface active et la rigidité des nanocristaux d'amidon ont facilité la formation d'une interface pour le transfert de charge et ont contribué à une plus grande résistance.

Les propriétés d'élasticité comme la plasticité et propriétés fondamentales du composite Amidon - zéine ont été décrites dans des contributions précédentes (Chanvrier, Colonna et al. 2005, Rjafiallah, Guessasma et al. 2009). Ces études soulignent le rôle de l'arrangement de phases comme paramètre de contrôle dans les performances mécaniques du mélange.

Dans la présente étude, nous nous intéressons à prédire les propriétés de rupture du composite Amidon - zéine pour une variation de teneur de phase. À partir du rôle prouvé des propriétés interfaciales, nous développons dans ce qui suit un modèle mécanique qui

considère le début et la croissance de l'endommagement interfacial menant à la rupture dans le composite. Nous mettons en application explicitement, pour un tel but, l'arrangement structural à une échelle intermédiaire et nous dérivons des relations numériques entre des quantités interfaciales et macroscopiques en utilisant une simulation d'éléments finis. Le modèle est comparé aux données expérimentales disponibles.

Partie I.2:
Matériaux du Génie-civil

I.2. Matériaux du génie civil

I.2.1. Fibre naturelle dans le Génie-civil

Beaucoup de recherches, de nos jours, sont dédiées à l'usage des fibres naturelles dans les applications du génie civil (Li, Mai et al. 2000, Coutts 2005, Pacheco-Torgal and Jalali 2011, Abiola, Kupolati et al. 2014).

En effet, ***Li & col*** (Li, Mai et al. 2000) ont exposé une revue des développements récents de la fibre de sisal et de ses composites. A savoir ; les matrices thermodurcissables, les matériaux thermoplastiques, les Caoutchoucs et le ciment et gypse.

Dans cette étude, ils citent les propriétés de la fibre de sisal, les caractéristiques de l'interface entre la fibre et la matrice, l'influence des traitements, utilisés pour la fibre, sur la surface de fibre et ses propriétés. Les propriétés des composites renforcés avec cette fibre. Ils citent également, les composites hybrides. Par exemple, les composites hybrides renforcés par les fibres de sisal et fibres de verre. Qui sont élaborés dans un seul but, tirer profit des propriétés des fibres mises conjointement.

Robert S. P. Coutts (Coutts 2005) a élaboré une revue sur les recherches australiennes sur les composites cimentaires avec des fibres naturelles. En effet, il cite les études consacrées à la recherche d'une fibre alternative pour remplacer l'amiante dans les produits de ciment fibré. La recherche australienne était centrée sur les fibres naturelles et principalement, la fibre de pulpe de bois qui a, le plus remplacé l'amiante dans l'industrie mondiale du ciment. Toutefois, Il cite, entre autres, d'autres fibres qui ont été utilisées; les fibres : du lin de la Nouvelle Zélande, de bois de feuillu, du bois tendre, de déchets de papier, de la banane, du sisal et du bambou. Enfin, il conclut sa synthèse, par le fait que, les groupes de recherche australiens ont largement contribué au succès mondial des produits en ciment renforcé à base de fibres de bois - produits totalement exempts de fibres d'amiante.

F.P.Torgal et S Jalali (Pacheco-Torgal and Jalali 2011) ont également, fait une synthèse de quelques travaux consacrés à l'utilisation de fibres naturelles pour le renforcement des matériaux cimentaires. Parmi ces fibres, on trouve les fibres de : Bambou, Eucalyptus, Sisal, Coco, Sucre de Canne, Banane et Dattier. Le Tableau I.2.1 donne les caractéristiques et composition de ces fibres.

Dans cette étude, ils présentent également les propriétés des fibres, et détaillent la description des traitements qui améliorent leurs performances, et de surcroît, la compatibilité entre les fibres et la matrice cimentaire. En plus du comment les fibres influent les propriétés du ciment.

Tableau I.2.1. Composition des fibres végétales (Pacheco-Torgal and Jalali 2011).

Fibre	Lignine (%)	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Extractives (%)	Cendres (%)
Bagasse	21.80	41.70	28.00	1.00	3.50
Feuilles de Banane	24.84	25.65	17.04	9.84	7.02
Tronc de Banane	15.07	31.48	14.98	4.46	8.65
Noix de coco	46.48	21.46	12.36	8.77	1.05
Tissu de noix de coco	29.70	31.05	19.22	1.74	8.39
Eucalyptus	25.4	41.57	32.56	8.20	0.22
Sisal	11.00	73.11	13.33	1.33	0.33

Dans certaines études, ils ont constaté que l'ajout des fibres réduit le temps de prise du ciment. Cela est dû à la pectine se trouvant dans les fibres, qui fixe le calcium, en empêchant la formation des structures CSH.

Abiola & al (Abiola, Kupolati et al. 2014), ont à leur tour, présenté une revue de l'utilisation des fibres végétales pour modifier les enrobés bitumineux. Les fibres utilisées dans les études citées sont les fibres : de Jute, de coco, de sisal et de chanvre. En plus de leur impact positif sur l'environnement, le choix des fibres se fait essentiellement, par rapport à leur disponibilité, leur faible densité et leurs propriétés spécifiques acceptables. Comme on le sait, les principaux inconvénients de l'utilisation des fibres dans diverses matrices polymères sont la mauvaise compatibilité entre les fibres et la matrice ainsi que l'absorption intrinsèquement élevée d'humidité par la fibre. Les auteurs, ont cité différents traitements chimiques des fibres qui, dans la plupart, ont amélioré l'adhérence fibre/matrice. Aussi, ils favorisent ; l'hydroxyde de sodium, le silane et les agents de couplage maléatés d'acide acétique et le peroxyde comme traitement des fibres. Les études ont également montré que l'ajout des fibres améliore la durée de vie à la fatigue, en augmentant la résistance à la fissuration et à la déformation permanente. En effet, le renfort fibreux fournit ainsi une résistance à la traction supplémentaire dans les mélanges et donc une augmentation de l'absorption d'énergie de traction, empêchant ainsi la formation et la propagation de fissures. Ils ont également déduit que la distribution uniforme des fibres naturelles, la longueur des fibres, le pourcentage et l'orientation des fibres sont les clés de la performance des mélanges.

I.2.2. Secteur du bâtiment et environnement

En plus d'être des ressources naturelles renouvelables et très abondantes, les fibres naturelles ont un impact positif sur l'environnement. Le secteur du bâtiment commence à s'intéresser à :

- ***L'impact environnemental*** :

En incitant des changements pratiques dans la conception des bâtiments (Hirano, Kato et al. 2006).

Hirano & al (Hirano, Kato et al. 2006) pour la 2ème partie de leur étude sur un modèle de construction résidentielle poreuse dans les régions chaudes et humides, ont étudié l'effet de réduction des émissions de CO2 d'un modèle de construction. Pour ce faire, ils ont utilisé l'analyse du réseau thermique, la circulation de l'air et l'analyse du cycle de vie pour leurs simulations. Ils ont examiné des techniques respectueuses de l'environnement afin d'évaluer la faisabilité de la charte de l'Institut d'architecture du Japon (AIJ) qui fixe l'objectif pour les nouveaux bâtiments, de prolonger leur durée de vie jusqu'à 100 ans en réduisant l'émission de CO2 du cycle de vie ($LCCO_2$) de 30%. En fin, Ils ont conclu qu'en intégrant toutes les mesures explorées, c'est- à- dire les vides à l'échelle des bâtiments et des composantes, le photovoltaïque et le chauffage solaire de l'eau, l'éclairage et les appareils électriques éco-énergétiques, la longévité réduit les émissions de LCCO2 de 37%, ce qui correspond à l'objectif AIJ de 30%.

- ***La sélection des matériaux***

Gustavsson & al (Gustavsson, Joelsson et al. 2010) insistent sur l'importance d'utiliser une perspective du cycle de vie dans l'évaluation de l'énergie primaire et des impacts climatiques des bâtiments. C'est pourquoi, ils ont analysé le cycle de vie de l'énergie primaire et des émissions de dioxyde de carbone (CO_2) d'un immeuble à huit étages à ossature de bois. Dans cette étude, toutes les phases du cycle de vie ont été incluses, y compris l'acquisition et le traitement des matériaux, sur le site de construction, l'exploitation des bâtiments, la démolition et la destruction des matériaux.

Leurs résultats montrent que la construction utilise la plus grande partie de la consommation d'énergie du cycle de vie, devenant de plus en plus dominante à mesure que la durée de vie du bâtiment augmente, que le type du système de chauffage influe fortement sur la consommation d'énergie primaire et les émissions de CO2. Ces émissions de CO2 peuvent

être réduites, également, par l'utilisation de résidus de biomasse de la chaîne des produits du bois à la place des combustibles fossiles. Enfin, qu'une réduction d'émission de CO2 sur le cycle de vie peut être obtenue grâce aux matériaux de construction à base de bois et au système d'approvisionnement en énergie à base de biomasse.

- ***Les méthodes d'évaluation des coûts***

De même, ***Ji & al*** (Ji, Hong et al. 2014) ont réalisé une analyse comparative des méthodes décisionnelles pour l'intégration des coûts et des émissions de CO_2. Pour cela, ils ont proposé trois méthodes (l'éco-efficacité, la stratégie de priorité environnementale (EPS) et le prix de réduction certifiée des émissions), pour soutenir les processus de prise de décision qui tiennent compte simultanément du coût et de l'émission de CO2 dans l'acquisition d'un design économique et respectueux de l'environnement. Les résultats de cette étude ont montré que les trois méthodes différaient dans le rapport d'influence de l'émission de CO2 sur les résultats de la prise de décision. Néanmoins, toutes permettent d'établir un prix pour promouvoir des technologies écologiques ou des bâtiments écologiques.

I.2.3. Emissions CO_2

Par ailleurs, d'autres recherches ont démontrés que des émissions significatives de CO_2 viennent du secteur du bâtiment (Georgopoulou, Sarafidis et al. 2006, Nassen, Holmberg et al. 2007, Gong, Nie et al. 2012, Fu, Luo et al. 2014).

Georgopoulou & al (Georgopoulou, Sarafidis et al. 2006), ont effectué une évaluation sur la nécessité des politiques de soutien économique, dans la promotion des mesures de réduction des émissions de gaz à effet de serre dans le secteur de la construction Grecque (caractérisé par des constructions vieillies, construites principalement au cours de la période antérieure à 1980). La nécessité de mettre en œuvre de mesures attractives pour la réduction de ces émissions, qui doivent présenter un bénéfice économique net pour les utilisateurs

finaux. C'est à partir du point de vue de cet utilisateur final que leur analyse économique des mesures potentielles de réduction des émissions dans le secteur de la construction et du tertiaire a été faite. Car c'est cet utilisateur final qui est appelé à prendre des décisions pour la mise en œuvre de la plupart de ces mesures. Pour l'évaluation, ils ont utilisé un cadre méthodologique, qui intègre tous les paramètres physiques importants qui influent sur le potentiel de réduction, par conséquent, leurs performances économiques et l'examen de l'efficacité. Le cas échéant, des incitations économiques et des dissuasions.

Ils ont constaté que dans le cas d'un bâtiment vieilli ayant peu ou pas d'isolation et souvent de mauvaises performances énergétiques des principales installations d'alimentation en énergie, les mesures de conservation d'énergie et de réduction des émissions de CO_2 peuvent être intéressantes, non Seulement, en termes de potentiel de réduction des émissions, mais aussi en termes de performance économique. L'évaluation de la performance économique des différentes mesures a montré qu'un certain nombre de mesures dans les deux secteurs étaient des situations «gagnant-gagnant», c'est-à-dire qu'elles présentent un avantage économique pour les utilisateurs finaux, sans avoir besoin de politiques de soutien économique. Pour le secteur résidentiel, les cas les plus importants sont le remplacement des anciennes chaudières de chauffage central, l'utilisation d'ampoules à faible énergie pour l'éclairage, l'utilisation de ventilateurs de toit, le remplacement des anciens appareils de refroidissement, l'inspection régulière des chaudières, l'ombrage externe des bâtiments, l'isolation des parois extérieures et l'étanchéité des ouvertures. Cependant, le potentiel des mesures «gagnant-gagnant» dans le secteur résidentiel est affecté de manière significative par le taux d'actualisation. De même pour, les instruments économiques tels que la fourniture de subventions à l'investissement ou l'imposition de dissuasions économiques pour l'électricité et le diesel qui peuvent favoriser davantage la réduction des émissions de CO2, les résultats de l'analyse effectuée montrent que l'efficacité de ces politiques dépend également du taux

d'actualisation. De ce dernier, dépend également, le choix entre subventions et dissuasions; les résultats obtenus montrent que, pour certaines mesures, sous un faible taux d'actualisation, les subventions à l'investissement sont plus efficaces que les dissuasions économiques, tandis que le contraire peut se tenir lorsque le taux d'actualisation augmente.

L'analyse faite par ***Nassen & co*** (Nassen, Holmberg et al. 2007) est une analyse de la consommation d'énergie directe et indirecte et émissions de carbone dans la phase de construction des bâtiments. Ils ont évalué le secteur de la construction suédois en utilisant l'analyse des entrées-sorties du haut vers le bas. Ces résultats de haut en bas sont ensuite comparés aux résultats de 18 études ascendantes antérieures utilisant la méthodologie du processus LCA (life-cycle assessment). Dans leur analyse Ils ont divisé le secteur de la construction en six sous-secteurs (Figure I.2.1), et ont comparés les intensités de CO2 dans ces six sous-secteurs.

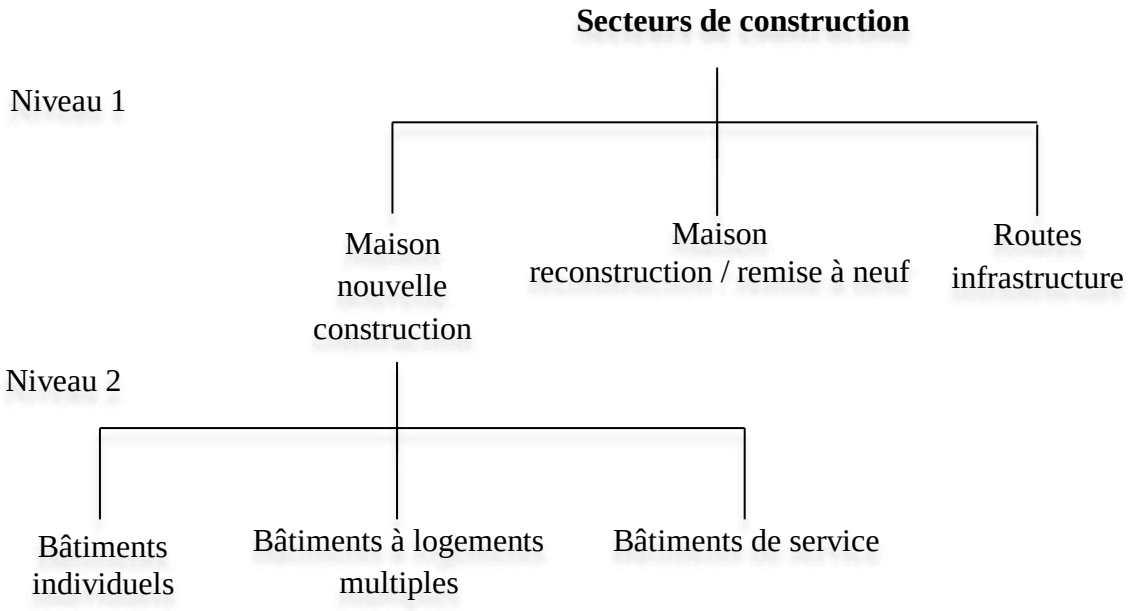


Figure I.2.1. Secteurs de la construction. (Nassen, Holmberg et al. 2007).

En 2000, le secteur du bâtiment suédois, avec les trois autres secteurs ; ciment/béton, fer/acier et fret routier représentent 70% des émissions totales. De plus, ce qui est

remarquable, c'est que les grandes émissions de CO_2 mobiles, proviennent du secteur du bâtiment lui-même (généralement, le transport à courte portée et l'utilisation de machines) et trois fois plus élevées que les transports effectués par les entreprises de fret routier. Notons également, que la production d'électricité est le secteur numéro un en termes de consommation d'énergie primaire mais très faible en émissions de CO_2. Ce résultat dépend de la production d'électricité suédoise, composée presque entièrement par l'énergie nucléaire et hydroélectrique. Les émissions totales de CO_2 attribuées à la construction sont de 938 ktonC[4], qui correspondent à environ 6% des émissions totales en Suède en 2000. Cependant, il convient de noter que les investissements dans les bâtiments étaient historiquement bas en 2000. Le tableau I.2.2 (ci-dessous) donne une comparaison des intensités de CO_2 dans les six sous-secteurs du secteur de la construction. Les intensités de CO_2 sont à peu près les mêmes pour les quatre sous-secteurs de la construction de maison. Elles sont plus basses pour la reconstruction/rénovation et plus élevées pour les routes / infrastructures. On note également, la part importante des activités de transport et de construction dans les routes / infrastructures du sous-secteur.

Tableau I.2.2. Comparaison des intensités de CO_2 dans les six sous-secteurs (Nassen, Holmberg et al. 2007).

	Bâtiment détaché (gC/SEK)	Bâtiments multi-logements(gC/SEK)	Bâtiments de service (gC/SEK)	Bâtiments industriels (gC/SEK)	Reconstruction /rénovation (gC/SEK)	Routes /infrastructures (gC/SEK)
Minéraux non métalliques [a]	1.9	3.0	2.2	3.9	1.2	2.5
Les métaux	1.2	1.1	1.1	1.0	0.9	1.1
Autres matériaux	0.6	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1
Transport	2.1	1.3	1.1	1.1	1.0	4.4
Activité de construction	0.7	0.5	0.5	0.3	0.5	1.2
Service / autres secteurs	0.4	0.3	0.3	0.3	0.3	0.2
Total	6.9	6.5	5.3	6.7	4.0	9.5

[a] Béton, gypse, briques et pierres.

La procédure adaptée révèle également des différences plus précises. L'analyse des entrées-sorties aboutit à une consommation d'énergie spécifique d'environ 6 GJ / m^2 par rapport à une moyenne de 3.1 GJ / m^2 dans 18 études ascendantes antérieures, soit 90% plus élevée pour l'analyse entrées-sorties. Cependant, lorsqu'elle est divisée en différentes activités et matériaux, la différence n'est que d'environ 20% pour la part associée à la production de matériaux de construction, qui représentent plus de 90% de la consommation d'énergie dans les études ascendantes.

En fin, la production de bâtiments a une forte émission de CO_2, en raison d'une forte proportion de combustibles fossiles. Étant donné que l'utilisation de combustibles fossiles est relativement faible dans le chauffage résidentiel suédois, la phase de production peut souvent constituer une part plus importante des émissions de CO_2 du cycle de vie que de l'utilisation de l'énergie du cycle de vie.

Gong & al (Gong, Nie et al. 2012) ont fait une étude comparative du Cycle de vie de la consommation d'énergie et d'émissions de dioxyde de carbone dans la conception des bâtiments résidentiels de pékin. L'analyse de la charge environnementale à travers le cycle de vie, a été faite, selon les protocoles de l'organisation internationale de normalisation (ISO) 14040/44, de trois types de bâtiments résidentiels ; une construction de structure en béton (CFC), une construction de structure en acier léger (SFC) et une construction de structure en bois (WFC).

La figure I.2.2 montre la distribution de l'émission de dioxyde de carbone du cycle de vie pour les trois bâtiments.

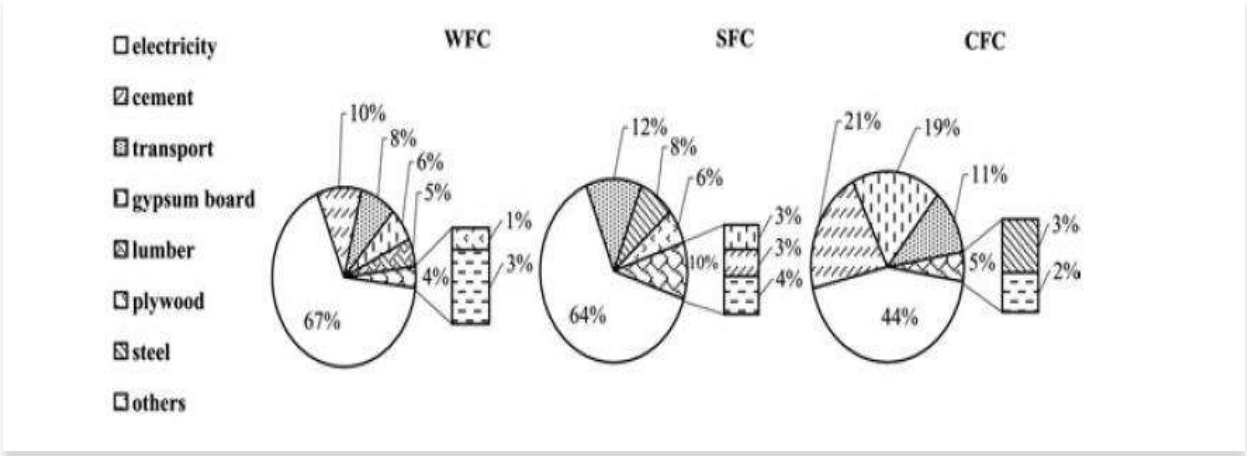


Figure 1.2.2. Distribution de l'émission de dioxyde de carbone du cycle de vie pour les trois bâtiments (Gong, Nie et al. 2012).

De cette figure, nous constatons que le cycle de vie net des émissions de CO_2 de WFC est le plus bas parmi les trois types de bâtiments. Cela est dû à trois raisons principales :

- une grande quantité de matériaux naturels sont utilisés dans WFC ; à savoir, le bois, le bois d'œuvre et le contreplaqué, qui produisent une faible quantité d'émissions de CO_2 dans le processus de fabrication.
- la consommation d'énergie du cycle de vie des émissions de WFC et de CO_2 provenant de l'utilisation de l'énergie est la plus faible.
- le transport matériel de WFC est également le plus bas, tout comme les émissions de CO2 produites par le transport.

En revanche, le CFC utilise une énorme quantité de ciment, le CO_2 produit dans le processus de fabrication du ciment est significativement plus élevé que le bois d'acier ou le bois. En outre, un grand nombre de panneaux de gypse sont utilisés dans les CFC, ce qui entraîne également des émissions de CO_2 massives.

Les émissions nettes de CO2 pour les trois types de bâtiments proviennent principalement de la consommation d'énergie, en particulier de la consommation d'électricité, qui couvre tout le cycle de vie du bâtiment. Dans la structure énergétique de la Chine, l'énergie électrique est principalement, l'électricité à base de charbon, comprend 80,4% de l'énergie totale, ceci entraine des quantités importantes de CO2 dans la combustion du charbon.

Pour leur part ***Fu & al*** (Fu, Luo et al. 2014), se sont intéressés aux émissions de carbone pendant la phase de construction du bâtiment. Pour cela ils ont développé un système de calcul informatique pour calculer ces émissions, afin d'optimiser la durabilité pendant la phase de construction. Une structure partielle d'évaluation du cycle de vie (LCA) est établie pour estimer les émissions de carbone dans cette phase.

L'étude de cas est réalisée sur un bâtiment typique au Royaume-Uni avec deux plans de mur 1 et 2, respectivement, en maçonnerie et en bois. Dans cette étude quatre sources d'émissions de carbone ont été identifiées durant: la fabrication ; le transport des matériaux de construction; la Consommation d'énergie des matériel de construction et l'élimination des déchets de construction.

Des figures I.2.3 et I.2.4 (ci-dessous), on voit bien que la structure de maçonnerie génère plus d'émissions de CO_2, que celle en bois.

Pour des économies d'énergie et une réduction des émissions du cycle de vie du bâtiment, il est très important et nécessaire d'utiliser des matériaux économes en énergie tels que les matériaux naturels du bois et de réduire la consommation d'énergie dans le processus de fabrication des matériaux de construction, en particulier pour les consommations énergétiques et des matériaux hautement polluants tels que l'acier, le ciment, le coke.

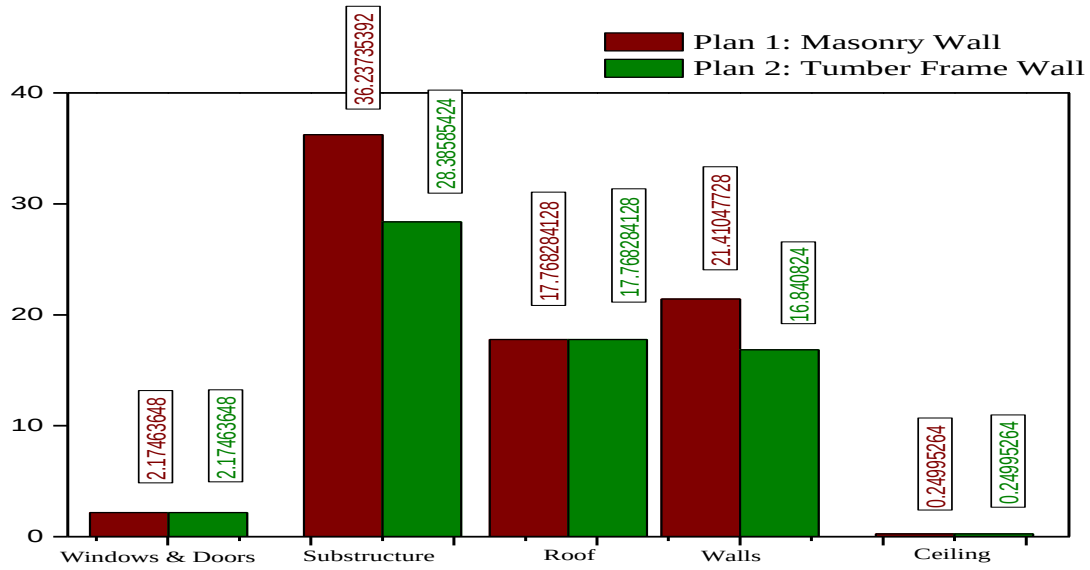


Figure I.2.3. Analyse de comparaison de CO2 entre le plan 1 et le plan 2 par quantité de chaque sous-système (Fu, Luo et al. 2014).

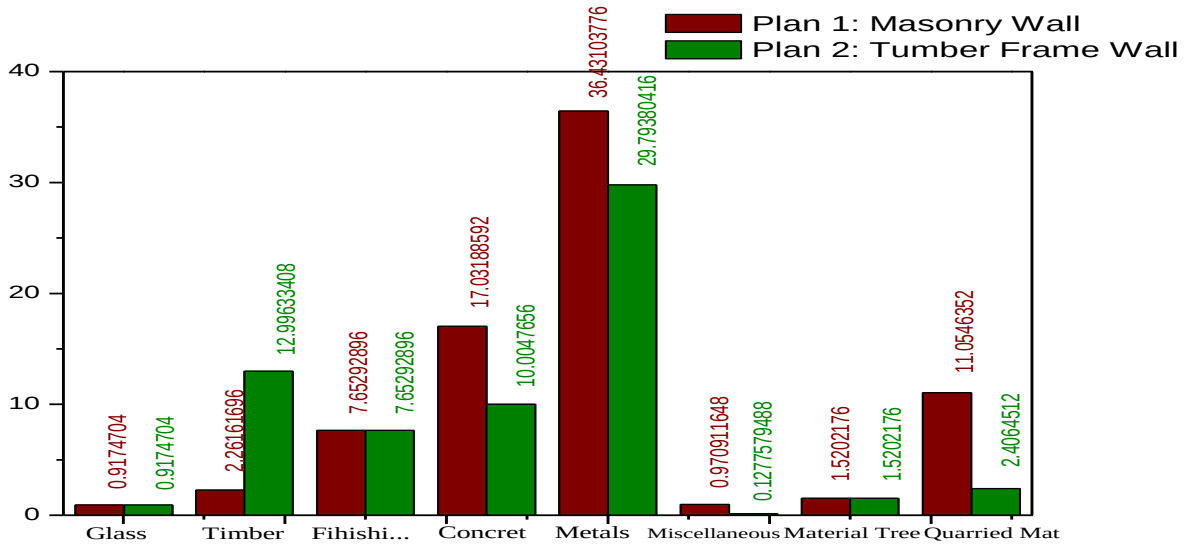


Figure I.2.4. Analyse de comparaison de CO2 entre le plan 1 et le plan 2 par les matériaux (Fu, Luo et al. 2014).

I.2.4 Fibres naturelles comme renfort dans les matrices cimentaires

Le remplacement d'une partie de la matrice cimentaire par les fibres naturelles peut être considéré comme un effort vers une empreinte écologique plus positive en dépit de capacités de liaisons négatives des fibres. L'utilisation de fibres naturelles en substitution comme un renfort est un vrai défi. Les fibres naturelles n'ont pas de dimensions régulières. Elles présentent des performances mécaniques inférieures en comparaison aux fibres synthétiques, en raison de la présence de défauts de surface et des microstructures internes hiérarchiques (Luo, Xiong et al. 2014).

La nature hydrophile des fibres est un problème majeur pour toutes les fibres cellulosiques quand elles sont utilisées comme renfort. La teneur en humidité des fibres dépend de la teneur en parties non cristallines et le vide dans les fibres (Tableau I.1.3.). La teneur en humidité à une humidité relative donnée peut avoir un grand effet sur la performance biologique d'un composite fabriqué à partir de fibres naturelles. Dans l'ensemble, la nature hydrophile des fibres naturelles influe sur les propriétés mécaniques du composite avec renfort fibreux.

Tableau I.2.3. Teneur en eau d'équilibre de différentes fibres naturelles à 65 % d'humidité relative (HR) et 21° C. (Faruk, Bledzki et al. 2012)

Fiber	L'humidité d'équilibre (%)
Sisal	11
Chanvre	9.0
Jute	12
Lin	7
Abaca	15
Ramie	9
Ananas	13
Coco	10
Bagasse	8.8
Bambou	8.9

Cette sensibilité à l'eau peut être un facteur limitant puisqu'elles nécessitent un temps de prise long et induit une cinétique de séchage complexe (Elfordy, Lucas et al. 2008, Arnaud and Gourlay 2012).

Elfordy & al (Elfordy, Lucas et al. 2008) ont étudié les propriétés mécaniques et thermiques de béton composé d'un mélange de chaux , chanvre et chènevotte, fabriqué par un procédé de projection. Le choix de ce procédé est choisi parce que le mélange conventionnel d'un mortier de chaux / chanvre / eau n'est pas approprié, en effet, dans le mélange conventionnel, la plupart de l'eau est absorbée par le chanvre, ce qui induit des temps de prise et de séchage trop longs. Cependant, le procédé de projection permet d'ajouter, juste avant la sortie du tuyau, seulement la quantité d'eau nécessaire pour étaler la chaux, ce qui accélère la cinétique de prise et réduit les temps de séchage à moins d'un mois.

Quant à ***Arnaud & al*** (Arnaud and Gourlay 2012), dans leur étude expérimentale des paramètres influençant les propriétés mécaniques des bétons de chanvre, ont dû, lors du mélange, ajuster la quantité d'eau, en tenant compte de la teneur de chanvre introduite.

I.2.5. Propriétés spécifiques des fibres naturelles

La question la plus critique peut aussi être le procédé du mélange ciment et fibres naturelles, qui impose de revoir de nombreuses normes dans le secteur du bâtiment. En outre, les odeurs et l'inconfort peuvent être des problèmes secondaires qui doivent faire partie des spécifications du bâtiment.

Malgré tous les inconvénients précités, en ce qui concerne l'utilisation des fibres naturelles dans les matériaux de construction, la littérature fait état de plusieurs tentatives réussies (Pacheco-Torgal and Jalali 2011).

C'est pourquoi, comme on l'a cité précédemment, ***Torgal & al*** (Pacheco-Torgal and Jalali 2011) ont élaboré une revue sur les fibres végétales utilisées comme renfort dans des matériaux à base de ciment, qui ont vu leurs propriétés s'améliorer avec les fibres.

De point de vue mécanique, l'argument majeur pour l'utilisation des fibres naturelles est leur densité qui est très faible, ce qui permet d'avoir des valeurs élevées des propriétés spécifiques. (Belaadi, Bezazi et al. 2013, Petrucci, Santulli et al. 2013, Arthanarieswaran, Kumaravel et al. 2014, Misnon, Islam et al. 2015). Voir le tableau I.2.4. (Ci-dessous).

Tableau I.2.4. Propriétés mécaniques des fibres naturelles par rapport aux renforts classiques disponibles dans la littérature (Bledzki and Gassan 1999, Li, Mai et al. 2000, Stamboulis, Baillie et al. 2001, Lewin 2007, Faruk, Bledzki et al. 2012, Fu, Luo et al. 2014)

Fibre	Densité (g/cm^3)	Allongement à la rupture (%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Module de Young Spécifique ($GPa \times cm^3/g$)
Chanvre	1.14 – 1.51	1.6	500-900	30-80	20 - 57
Lin	1.20 - 1.50	2.7 - 3.2	345 - 1035	28 - 90	19 - 75
Sisal	1.45 - 1.50	2.0 - 2.5	67 - 635	4 - 22	3 - 15
Abaca	1.5	3-10	400	12	8
Jute	1.3	1.5-1.8	393-773	26.5	20
Bambou	0.6-1	-	140-230	11-17	11-28
Bagasse	1.25	-	290	17	14
Ramie	1.5	2.5	560	24.5	16
F-De verre	2.50 – 2.60	2.5	2000 - 3500	70-80	27 - 32
Carbone	1.40 – 1.78	1.4-1.8	4000 - 5000	230 - 240	129 - 171
Acier	7.75 – 8.05	0.5 – 3.5	500 - 2000	200-210	25 - 27

Dans leur étude sur les fibres de sisal, ***Belaadi & al*** (Belaadi, Bezazi et al. 2013), ont exploré le comportement et la résistance à la fatigue des fibres de sisal. Ils ont déterminé le diamètre, le module de Young, la résistance et la contrainte à la rupture de différents échantillons et les ont comparés aux données de la littérature. Ils ont conclu que les résultats

de leur étude, peuvent être utilisées pour prédire la fatigue et, d'un point de vue structurelle, du comportement des matériaux composites à base de sisal à forte capacité de charge.

Petrucci & al (Petrucci, Santulli et al. 2013) ont élaboré par infusion sous vide et comparé des composites hybrides stratifiés à base de fibres de basalte en combinaison avec des fibres de lin, de chanvre et fibres de verre. Avec différentes configurations complexes symétriques. La configuration qui a présenté les meilleures performances est : verre / lin / basalte.

En ce qui concerne ***Arthanarieswaran & al*** (Arthanarieswaran, Kumaravel et al. 2014), ils ont utilisé des fibres de banane et sisal comme renfort de composites époxy et ont étudié l'effet de l'hybridation des fibres de verre tissées avec les fibres naturelles.

Contrôler l'orientation de la fibre permet de s'assurer que les propriétés mécaniques des fibres sont utilisées de manière efficace et que le contenu maximal en fibres est élevé. Cet alignement des fibres peut être amélioré en les transformant en fil. ***Misnon & al*** (Misnon, Islam et al. 2015) ont fait une analyse des caractéristiques de deux lots de tissu de chanvre tissé pour le renforcement des composites. L'application du tissu à la place du fil pourrait, non seulement, améliorer l'alignement des fibres, mais aussi améliorer la manipulation des renforts lors de la fabrication composite. Seulement les propriétés d'une même fibre peuvent être modifiées en raison de conditions différentes pendant la croissance de la plante et ce facteur ne peut pas être contrôlé. Même dans une qualité de production de tissus tissés, les matières premières (fibres) ne peuvent être considérées comme provenant d'une source similaire. Cela peut créer une variation des propriétés du tissu qui plus tard pourrait affecter les propriétés des composites. Ce qui nécessite une étude visant à caractériser un tissu de différents lots avec des qualités similaires pour évaluer dans quelle mesure y a des différences dans leurs propriétés. Leurs résultats ont montré que la densité des fibres de tissu

est proportionnelle à la teneur en cellulose. Les propriétés des deux lots de tissu de chanvre tissé de qualité nominale semblable obtenus dans un intervalle de temps de trois mois sont très probablement, non seulement, identiques de point de vue textile; mais partagent presque la même densité de tissu, la taille du fil et le poids du tissu, mais aussi similaires de point de vue de l'ingénierie. Par conséquent, l'utilisation des deux tissus peut être présumée, pour donner un effet et un comportement similaires dans leurs contributions.

Le module de Young spécifique des fibres naturelles, en particulier celui du chanvre, rivalise avec ceux des fibres de verre et fibres d'acier (Bentur and Mindess 2007, Lewin 2007, Siddhartha and Gupta 2012, Shah 2014).

Shah (Shah 2014) a fourni des tableaux de sélection de matériaux de type Ashby pour les plastiques renforcés par des fibres végétales (PFRP) afin de faciliter la conception et le développement des produits. Les tableaux sont dérivés d'une grande base de données qui comprend des propriétés pour différents PFRP basés sur différents types (formes de renforcement (fibres courtes: granulés et non-tissés, fibres longues: multiaxiales et unidirectionnels), les matrices polymères (thermoplastiques et thermodurcissables) et Les techniques de fabrication (moulage par injection, moulage par compression, pose à la main, infusion sous vide, moulage par transfert de résine et pré-imprégnation). Étant donné que les PFRP sont souvent considérés comme des alternatives aux composites fibreux de verre (GFRP), ils ont fait une comparaison des propriétés de traction des différents PFRP avec des GFRP similaires. Les figures ci-dessus montrent les modules de Young des matériaux d'ingénieries et matériaux naturels en fonction de la résistance de la traction.

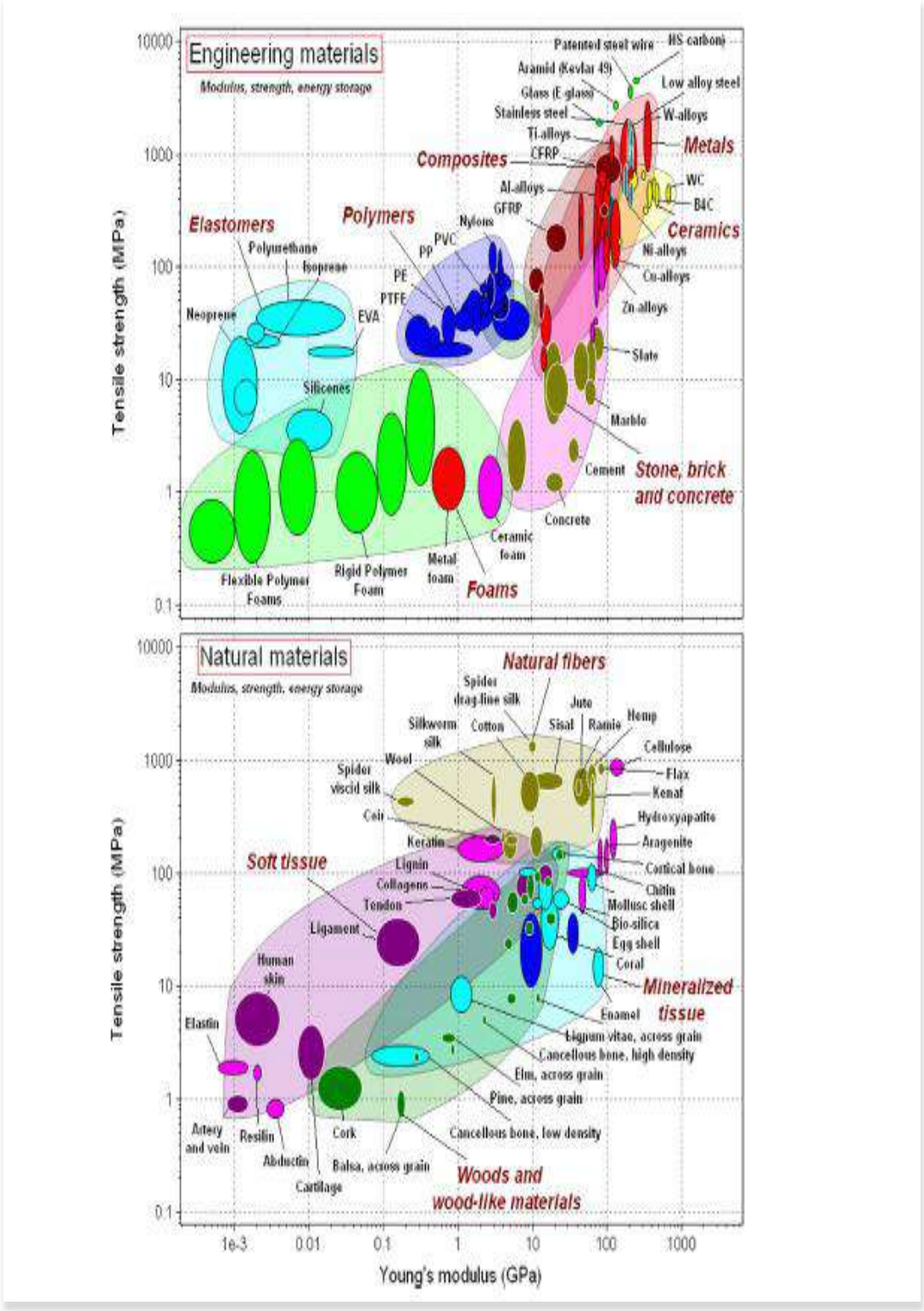


Figure I.2.5. Tracés d'Ashby illustrant le module de Young en fonction de la résistance à la traction des matériaux d'ingénierie traditionnels et des matériaux naturels sur le même axe (Shah 2014).

Dans leur étude sur la caractérisation de l'usure mécanique et abrasive des matériaux composites renforcés par des fibres optiques bidirectionnelles et coupées en E-verre (verre de qualité électrique), ***Siddhartha & al*** (Siddhartha and Gupta 2012) ont déterminé le module de Young des différentes fibre de verre, qui est présenté dans le tableau I.2.5.

Tableau I.2.5. Propriétés des fibres utilisées (Siddhartha and Gupta 2012)

fibre	Densité (g/cm^3)	Module de Young (GPa)	Module de Young Spécifique ($GPa \times cm^3/g$)
F- de verre	2600 kg m^{-3}	72.5 GPa	0.079
F-verre coupée	2500 kg m^{-3}	72.5 GPa	0.029
La résine époxy	1200 kg m^{-3}	3.42 GPa	0.003

I.2.6. Fibre et densité du composite

En plus des travaux précités, dans diverses autres études relatives aux applications de génie civil, la densité du matériau à base de ciment modifié est due au résultat de la modification du poids due à l'addition des fibres (de Oliveira and Castro-Gomes 2011, Graham, Huang et al. 2013).

Dans son étude sur le comportement physique et mécanique du mortier renforcé par des fibres de polyéthylène téréphtalate recyclé, ***de Oliveira & al*** (de Oliveira and Castro-Gomes 2011) ont constaté que l'ajout des fibres de Bouteilles en polyéthylène téréphtalate recyclées (PET) entraine une faible diminution de la densité du mortier renforcé (Figure I.2.5), celle-ci ne dépasse pas les 5% pour un volume de fibre de 1.5%.

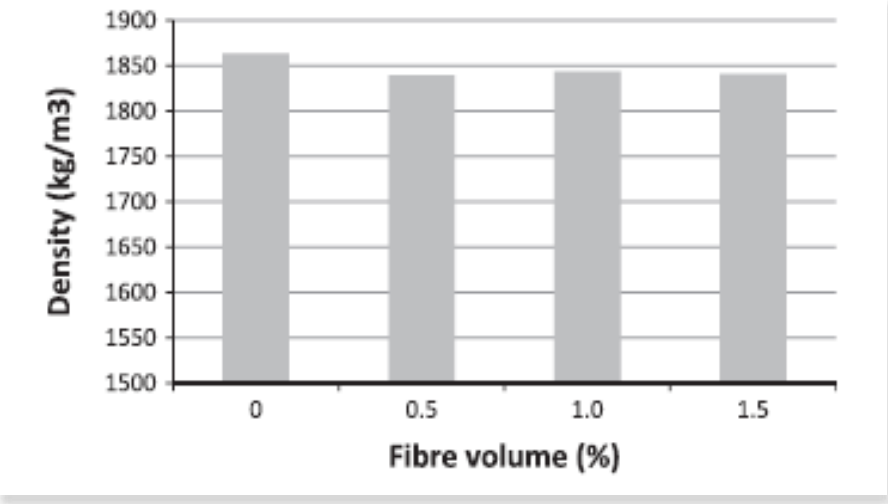


Figure I.2.6. Densité du mortier durci en fonction du volume de fibres de PET (de Oliveira and Castro-Gomes 2011).

De même ***Graham & al*** (Graham, Huang et al. 2013) ont fait une étude sur le béton de ciment renforcé par des micro et méso-taille de fibres de carbone, afin de déterminer le potentiel des fibres de carbone à micro-longueur et à faible rapport d'aspect, pour améliorer les propriétés mécaniques des matériaux à base de ciment tout en minimisant les pertes de travail et la densité des mélanges. Les résultats de cette étude ont montré que les mélanges renforcés par des microfibres, ont un rapport air-ciment plus bas que les mélanges renforcés de des méso-fibres.

I.2.7. Plante de chanvre

Il n'y a pas beaucoup d'études qui se concentrent sur l'impact positif du carbone comme un objectif, ce qui explique pourquoi la substitution du ciment par des fibres naturelles n'est pas sérieusement prise en compte.

Le chanvre de la famille Cannabis sativa (Figure I.2.6.a.), connu comme un substituant végétal efficace en béton de chanvre (chènevotte + chaux), est une plante à croissance rapide annuelle où la tige est constituée par faisceau de fibres (fibres de chanvre), la chènevotte, de

l'épiderme et de l'espace creux. La tige de chanvre peut atteindre une hauteur de plus de quatre mètres dans de bonnes conditions de croissance.

Une section transversale de la tige de chanvre (Figure I.2.6.b.) montre les différentes couches. L'extérieur de la tige est recouvert d'écorce, appelée également épiderme. À l'intérieur, les tiges de chanvre sont des fibres libériennes et le noyau en bois, appelé chènevotte. (Thomsen, Rasmussen et al. 2005).

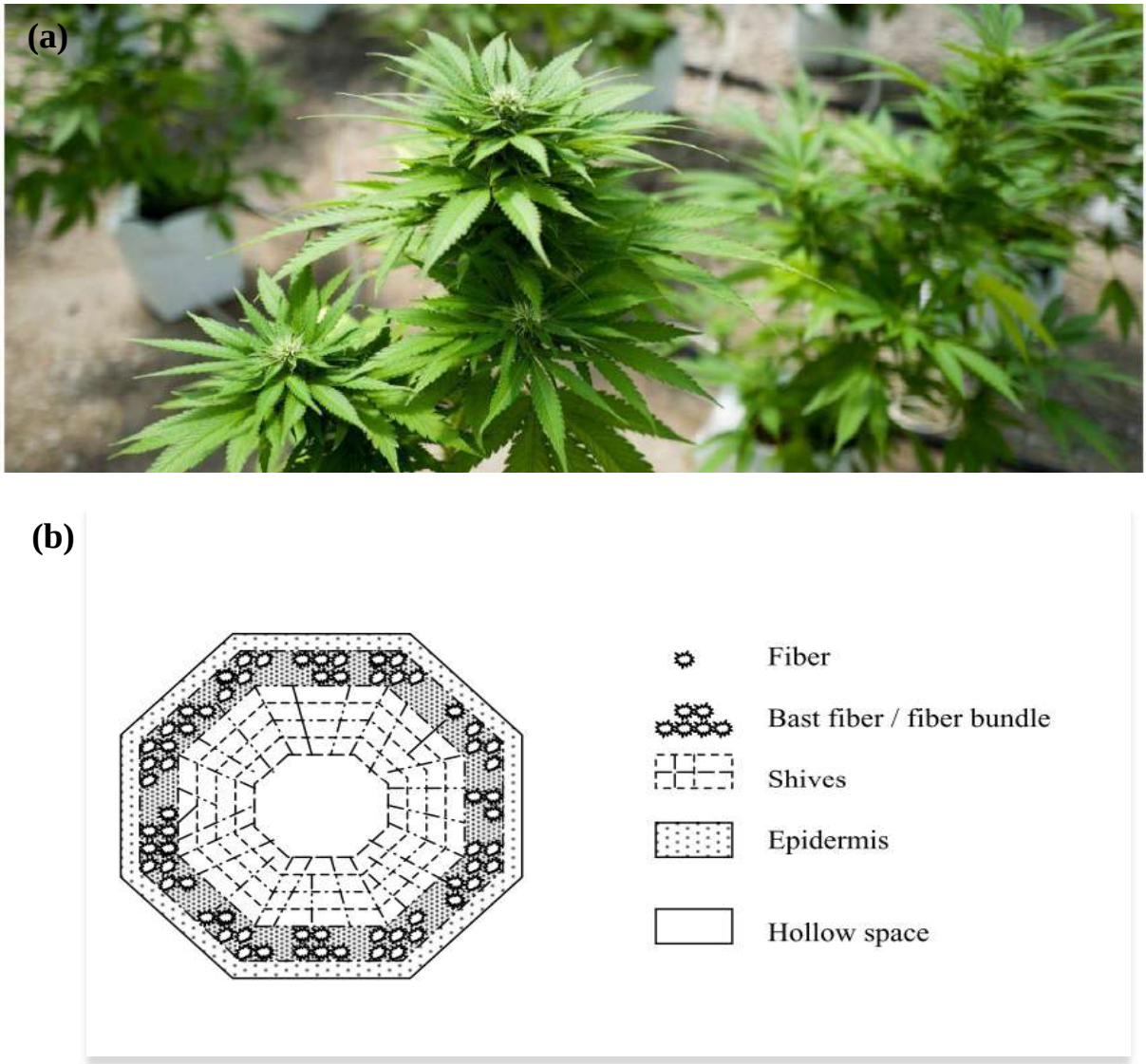


Figure I.2.7. (a) Plante du chanvre (Cannabis sativa). (b) **C**oupe transversale d'une tige de chanvre (Thomsen, Rasmussen et al. 2005)**.**

Les fibres sont liées par la lamelle médiane et disposées en faisceaux allant du haut vers le bas de la tige (Vignon, GarciaJaldon et al. 1995). Leurs dimensions sont représentées dans le Tableau I.2.5.

Tableau I.2.6. Dimensions des fibres de chanvre (Vignon, GarciaJaldon et al. 1995)

	Fibres libériennes	Fibres de bois dans la chènevotte
Longueur (µm)	5000-5500	200-600
Diamètre (µm)	20-40	10-30
Epaisseur de la paroi (µm)	5-10	1-2

Les fibres de chanvre contiennent 73-77% w/w de cellulose, 7-9% w/w d'hémicellulose et 4-6% w/w de lignine, alors que, la chènevotte contient 48% w/w de cellulose, 21-25% w/w d'hémicellulose et 17-19% w/w lignine (Thomsen, Rasmussen et al. 2005).

La plupart des travaux dans la littérature liés à la fibre de chanvre comme renfort des composites cimentaires soulignent les compromis à prendre pour faire face aux inconvénients de l'utilisation de cette fibre naturelle (Arnaud and Gourlay 2012) .

Arnaud et Goulray (Arnaud and Gourlay 2012) dans leur étude expérimentale des paramètres influençant les propriétés mécaniques des bétons de chanvre, établissent un paramètre des conditions de durcissement (conditions d'humidité relative) du béton modifié par la chènevotte, en effet, la chènevotte absorbe beaucoup d'eau (de deux à trois fois son poids sec) très rapidement (son degré de saturation est supérieur à 95% après 10 minutes d'immersion). Les auteurs soulignent que la performance des bétons modifiés par le chanvre est sensible à la fois à la teneur et à la longueur de la fibre (chènevotte) additionnée. Une étude plus complète doit gérer ces deux paramètres pour concevoir des mortiers modifiés optimales.

Colinart & al (Colinart, Glouannec et al. 2012) dans leur étude sur l'influence du processus de réglage de la pulvérisation et la formulation sur le séchage du béton de chanvre montrent que le processus de réglage de la pulvérisation est plus approprié pour obtenir un séchage plus rapide du béton modifié par le chanvre. Les mêmes auteurs concluent que la cinétique de la diffusion de l'humidité est découplée de la perte globale de poids pendant le durcissement.

Une tentative de réduire l'effet de l'absorption de l'eau en utilisant le processus de réglage de la projection est illustrée dans le travail d'***Elfordy & al*** (Elfordy, Lucas et al. 2008). Les auteurs démontrent la possibilité d'obtenir de meilleures performances mécaniques avec une grande densité de chanvre dans le béton modifié.

Toutes ces études montrent que la modulation de la teneur du chanvre doit tenir compte de l'équilibre entre les propriétés recherchées (isolation thermique par rapport à l'intégrité structurelle). La teneur et les dimensions de la fibre sont de loin les paramètres de réglage les plus importants pour moduler les propriétés des composites cimentaires (Li, Wang et al. 2006, Hamzaoui, Guessasma et al. 2014).

Li & al (Li, Wang et al. 2006), dans leur étude sur les propriétés des composites de bétons renforcés par la fibre de chanvre, se sont penchés sur les variables suivantes : la méthode de mélange; la teneur en fibres par poids; la taille agrégée; et la longueur de la fibre, et leurs effets sur la compression et la flexion des composites. De plus, la densité et le taux d'absorption d'eau des composites ont également, été étudiés. Leurs résultats ont démontrés que la teneur en fibre de chanvre (par poids) est le facteur critique qui affecte les propriétés de compression et de flexion des composites de béton renforcés par la fibre de chanvre. Néanmoins, les différentes méthodes de mélange affectent les performances mécaniques et physiques des composites, la résistance à la compression du composite est plus faible par

rapport au béton conventionnel, quelle que soit la méthode de mélange utilisée. Le mélange humide a une influence plus positive sur les propriétés de flexion du composite.

Dans une étude expérimentale et analytique ; sur la microstructure et performance mécanique du mortier modifié à l'aide de fibres de chanvre et de nanotubes de carbone. ***Hamzaoui & al*** (Hamzaoui, Guessasma et al. 2014) ont remplacé la phase de ciment par des pourcentages différents de fibres de chanvre sèches ou humides. Ils ont dispersé les nanotubes de carbone dans la solution aqueuse. Leurs résultats expérimentaux montrent que les résistances à la compression et à la flexion sont plus élevées pour les mortiers modifiés avec des fibres humides qu'avec des fibres sèches. Que l'addition d'une concentration optimale de nanotubes de carbone, combinée avec le chanvre humide a un effet de renforcement qui se rapporte à une amélioration des forces de compression et de flexion.

I.2.8. Additifs pour de meilleures performances mécaniques

Même avec ces leviers en main, les performances mécaniques ne sont pas encore obtenues sans tenir compte de la modification chimique de la fibre elle-même, qui révèle davantage les propriétés de la cellulose. Outre le fait que ce traitement est coûteux, il tire en bas le processus vert associé.

Certaines contributions récentes suggèrent l'utilisation d'additifs pour assurer une meilleure durabilité et des performances mécaniques optimales des composites cimentaires modifiés par la fibre de chanvre (Hamzaoui, Guessasma et al. 2014, Walker, Pavia et al. 2014).

Pour ***Hamzaoui & al*** (Hamzaoui, Guessasma et al. 2014) l'ajout des nanotubes de carbones aux fibres de chanvre humides, a amélioré la compression et la flexion de 10% et 24%, respectivement, par rapport à la référence.

Quand à ***Walker & al*** (Walker, Pavia et al. 2014), ils ont constaté que l'ajout des pouzzolanes (GGBS (laitier de haut fourneau) et le métakaolin), comme liant à la chaux hydratée, dans le mortier chaux –chanvre, améliore la résistance à la flexion et donne une résistance à la compression similaire à celle du mortier chaux hydraulique-ciment à un an. Ceci s'explique, par le fait que, les pouzzolanes retiennent l'eau, ce qui engendre un processus d'hydratation plus lent.

Cette approche se révèle efficace pour les matériaux cimentaires purs. En effet, dans leur étude sur la microstructure du mortier de ciment avec nanoparticules, ***Li & al*** (Li, Xiao et al. 2004), en rajoutant des nano-Fe_2O_3 et nano-SiO_2 à leur mortier, ont constaté que les résistances de compression et de flexion des mortiers de ciment avec nano-SiO_2 et avec nano-Fe_2O_3 au 7ème et 28ème jour, étaient à la fois supérieures à celles du mortier de ciment sans additifs, avec le même ratio eau / liant. Les observations en microscopie électronique à balayage (MEB) ont également révélé que les nanoparticules n'agissaient pas seulement comme bouche-pores, mais aussi comme des activateurs pour favoriser l'hydratation, en réduisant le CaOH2 et pour améliorer la microstructure de la pâte de ciment si les nanoparticules étaient uniformément dispersées.

Hamzaoui & al (Hamzaoui, Bouchenafa et al. 2016) ont utilisé des poudres de cendres volantes modifiées par mécanosynthèse comme substituts dans une pâte de ciment. Les résultats de performances mécaniques liés aux pâtes de ciment modifiées indiquent une substitution réussie des ciments par des cendres volantes jusqu'à 50%. La substitution aboutit à des niveaux de résistance à la compression de 70 MPa pour une combinaison particulière de temps de broyage, de teneur en cendres volantes et de temps de durcissement.

Dans cette optique, notre travail consiste à étudier les performances mécaniques d'un mortier modifié en utilisant soit des fibres de chanvre ou de chènevotte, seules ou avec ajout

de matériaux nanostructurés, dans notre cas, des cendres volantes broyées par broyage à très haute énergie. Les variables du processus comprennent la variation de concentration et des longueurs de fibres de chanvre ou chènevotte combinés avec un contenu fixe de cendres volantes broyées. Les fibres de chanvre, la chènevotte et les cendres volantes sont utilisées en substitution du ciment. L'utilisation de cendres volantes de charbon dans la technologie du béton et mortier a attiré l'attention en raison de son rôle positif dans l'amélioration des performances mécaniques et la réduction des coûts dans les applications de génie civil. Dans la présente étude, tous les mortiers modifiés, y compris des formulations avec des cendres volantes broyées sont comparés. Les expériences de compression et de flexion sont effectuées, à cet effet et examinées jusqu'à 90 jours de durcissement.

Chapitre II

Matériaux & Méthodes

Introduction

Nous traitons dans ce chapitre, également, deux parties :

La première partie concerne le premier composite étudié, 100% Biopolymère, l'Amidon- Zéïne (AZ). Nous définissons ses deux composés, à savoir, l'Amidon et la Zéïne, comment les extraire, sous quelle forme nous les trouvons, et sous quelle forme ont été utilisé pour l'élaboration de notre composite par thermomoulage. Nous présentons sa caractérisation expérimentale. L'élaboration du composite (AZ) et sa caractérisation expérimentale ont été réalisé par H.Chanvrier lors de sa thèse sous la direction de D. Lourdin (Chanvrier 2004, Chanvrier, Colonna et al. 2005). Pour la caractérisation numérique (faite lors de cette thèse), nous présentons notre modèle d'endommagement appliqué au composite (AZ), l'implémentation des images obtenues par microscopie confocale à balayage Laser (MCBL), le traitement de ces images, le maillage et la géométrie utilisée.

La deuxième partie est consacrée aux : mortiers modifiés par des fibres naturelles, à savoir ; le mortier modifié par la fibre de chanvre et le mortier modifié par la chènevotte. Nous définissons les fibres utilisées, la fibre de chanvre et la chènevotte, la plante de chanvre dont elles sont extraites, la forme sous laquelle et avec quels pourcentages nous les

utilisons pour la confection de nos mortiers modifiés. Nous détaillons la caractérisation, de mortiers, selon les deux états ; à l'état frais, par la détermination de l'ouvrabilité par deux méthodes, la table à secousses et le maniabilimètre LCPC. Et à l'état durci, la caractérisation mécanique, par la détermination des résistances de flexion et de compression. Et la caractérisation structurale, réalisée par la diffraction aux rayons X (DRX), la spectroscopie (IR), l'analyse thermogravimétrique (ATG) et l'analyse thermique différentielle (DSC), qui ont été faites aussi à l'état durci à 7, 28 et 90 jours de durcissement. La première étude faite, était la détermination du mélange optimal par toutes les formulations réalisées. A cet optimum nous avons ajouté des nanostructurés (cendres volantes), obtenues par mécanosynthèse. Les nouvelles formulations ont été, également caractérisés à 7, 28 et 90 jours de cure. Nous présentons la reconstruction 3D de nos mortiers modifiés, qui a été possible, par le traitement des images obtenues par tomographie.

Partie II.1:

Composite 100% Biopolymère

II.1. Composite 100% biopolymère

II.1.1. Matériaux

Notre composite 100% biopolymères, que nous allons étudier est composé par deux biopolymères ; l'Amidon et la Zéïne, qui sont deux principaux constituants de la farine de maïs.

II.1.1.1. Amidon

L'amidon est le glucide de réserve majeur des plantes supérieures ; des végétaux et des algues. Les grains d'amidon sont très nombreux dans les divers organes de réserve ; graine, tubercule, bulbe et fruit. Il est présent dans le maïs, le blé et la pomme de terre, dont il est extrait, ainsi que dans beaucoup d'autres plantes: riz, orge, légumes secs, manioc, patate douce... et même dans la banane, l'arbre à pain. L'amidon est extrait de plus de 50 plantes, après extraction, il se présente sous la forme d'une poudre blanche insoluble dans l'eau à température ambiante. C'est un polysaccaride formé de l'association de deux polymères de glucose : l'amylose linéaire et l'amylopectine. Le ratio entre l'amylose et l'amylopectine dépend de la source botanique de l'amidon

Sa structure est à la fois cristalline et amorphe, la fraction amorphe contrôle la variation de volume du granulé grâce à sa capacité à absorber et libérer l'eau libre.

L'amidon pur est un blanc et inodore, il est insoluble dans l'eau froide ou l'alcool. La dissolution de l'amidon dans de l'eau chaude donne une pâte de blé qui peut être utilisée comme agent épaississant ou un adhésif. L'utilisation industrielle (non alimentaire) de l'amidon est principalement, dans la fabrication du papier comme adhésif, également pour la fabrication de colles, d'épaississants, de produits cosmétiques, de papiers ou de films et plastiques biodégradables. . (Chanvrier 2004, Jobling 2004, A.Gandini 2015)

- ***Amidon de Maïs***

L'amidon utilisé pour cette étude est l'amidon de Maïs. Le grain de maïs est essentiellement composé d'amidon et d'eau.

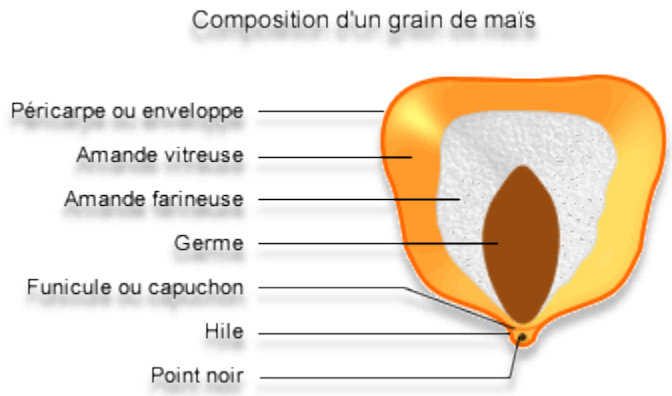


Figure II.1.1 Structure d'un grain de maïs.

La figure II.1. représente la structure d'un grain de maïs :

- La majeure partie du grain est constituée d'environ 75% d'albumen, qui est un tissu de réserve (blanc ou jaune), essentiellement composé de grains d'amidon; avec 50% d'amidon corné et 25% d'amidon farineux.
- 10 à 12% du grain représentent le germe, c'est une réserve pour la plantule. Il comprend l'embryon qui est riche en protéines, entouré du cotylédon riche en lipides.
- Les 5 à 6% du grain sont formés par le péricarpe, une fine membrane (incolore, rouge ou violette) translucide et fibreuse constituée de trois couches ; l'exocarpe, le mésocarpe et l'endocarpe.

II.1.1.2. Zéïne

La zéine est la protéine majoritaire (60%) dans le maïs, c'est une protéine hautement hydrophobe et insoluble dans l'eau. Elle appartient à la famille des prolamines et est divisée

en 4 classes (α-, β-, γ-, et δ-zéine). L' α-zéine représente 75 à 85% de la zéine). Les méthodes d'extraction de la zéïne sont basées sur ses propriétés de solubilisation dans différents solvants. Après extraction, la zéïne obtenue est une poudre blanche et inodore (Chanvrier 2004, Jbilou 2011).

C'est Gorham en 1821 qui fût le premier à extraire et à nommer la zéïne, qui est une protéine de réserve et constitue une source d'azote et de carbone pour le grain de maïs. La zéïne de maïs est l'une des premières protéines extraite de graine utilisée commercialement.

La zéine pure est incolore, inodore, sans saveur, dure, insoluble dans l'eau et comestible. Elle a fait l'objet de nombreuses études nutritionnelles. En 1985, la Food and Drug Administration l'a reconnue comme GRAS (Generally Recognized As Safe). Elle est actuellement utilisée comme enrobage pour bonbons, cacahuètes, fruits, pilules et autres aliments ou médicaments encapsulés.

Grâce à son caractère hydrophobe, la zéine présente un grand intérêt dans les propriétés des films obtenus sans aucun plastifiant. Pour cette propriété, la zéine est mélangée avec de l'amidon pour réduire sa sensibilité à l'eau.

Autre que dans le domaine alimentaire, la zéïne a été utilisée dans des enrobages, des encres et des fibres textiles. Maintenant, on la trouve notamment, dans le domaine des plastiques biodégradables

II.1.1.3. Composite Amidon-Zéïne (AZ)

Le mélange Amidon- Zéïne (AZ) nous donne une morphologie de type phase continue dans laquelle sont dispersées des particules, dont le comportement mécanique est semblable à celui de matériaux composites polymère / charge (Benezet, Stanojlovic-Davidovic et al.). A l'état vitreux, le matériau à base de farine ou de mélanges amidon - zéine est fragile, alors que

les constituants isolés sont ductiles, ce qui suggère un défaut d'adhésion entre amidon et zéine.

II.1.2. Elaboration

Le composite amidon-zéïne (AZ) que nous avons étudié a été élaboré lors de la thèse de H.chanvrier sous la direction de D. Lourdin (Chanvrier 2004). Nous rappelons dans ce qui suit les matériaux utilisés, le procédé d'élaboration et la caractérisation expérimentale du composite AZ.

II.1.2.1. Matériels

Les teneurs en eau seront toujours exprimées par rapport à la masse totale du produit, c'est-à-dire en base humide (b.h.). Les proportions des mélanges amidon-protéines sont exprimées en fraction massique, base sèche (b.s.).

- ***Amidon de maïs***

L'amidon de maïs utilisé est un amidon de maïs normal (Roquette Frères, France). Sa teneur en eau initiale est 13,5 % (b.h.).

- ***Zéïne***

La poudre de Zéïne utilisée est extraite du grain de maïs de (Fluka BioChemika, Allemagne). Sa teneur en eau initiale est 4 % (b.h).

II.1.2.2. Fabrication des matériaux

- ***Préparation préalable des poudres***

Afin d'obtenir des mélanges homogènes (amidon + zéïne), le mélange des farines composites se fait dans un pétrin de laboratoire. La fraction volumique de la zéine, Φ_z, est calculée à partir de la fraction massique, ω_z, selon la relation suivante :

$$\phi_z = \frac{\frac{\omega_z}{\rho_z}}{\frac{\omega_z}{\rho_z} + \frac{(1-\omega_z)}{\rho_a}} \qquad \text{(II.1.1)}$$

Avec ; ρ_z et ρ_a, la masse volumique de la zéine (~ 1,25 $g.cm^{-3}$) et de l'amidon (~ 1,48 $g.cm^{-3}$), respectivement.

La teneur en eau du mélange est ajustée à 26 % (b.h.) en ajoutant de l'eau, au goutte à goutte, au mélange. Les poudres hydratées sont conservées, par la suite, dans un récipient hermétique à 4°C pendant 24 h, afin de mettre en équilibre le mélange avant la transformation par traitement thermomécanique

II.1.2.3. Thermomoulage

Une presse à plateaux a permis de réaliser le moulage sous pression à hautes températures des différents mélanges. Dans un moule carré de 100 mm de côté et d'épaisseur 1 mm environ, 15 g de poudre est déposée, entre deux feuilles de téflon. L'ensemble est chauffé à 140°C durant 10 mn avec une pression de 20 MPa. Le refroidissement rapide, s'effectue par circulation d'eau dans les plateaux, à environ 7°C/mn. Une fois la température atteint 70°C les plateaux s'ouvrent. A l'aide d'un emporte-pièce, le film obtenu est découpé en des bandes de 10 mm de large.

II.1.3. Caractérisation expérimentale

II.1.3.1. Méthodes de caractérisation des matériaux

1- *Propriétés mécaniques*

Principe

Les propriétés mécaniques sont déterminées ; en compression, en flexion et en traction, et cela en mesurant la force qui résulte de l'application d'une déformation à vitesse constante sur l'échantillon. Aux courbes caractéristiques d'un échantillon peut être associé un comportement particulier, soit fragile ou ductile, avec seuil de plasticité ou non.

Mode opératoire

Les expériences ont été réalisées à l'aide d'un dynamomètre (Instron 1122) doté d'un système de mesures en flexion trois points et d'une cellule de mesure 0-100 N (Figure II.1.2). A l'aide d'un micromètre, l'épaisseur e, d'environ 1 mm, a été mesurée précisément pour chaque échantillon, dont la largeur est de 10 mm. Cet échantillon est ensuite déposé sur deux supports de 38 mm d'espace. La vitesse de descente de la traverse utilisée est de 20 mm/s. Le test de flexion, est réalisé jusqu'à la fracture de l'échantillon.

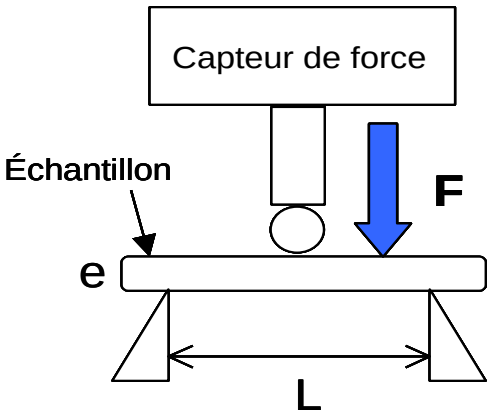


Figure II.1.2. Schéma du dispositif de flexion trois points

Données mécaniques

A partir des courbes expérimentales force-déplacement, sont déterminés, la contrainte et la déformation à la rupture, ainsi que le module de flexion.

La contrainte à la rupture σ (Pa), qui correspondant au maximum de la courbe, est calculée à partir des valeurs de la force mesurée F (N).

$$\sigma = F \cdot \frac{3L}{2e^2 h} \qquad \text{(II.1.2)}$$

Avec ; F: force (en N),

L: distance entre les deux supports,

h: largeur de l'échantillon,

e: épaisseur de l'échantillon.

La déformation S est déterminée au maximum de la contrainte, elle dépend des dimensions de l'échantillon et de la déformation à la rupture.

$$S = \frac{6de}{L^2} \qquad \text{(II.1.3)}$$

Avec ; d: déplacement (m).

Le module en flexion E (Pa) correspond à la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation, il est déterminé par:

$$E = \frac{\sigma}{S} = \frac{FL^3}{4e^3 hd} \qquad \text{(II.1.4)}$$

Pour chaque type d'échantillon, les mesures ont été réalisées sur dix éprouvettes et la valeur moyenne a été calculée. Les barres d'erreurs correspondent à un intervalle de confiance avec une probabilité de 0,95.

II.1.4. Caractérisations structurales

II.1.4.1. Microscopie confocale à balayage laser (MCBL) et analyse d'images

Principe

La microscopie confocale à balayage laser (MCBL) est une microscopie optique, de fluorescence, basée sur les propriétés de certains corps, qui éclairés par des radiations de longueurs d'onde données absorbent le rayonnement en émettant des radiations de longueurs d'onde plus élevées, dites de fluorescence. Un filtre d'arrêt permet de ne considérer que les radiations correspondant à l'émission de fluorescence. La lumière, apportée sous forme d'un rayonnement à une longueur d'onde précise, est focalisée sur une zone d'un plan donné de l'échantillon ; le plan focal (Figure II.1.3). Un diaphragme placé devant le détecteur, dans le plan focal conjugué, ne laisse atteindre au détecteur, que la lumière provenant du plan focal de l'objectif. Le microscope confocal à balayage laser se doit, quand il est mis au point sur une hauteur z, de ne pas être influencé par les couches situées au-dessus et en dessous. Une fois que le balayage selon les abscisses et les ordonnées est effectué, et qu'une image à deux dimensions est obtenue, le plateau contenant l'objet est déplacé d'un incrément dz, et le balayage recommence. Si les éléments présents dans un échantillon n'ont pas de fluorescence propre, la fluorescence peut être apportée par des marqueurs.

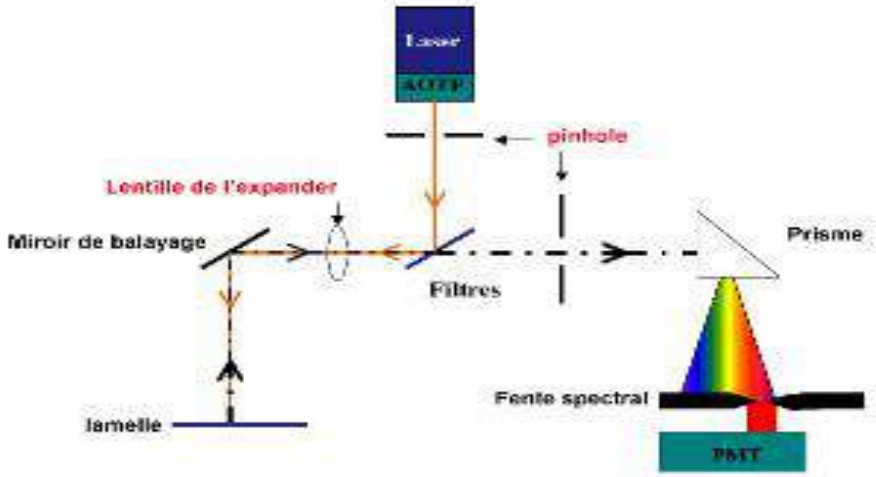


Figure II.1.3. Principe de la microscopie confocale à balayage laser**.**

Mode opératoire

- ***Marquage des protéines***

Comme les protéines n'ont pas de fluorescence, un marquage des coupes d'échantillons de 20 µm a été effectué ; en plaçant les coupes avec une goutte de fuchsine acide durant 5 min, puis elles ont été rincées deux fois délicatement à l'eau distillée.

La microscopie confocale a été faite avec le microscope inversé Zeiss LSM 410 Axiovert (Allemagne). Le laser vert HeNe (543nm) est utilisé pour exciter le fluorophore. Un filtre longue passe ne laisse passer que les longueurs d'onde supérieures à 570 nm, qui correspondent aux longueurs d'onde de l'émission de fluorescence du fluorophore. Les coupes sont observées entre lame et lamelle en présence d'eau, à l'aide d'un objectif à immersion dans l'eau de grossissement 40 fois (zoom 2, pinhole 9). Les images sont acquises en observant 20 plans de 1 µm tous les 1 µm. L'ensemble est scellé pour éviter l'évaporation.

II.1.5. Caractérisation numérique et implémentation des images

II.1.5.1 Introduction

Les solides composites sont des matériaux possédant des propriétés mécaniques spécifiques qui dépendent étroitement de leur structure et notamment des propriétés des phases.

Afin de comprendre la relation structure-propriétés mécaniques, il faut comprendre le transfert de charge dans le composite. Pour un composite à deux constituants avec adhérence parfaite entre phases, la contrainte dans le composite peut être calculée par (Hull D 1996)

$$\sigma_e = f\,\sigma_1 + (1 - f)\,\sigma_2 \qquad \text{(II.1.5)}$$

Avec ; σ_1 et σ_2 sont les contraintes moyennes dans les phases,

σ_e est la contrainte externe.

f est la fraction de la phase 1 dans le composite.

Lorsqu'une charge est appliquée sur le composite, le renfort supportera une grande partie de cette charge. Toutefois, si région entre les phases, à savoir, l'interface a de faibles propriétés, le transfert de charge sera altéré, ce qui va engendrer un décollement, une fissure ou un endommagement totale du matériau (Frogley MD 2003).

On comprend alors que les performances de nombreux composites sont sensibles à celles de l'interface. Il est important d'étudier cette région, afin d'optimiser les performances du composite.

L'étude du comportement des composites en présence d'interfaces imparfaites est un sujet d'actualité. L'effet interface limite beaucoup l'usage de certains composites dans des applications où la multifonctionnalité est requise.

L'endommagement est d'une importance cruciale dans les matériaux composites. Dans ces milieux hétérogènes, où plus qu'ailleurs les discontinuités de propriétés jouent un rôle déterminant dans la tenue mécanique du matériau. Plusieurs approches ont essayé de décrire l'évolution de cet endommagement à l'interface entre la matrice et le renfort. Les uns considérant l'endommagement brutal, dans lequel, on passe d'une interface parfaite à une interface complètement dégradée. D'autres, plus réalistes, ont essayé de décrire un endommagement progressive de l'interface jusqu'à la rupture totale (Benabou 2002).

Des études récentes (Guessasma, Benseddiq et al. 2010, Guessasma 2011) (Rjafiallah, Guessasma et al. 2010, Hbib, Guessasma et al. 2011) ont montrés qu'il est possible de prédire le comportement mécanique en présence d'effet interface pour des architectures complexes.

II.1.5.2. Modélisation numérique de l'interface

La déformation de l'interface est assimilée à une très fine couche de matériau élastique, intercalé entre la matrice et le renfort, appelée interphase. Cette interphase d'épaisseur évanescente se comporte élastiquement à travers deux rigidités, l'une dans la direction normale et l'autre dans la direction tangentielle.

De ce fait, nous simulons l'élasticité de l'interface, par des éléments ressorts. Ces éléments ressorts sont disposés entre la matrice et le renfort et ils constituent l'interphase. De surcroît, chaque paire de nœuds interfaciaux, appartenant respectivement aux surfaces de la matrice et du renfort en contact et initialement coïncidant, est définie, également, par deux éléments ressort, agissant dans les directions normale et tangentielle. (Figure II.1.4)

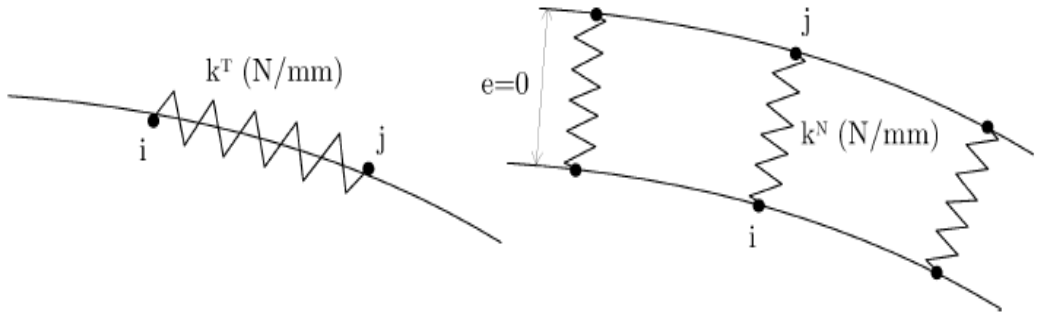


Figure II.1.4. Représentation rhéologique de l'interface (Benabou, Benseddiq et al. 2002).

II.1.5.3. Critère d'endommagement du type coulomb

Ce phénomène de rupture est comparable au mécanisme de frottement sec de type Coulomb, qui résulté de la combinaison des forces de frottement qui s'exercent entre deux solides en contact. Dans notre cas, la pression hydrostatique ; la force normale F_N qui les presse l'un contre l'autre, et le cisaillement ; la force tangentielle F_T, exercés sur l'interface.

Le critère d'endommagement local consiste à comparer les contraintes calculées en chaque point de l'interface à une résistance limite R, au-delà de laquelle la liaison se rompt.

La résistance maximale supportée par l'élément d'interface est alors**:**

$$\mathbf{R = F_N + \beta\ F_T} \qquad \text{(II.1.5)}$$

Avec β ; paramètre de couplage.

Dans les zones où la résistance R est supérieure à la condition (II.1.5), le renfort se décolle de la matrice, mais ailleurs l'interface continuera à jouer son rôle en assurant la transmission des efforts.

II.1.5.4. Modélisation par éléments finis

Afin de déterminer le comportement de notre composite et de savoir l'influence de la résolution sur ce comportement nous avons effectué une simulation numérique (sous ANSYS)

en utilisant les différentes images avec différentes résolution. Pour cela nous avons effectué les étapes suivantes :

1-Conversion des images

Les images 2D obtenues par microscopie confocale à balayage laser sont traitées à l'aide du logiciel du domaine public Image J. On leur effectue un seuillage, un filtrage, ainsi qu'une réduction de la résolution. Ces images sont par la suite converties en maillages éléments finis.

2-Définition des paramètres des matériaux

Les images binaires sont converties en éléments finis en utilisant le logiciel ANSYS.

Notre composite (AZ) est un carré de côté égale à 160 microns, il est composé de trois matériaux, à savoir, la matrice qui n'est autres que l'amidon, le renfort qui est la zéïne et l'interface entre ces deux matériaux.

L'amidon et la zéïne sont maillés avec des éléments PLANE 42, cet élément est utilisé pour une structure solide 2D, définit avec quatre nœuds, chaque nœud avec deux degrés de liberté. Le matériau est supposé élastique et isotrope.

L'interface est maillée avec des éléments COMBIN14 ; ce type d'élément est représenté par un ressort capable d'avoir un module longitudinal et transversal dans des applications 1D, 2D et 3D, c'est un élément qui n'a pas de masse.

Le tableau (II.1.1) représente les paramètres mécaniques des trois matériaux composants notre composites AZ.

Tableau II.1.1. Paramètres Mécaniques des différentes phases.

Amidon	Zéine	Interface
Module de Young E=2.62 GPa	Module deYoung E=3.00 GPa	Rigidité normale E_N= 0.1 GPa
Coefficient de Poisson PR= 0.35	Coefficient de Poisson PR= 0.35	Rigidité tangentielle E_T= 0.1 GPa

3-Facteur du maillage

Le maillage pris est : un élément correspondant à un pixel.

4-Déplacement

Le déplacement est une traction selon l'axe des X, le déplacement maximal imposé est de 0.6 microns qui représente 375 x 10^{-3} % de la taille de l'échantillon, avec une durée d'application de 0.6 secondes, un pas de 0.06 et une vitesse de 1 microns/s.

5-Critères d'endommagement

Le critère d'endommagement pris est le critère de coulomb (équation II.1.5).

$$\mathbf{R= F_N + \beta\ F_T} \qquad \text{(II.1.5)}$$

Si la force produite à l'interface est supérieure à la résistance de l'interface R, on désactive l'élément d'interface concerné. Cette désactivation se fait avec **EN=ET=0.**

6-Post-Traitement

Le résultat qu'on va obtenir est représenté dans un tableau avec 10 lignes (représentant 10 pas), et quatre colonnes. qui représentent :

- Le déplacement effectué Δl (micron).
- La force produite de l'interface (-x) **F-(N).**
- La force produite de l'interface (+x) **F+(N).**
- Le nombre des éléments désactivés.

- ***La contrainte σ (Mpa)*** est alors calculée par

$$\sigma = \frac{F_+ + F_-}{S} \qquad \text{(II.1.6)}$$

avec ; S (en micron)^2 la section

$$S = l_0 \times I \qquad \text{(II.1.7)}$$

l_0 = 160 microns, est la largeur de notre échantillon et **I** est l'unité d'épaisseur égale à 1 micron.

- ***La déformation*** est déterminée par :

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \qquad \text{(II.1.8)}$$

- ***Le pourcentage d'éléments désactivés*** est égal aux nombres d'éléments désactivés sur le nombre d'éléments d'interface initiale (qui est tiré de l'histogramme du niveau de gris de l'image de l'interface, qu'on avait déterminée au préalable avec Image J.

Partie II.2:

Composite Modifié par des Fibres Naturelles

II.2. Composite Modifié par des Fibres Naturelles

II.2.1. Introduction

Le mortier, un mélange de ciment de sable et d'eau, est le matériau le plus utilisé dans le monde, et connu pour ses hautes performances en compression. Dans cette étude, nous avons confectionné et étudié des mortiers modifiés par la fibre de chanvre ou de chènevotte.

II.2.2.Matériaux

II.2.2.1. Ciment

Le ciment est définit comme étant un liant hydraulique, c'est une matière pulvérulente qui, mélangée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit. Ce durcissement est dû à l'hydratation de certains composés minéraux.

Le ciment est obtenu par broyage et cuisson à haute température (1450°C), d'un mélange de calcaire et d'argile, appelé clinker, ce matériau granulaire est pour l'essentiel une combinaison de chaux, de silice, d'alumine et d'oxyde de fer.

Le clinker est composé de quatre phases minérales majeures, présentées dans le (Tableau II.2.1), dites Hydrauliques, cela signifie qu'elles ont la capacité de durcir et faire prise en présence de l'eau. Il comporte également de faibles quantités d'alcalis (Na_2O, K_2O), de faibles proportions de magnésie (MgO) et des traces de métaux lourds.

Tableau II.2.1 : Composition du clinker

Phases			Teneur (%)
Silicate tricalcique (Alite)	$3CaO.SiO_2$	(C3S)	50 - 70%
Silicate bicalcique (Bélite)	$2CaO.SiO_2$	(C2S)	15 – 30 %
Aluminate tricalcique	$3CaO.Al_2O_3$	(C3A)	2 – 15 %
Aluminoferrite tétracalcique	$4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$	(C4AF)	7 – 15 %

La notation cimentaire est indiquée entre parenthèses ; C : CaO, S : SiO_2, A : Al_2O_3, F : Fe_2O_3

1- Hydratation du ciment

Le mélange eau ciment donne une pâte de ciment, composée de phases solides hydratées et d'une phase liquide alcaline interstitielle imprégnant un réseau de pores et de capillaires.

- **Les principales réactions d'hydratation sont**

C3S: $2(3CaO.SiO_2) + 6H_2O \rightarrow 3CaO.2SiO_2.3H_2O + 3Ca(OH)_2$ (II.2.1)

C-S-H ***Portlandite***

C2S: $2\ (2CaO.SiO_2) + 4H_2O \rightarrow 3CaO.2SiO_2.3H_2O + Ca(OH)_2$ (II.2.2)

C3A: $3CaO.Al_2O_3 + 6H_2O \rightarrow 3CaO.Al_2O_3.\ 6H_2O$ (II.2.3)

Aluminate de calcium hydrate

$3CaO.Al_2O_3 + CaSO_4.2H_2O + 10H_2O \rightarrow 3CaO.Al_2O_3.CaSO_4.12H_2O$ (II.2.4)

Monosulfaoluminate de Ca

$3CaO.Al_2O_3 + 3CaSO_4.2H_2O + 26H_2O \rightarrow 3CaO.Al_2O_3.3CaSO_4.32H_2O$ (II.2.5)

Ettringite

Toutes les réactions se produisent simultanément.

L'hydratation du C3A est très rapide, et régulée par la présence du gypse qui évite un raidissement précoce de la pâte de ciment. L'hydratation du C3S est aussi rapide.

Quant aux C2S et C4AF, ils s'hydratent plus lentement.

Au début de prise, la viscosité de la pâte de ciment augmente brusquement, avec un grand dégagement de chaleur. Puis la pâte se transforme régulièrement et progressivement jusqu'à ce qu'elle devienne un bloc rigide, c'est le début du durcissement.

Le durcissement dure longtemps. Le CSH développe la résistance de la pâte de ciment, et représente 70 % de la matrice cimentaire durcie. La portlandite avec une teneur de l'ordre de 20 %, participe aux résistances à très jeune âge. 10 % de la matrice durcie, est représentée par les aluminates et les sulfo-aluminates de calcium hydratés (éttringite et monosulfoaluminates de calcium hydraté).

2- Réaction pouzzolanique

Le nom Pouzzolane est issu de Pouzzoles (ville située à l'ouest de Naples en Italie, près de Vésuve), d'où ont été extraites les premières pouzzolanes naturelles. Leur origine volcanique les rend riches en silice et en alumine. Il existe, également, des pouzzolanes artificiels, qui correspondent principalement à des co-produits industriels, fins ou broyés (cendres volantes siliceuses ou calciques, fumée de silice) et aussi (argiles et schistes, qui s'activent thermiquement).

Les pouzzolanes réagissent avec le ciment (l'hydroxyde de calcium) et forment des hydrates.

$$\text{Pouzzolane} + Ca(OH)_2 + H_2O \rightarrow \text{C-S-H} + \text{C-A-H}. \quad \text{(II.2.6)}$$

II.2.2.2 Cendres Volantes

Selon la norme NF EN 197-1, les cendres volantes utilisées dans le ciment doivent être : des co-produits de la combustion du charbon pulvérisé dans les centrales thermiques.

Elles sont obtenues par dépoussiérage électrostatique ou mécanique de particules pulvérulentes provenant du courant de gaz des chaudières, alimentées au charbon.

$$\text{Cendres volantes} + H_2O \rightarrow \text{C-S-H} + \text{C-A-H}. \quad \text{(II.2.7)}$$

Le tableau ci-dessous (Tableau II.2.2) représente la composition chimique des cendres volantes.

Tableau II.2.2. Composition chimique des cendres volantes en % massique.

S_iO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	K_2O	TiO_2	P_2O_5	SO_3	SrO	BaO
43.7	25.1	13.5	5.86	3.41	2.65	1.96	1.38	1.31	0.28	0.168

Les cendres volantes sont des matières de substitution du ciment. Elles sont d'importantes sources non carbonées de CaO, ce qui diminue la consommation la consommation du calcaire et les émissions de CO2. Leur combustion requiert une température plus basse, ce qui réduit la consommation de combustibles et les émissions de CO_2 (Abiola, 2014 #140)

II.2.2.3. Fibres de chanvre et de chènevotte

Le chanvre est extrait de la plante Cannabis sativa, une plante à croissance rapide, elle pousse à hauteur de 4 m sans produits agrochimiques et qui capte de grandes quantités de carbone. Elle est principalement cultivée en Chine et en Europe. Sa production mondiale est estimée à environ 120000 tonnes par an et la France est le plus gros producteur européen avec 65000 tonnes de paille pour une surface cultivée de 10000 hectares. Le rendement optimal de la fibre de chanvre est supérieur à 2 tonnes par hectare.

- ***Classement des fibres :***

Les fibres végétales peuvent être classées selon :

- ***Leurs sources :***
- Les plantes primaires : qui sont cultivées pour leur teneur en fibres.
- Les plantes secondaires : dans lesquelles les fibres sont un sous-produit de la plante.

- ***Leurs types :*** Cela dépend d'où elles sont extraites de la plante ; des graines (poils séminaux), de la tige ou du tronc (les fibres libériennes), de feuilles (foliaires), des fruits (enveloppes), du noyau, d'herbes et de roseaux, du bois et de racines.

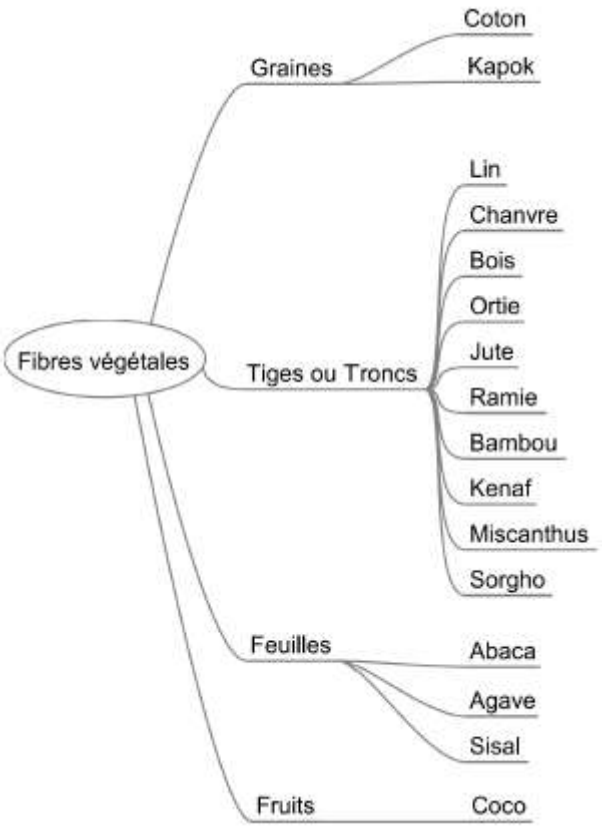


Figure II.2.1. Classification des fibres végétales en fonction de leur origine.

La tige de la plante de chanvre est constituée à l'extérieur d'un faisceau de fibres (la fibre de chanvre), de chènevotte, d'épiderme et d'un espace creux. La tige de chanvre peut atteindre une hauteur de plus de 4m dans de bonnes conditions de croissance (Thomsen, Rasmussen et al. 2005).

Une section transversale de la tige montre différentes couches ; la couche externe est recouverte d'écorce, appelée aussi l'épiderme (Thomsen, Rasmussen et al. 2005). L'intérieur de la tige de chanvre est constitué du faisceau de fibres et du bois, ce dernier représente la chènevotte, Figure II.2.2.a.

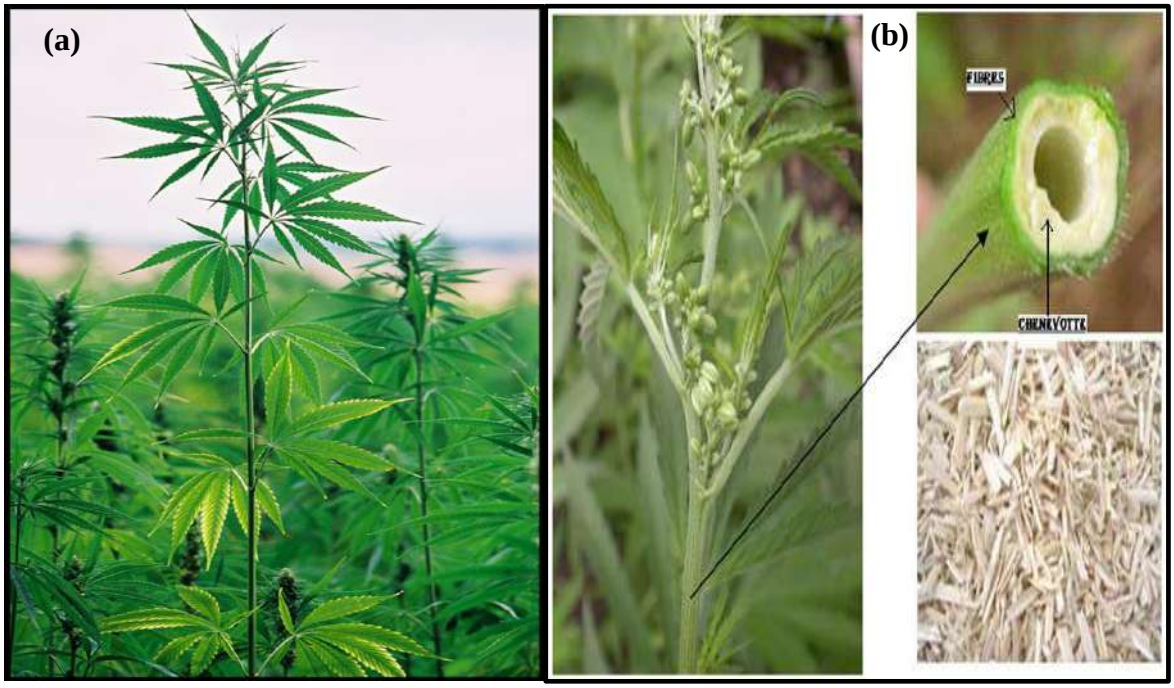
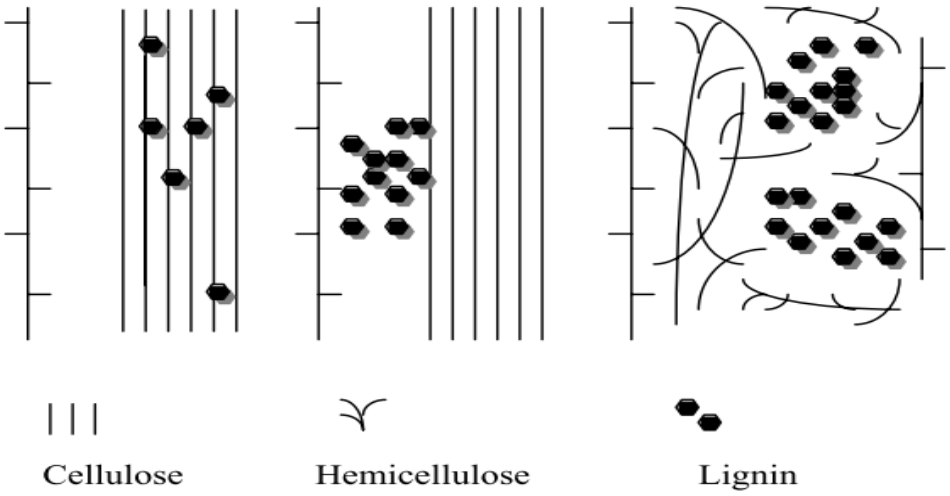


Figure II.2.2. Plante de Chanvre.

La tige du chanvre est creuse et se compose de plusieurs parties (figure II.2.2.b.). Le centre est vide et entouré du xylème (ou bois), lui-même entouré d'une écorce constituée principalement de fibres. La partie la plus jeune du bois située le plus près du centre est appelée moelle. Elle correspond à la partie non-encore lignifiée du bois. En effet, dans le processus de croissance de la plante, la moelle se lignifie pour acquérir sa résistance mécanique et former le bois.

Les fibres végétales se composent principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine et de faibles quantités de cire, et de minéraux (Figure II.2.3).



FigureII.2.3. Modèle structurel de la paroi cellulaire végétale.

Dans le chanvre, la répartition entre les composants est différente dans les fibres et la chènevotte. Le Tableau II.2.3 présente les différents composants de la fibre de chanvre et de la chènevotte.

Tableau II.2.3. Principaux composants de la fibre de chanvre et de la chènevotte en % massique (Thomsen, Rasmussen et al. 2005)**.**

	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
La fibre de chanvre	73 – 77	7 - 9	4 - 6
La chènevotte	48	21 – 25	17 - 19

Le chanvre produit de la chaleur, résiste à la moisissure, bloque la lumière ultraviolette et possède des propriétés antibactériennes naturelles. Les fibres de chanvre sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques. Les fibres courtes vont dans les produits isolants, les panneaux de fibres et les tapis anti-érosion, tandis que le noyau fibreux peut être mélangé avec de la chaux pour fabriquer du béton léger.

L'utilisation des fibres naturelles comme renfort à la place des fibres conventionnelles en dépit de leur forme et dimensions non régulières constitue un réel défi. Elles présentent de plus faibles performances comparées aux fibres synthétiques. (Tableau II.2.4.).

Tableau II.2.4. Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison des renforts conventionnels (Bledzki and Gassan 1999)**.**

Fibre	Densité (g/cm^3)	Allongement à la rupture (%)	Résistance à à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Module de Young Spécifique (GPa x cm^3/g)
Chanvre	1.14-1.51	1.6	500-900	30-80	20-57
Lin	1.20-1.50	2.7-3.2	345-1035	28-90	19-75
Sisal	1.45-1.50	2.0-2.5	67-63	4-22	3-15
Verre	2.50-2.60	2.5	2000-3500	70-80	17-32
Carbone	1.40-1.78	1.4-1.8	4000-5000	230-240	129-171
Acier	7.75-8.05	0.5-3.5	500-2000	200-210	25-27

II.2.3. Propriétés mécaniques

II.2.3.1. Résistance à la compression

Les études faites, jusqu'alors, sur les mortiers renforcés par la fibre de chanvre (Li, Wang et al. 2006, de Bruijn, Jeppsson et al. 2009, Awwad, Mabsout et al. 2012, Merta and Tschegg 2013, Hamzaoui, Guessasma et al. 2014) , ont constaté qu'en plus de varier, en fonction de la longueur et la teneur de la fibre de chanvre, la résistance à la compression du mortier modifié, diminue. Cette diminution peut s'expliquer, par la présence des pores entre l'interface fibre/matrice.

D'autres recherches (Hamzaoui, Guessasma et al. 2014) (Li, Wang et al. 2006), ont étudié l'effet de l'ajout de la fibre de chanvre sèche ou mouillée au mortier modifié, les résultats ont montrés que la résistance à la compression est meilleure pour les fibres de chanvres ajoutées, préalablement, trempées à l'eau. Toutefois, l'étude de Hamzaoui & al

(Hamzaoui, Guessasma et al. 2014) (Figure II.2.4) a montré, que l'ajout des nanotubes de carbone, améliore de façon significative la perte de la résistance de compression du mortier modifié, elle est de l'ordre de 11% et 26%, respectivement, pour le mortier modifié avec les fibres de chanvre préalablement trompées dans l'eau et le mortier modifié avec les fibres de chanvre sèches.

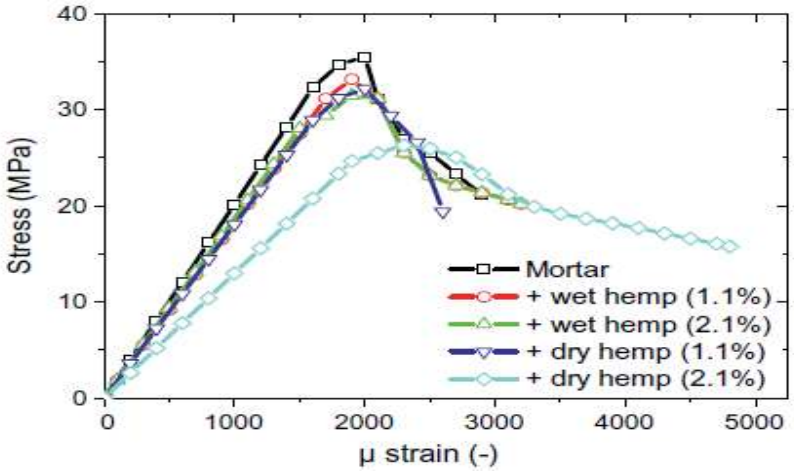


Figure II.2.4. Résistance à la compression du mortier modifié par la fibre de chanvre en fonction du pourcentage de la fibre mouillée et sèche (Hamzaoui, Guessasma et al. 2014).

Afin de compenser cette perte de compression pour notre mortier modifié par la fibre de chanvre, nous avons rajouté des matériaux nanostructurés (des cendres volantes).

II.2.3.2 Résistance à la flexion

La résistance à la flexion des mortiers modifiés par la fibre de chanvre est nettement plus grande que celle du mortier référence. Cette amélioration est de l'ordre de 16% dans l'étude de ***Hamzaoui & al*** (Hamzaoui, Guessasma et al. 2014) et de 25% dans l'étude de ***Sedan & al*** (Sedan, Pagnoux et al. 2008). .Cette augmentation est plus importante à 28 jours, ce qui peut s'expliquer par le fait que, l'interface entre les fibres et le matrice devient mure à cet âge (Awwad, Mabsout et al. 2012).

II.2.4. Broyage à très haute énergie (Mécanosynthèse)

Afin d'ajouter nos cendres volantes, nous les avons broyés en nanostructurés en utilisant le broyage à très haute énergie ou la mécanosynthèse.

II.2.4.1 Principe de la mécanosynthèse

Le broyage à très haute énergie des cendres volantes est réalisé par le broyeur planétaire à bille PM 400 (Figure II.2.5), qui est un broyeur au sol robuste, compact, avec 4 stations de broyage. Ces stations ne sont que des jarres ou bols disposés excentriquement sur la roue solaire du broyeur planétaire à billes. La roue solaire tourne dans le sens contraire à celui de la rotation des bols de broyage et ce, dans un rapport de (1/2 ou 1/2,5 ou 1/3). Les billes de broyage situées dans le bol sont perturbées par des forces de Coriolis résultantes de la superposition des mouvements circulaires. Les différences de vitesse entre les billes et les bols de broyage suscitent une interaction entre des forces de choc et de frottement libérant des énergies dynamiques. L'association de ces forces est garante du degré de broyage élevé et très efficace des broyeurs planétaires à billes.

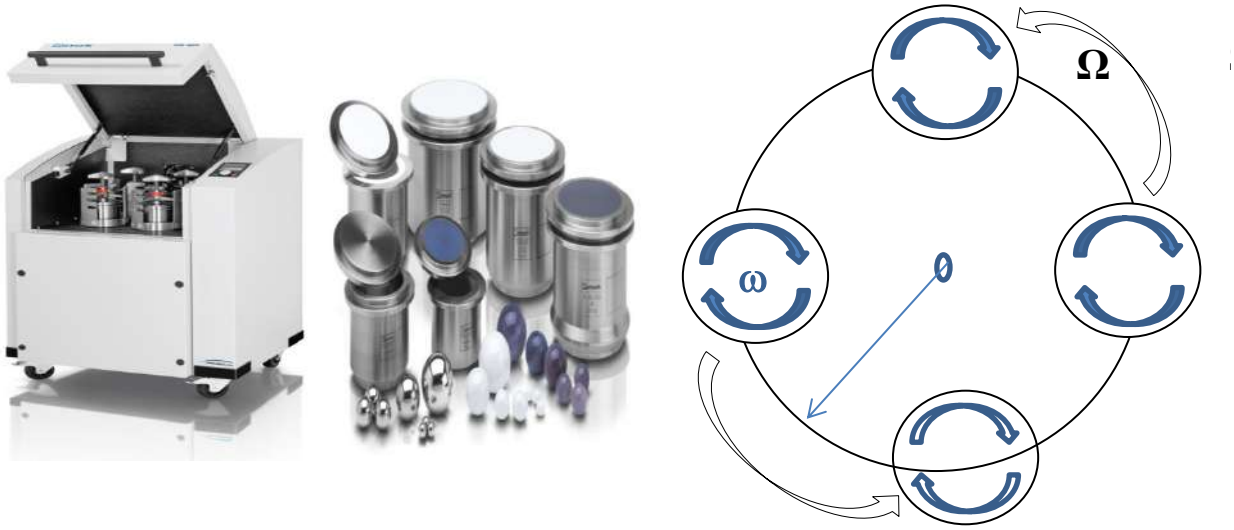


Figure II.2.5. Broyeur Planétaire à billes PM 400 et principe de fonctionnement.

II.2.4.2. Mode opératoire

Les cendres volantes en poudres nanométriques (Figure II.2.5), que nous avons utilisés ont été broyées dans le cadre d'une étude réalisée à l'ESTP - Paris (Hamzaoui, 2016 #9). Le broyage a été effectué par le broyeur planétaire à billes PM400 . Plusieurs paramètres ont été pris en compte :

1- ***Ratio bille/poudre***

C'est le rapport entre la masse de la poudre à broyer et la masse des billes de broyage dans le bol. Ce ratio influe sur l'énergie apportée aux billes. En effet, un grand ratio aura pour effet d'augmenter la proportion des balles dans la jarre ce qui augmente le nombre de collisions par unité de temps et l'énergie apportée à la poudre.

2- ***Vitesse de broyage***

Il est important de bien choisir ce paramètre, car la vitesse influe l'énergie apportée aux billes. La vitesse est proportionnelle à l'énergie, et également, proportionnelle à la température qui se dégage lors du broyage. L'augmentation de la vitesse augmente la température, ce qui peut être néfaste, car le processus de transformation va être accélérer, ce qui serait responsable d'une décomposition de solide sursaturé ou phases métastables. Les vitesses prises sont Ω = 400 tr/min et ω =800 tr/min.

3- ***Temps de Broyage***

Le temps de broyage pris a été varié entre 01h, 03h, 06h et 09h. La figure II.2.6. Nous montre les différentes poudres en fonction du temps de broyage (Hamzaoui, 2016 #9).



Figure II.2.6. Poudres de cendres volantes broyées à (0, 1, 3, 6 et 9) heures (Hamzaoui, Bouchenafa et al. 2016).

II.2.5. Elaboration des composites : mortiers modifiés

II.2.5.1. Matériaux de base

- ***Ciment***

Le ciment que nous avons utilisé est un CEM II/ B-M (L-S) 32.5R de Holcim. Sa composition est représentée dans le tableau II.2.5

Tableau II.2.6: Composition du ciment utilisé.

Constituants	Composition (%)
Clinker	65-79%
Laitier (S)	21-35%
Calcaire (L)	21-35%
Constituants secondaire	0-5 %

- ***Fibres de chanvre et de chènevotte***

Les fibres de chanvre et la chènevotte nous ont été fournies par l'INRA UMR FARE (fractionnement des agros ressources environnementale) de Reims. Les fibres sont naturelles et n'ont subi aucun traitement chimique.

Différentes tailles de fibres de chanvre et de chènevotte ont été utilisées, 01mm, 10 mm et 20 mm, avec différentes concentrations massiques ; 01%, 02% et 04%, nous sommes allé jusqu'à 10% pour la fibre de chanvre et la chènevotte de taille de 01mm.

Le mélange que nous avons utilisé est un mélange humide, qui consiste à tremper, au préalable, la fibre de chanvre et la chènevotte durant 15 à 20 minutes. Puis l'essorer et la sécher avec du papier absorbant avant de la peser. Le pourcentage en masse, de la fibre de chanvre et de la chènevotte, rajouté est substitué au ciment.

- ***Cendres volantes***

Les cendres volantes que nous avons utilisées sont obtenues par mécanosynthèse. Elles ont subi trois (03) heures de broyage. Leur densité est de 2,62±0,1, leur surface spécifique déterminée par BET est de 21,5 m^2/g. Nous additionnons 15% de cendres volantes broyées, en substitution du ciment, au mélange optimum.

II.2.5.1. Confection et conservation

Le mortier fibré est confectionné selon la norme européenne EN 196.1, qui préconise un rapport ciment/sable (C/S) de 1:3 et un rapport Eau/Ciment (E/C) de 1:2, ces rapports sont maintenus constants pour chaque mélange effectué et pour chaque pourcentage de substitution du ciment.

Dans le malaxeur PROVITEC (Figure II.2.7), Nous ajoutons nos fibres de chanvre ou la chènevotte, que nous avons au préalable fait tremper durant 15 à 20 minutes (a), en les éparpillant, à l'eau de gâchage (b), puis nous rajoutons le ciment, nous malaxons à petite vitesse durant 30 secondes. Sans arrêter de malaxer, nous rajoutons le sable normalisé, et toujours à petite vitesse durant 30 secondes, puis nous mettons à grande vitesse durant 30 secondes. Nous arrêtons le malaxeur, pendant 90 secondes, et nous remettons à grande

vitesse pendant 60 secondes (c et d). Notre mortier est prêt. Le tableau II.2.6 résume les différentes étapes de la confection.

Tableau II.2.7. Principe de la confection selon la norme EN 196.1.

Opérations	Ajout de l'eau	Fibre de chanvre ou chènevotte	Ajout du ciment	malaxer	Ajout du sable	malaxer	-	malaxer
Durée des opérations	-			30 s	30s	30s	90s	60s
Etat du malaxeur	Arrêté			Vitesse lente	Vitesse lente	Vitesse rapide	Arrêté	Vitesse rapide

Nous moulons notre mortier fibré, dans des moules 4 x 4 x 16, en polystyrène expansé, que nous avions huilés auparavant, nous les recouvrons avec une plaque de verre (e). Après 24h, nous les démoulons et les conservons dans des bacs remplis d'eau à une température de 20°C(f).

Dans un premier temps nous avons fait une étude du mélange optimum, le mélange qui a les meilleures performances mécaniques. Une fois cette étude réalisée, nous avons confectionné les autres mortiers avec addition de nanostructurés (cendres volantes).



Figures II.2.7. Confection des différents mortiers modifiés.

Pour les mortiers modifiés avec cendres volantes, nous rajoutons 15% de cendres volantes, en substitution du ciment, à notre mélange optimal MH12 et MS12 (avec une taille de fibre de 10mm et un pourcentage de 02%) (Tableau II.2.7.). Nous effectuons le mélange comme décrit précédemment, tout en conservant la même quantité d'eau (sans ajout de cendres volantes). Le tableau II.2.7 résume l'ensemble des éprouvettes confectionnées durant notre projet, avec les différentes combinaisons.

Tableau II.2.8. Eprouvettes confectionnées.

#	Hemp				Fly ashes	Number of samples	
	Fiber Hemp	Shiv	Length (mm)	Weight content (%)		Optimum 252	Mechanic 54
REF	-	-	-	-	-	12	-
REFA	-	-	-	-	X	-	9
REFS	-	-	-	-	-	-	9
MH01	X	-	1	1	-	12	-
MH02	X	-	1	2	-	12	-
MH03	X	-	1	4	-	12	-
MH04	X	-	1	10	-	12	-
MH11	X	-	10	1	-	12	-
MH12	X	-	10	2	-	12	-
MH13	X	-	10	4	-	12	-
MH21	X	-	20	1	-	12	-
MH22	X	-	20	2	-	12	-
MH23	X	-	20	4	-	12	-
MS01	-	X	1	1	-	12	-
MS02	-	X	1	2	-	12	-
MS03	-	X	1	4	-	12	-
MS04	-	X	1	10	-	12	-
MS11	-	X	10	1	-	12	-
MS12	-	X	10	2	-	12	-
MS13	-	X	10	4	-	12	-
MS21	-	X	20	1	-	12	-
MS22	-	X	20	2	-	12	-
MS23	-	X	20	4	-	12	-
MHFA	X	-	20	2	X	-	9
MSFA	-	X	20	2	X	-	9

***REF :** Référence ; **M**: Mortier; **H**: Hemp (Chanvre); **S**: Shives (Chènevotte); **FA**: Fly Ashes (Cendres Volantes)*

II.2.6 Caractérisation expérimentale

L'élaboration de tout nouveau matériau nécessite sa caractérisation complète pour connaitre ses caractéristiques et trouver des applications potentielles.

II.2.6.1 Essais à l'état frais

Des essais de maniabilité et d'ouvrabilité ont été effectués à l'état frais avec le Maniabilimètre LCPC et la table à secousses

1- ***Maniabilimètre LCPC***

Dans cet essai, nous mesurons le temps que met le mortier sous vibrations pour atteindre un repère gravé sur la face intérieure du moule (Figure II.2.8).

Le mortier est introduit dans la partie la plus grande délimitée par la cloison (a), et mis en place par piquage (b). La cloison est retirée provoquant la mise en route du vibrateur et le déclenchement du chronomètre. Sous l'effet de la vibration, le mortier s'écoule. Le chronomètre est arrêté quand le mortier atteint le trait repère (c). Ce temps sera d'autant plus court que le mortier est fluide.



Figure II.2.8. Essai d'ouvrabilité avec le maniabilimetre (LCPC).

2- ***Table à secousses***

Pour cet essai nous devons déterminer l'étalement en % de la galette obtenue du mortier démoulé d'un moule tronconique et ayant subi 15 chocs en 15 seconde (Figure II.2.9).

Le mortier placé et démoulé du moule tronconique (a) et (b), reçoit 15 coups en 15 secondes. On mesure le diamètre de la galette ainsi obtenue (c). L'étalement en % est donné par l'équation suivante :

$$E\% = 100 * \frac{D_f - D_i}{D_i} \qquad \text{(II.2.10)}$$

Avec D_i : Diamètre initial et D_f : Diamètre final

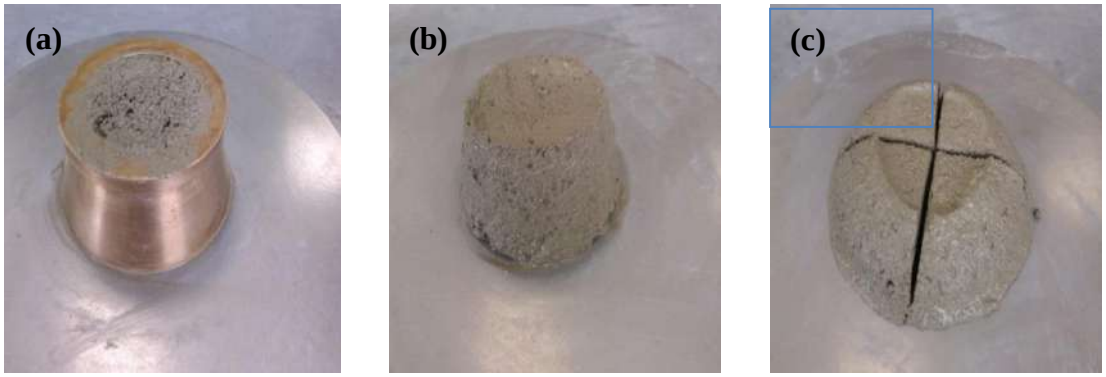


Figure II.2.9. Essai d'ouvrabilité avec la table à secousses.

II.2.6.2 Essais à l'état durci ; Essais mécaniques

Ces essais ont été réalisés à 07, 28 et 90 jours. Nous avons déterminé les caractéristiques mécaniques des différents mortiers modifiés avec les fibres de chanvre et chènevotte, avec et sans ajouts de nanomatériaux.

- ***Résistance à la flexion***

L'essai de flexion à trois points, est déterminé avec la machine MTS, 100 KN, une vitesse de déplacement de 0.5mm/s (Figure II.2.10.a). Les essais en flexion sont réalisés sur les éprouvettes 4x4x16, à 07, 28 et 90 jours. Un lot de trois éprouvettes est utilisé pour chaque essai et chaque type de mortier. Nous prenons la moyenne des trois résultats des trois éprouvettes.

- ***Résistance à la compression***

Avec la même machine MTS, nous réalisons les essais de compression (Figure II.2.10.b), avec les six demi éprouvettes, obtenues après l'essai de la flexion à trois points. Nous prenons, également la moyenne des six résultats, des six demi éprouvettes.



Figure II.2.10. Essais mécaniques, (a) Flexion, (b) Compression.

- ***Module de Young***

Les essais cités précédemment, nous ont permis de déterminer le module de Young. Qui n'est autre que la pente de la partie linéaire de la courbe de la contrainte en fonction de la déformation.

II.2.6.3. Analyse structurale et thermique

Une étude structurale a été réalisée pour nos différents mortiers et particulièrement, pour le mortier référence REF, et mortier référence avec ajout de nanostructurés REFA.

- ***Diffraction des rayons (DRX)***

C'est une technique de base pour la caractérisation des matériaux. La DRX permet de quantifier les phases cristallines de notre de matériaux.

- ***Principe***

On utilise le diffractomètre phaser Bruker D2 sous un mode de balayage continu avec un rayonnement Cu Kα (λ = 0.1541 nm). On prépare l'échantillon sous la forme d'une poudre aplanie dans une coupelle (Figure II.2.11). Un faisceau incident de rayons X est diffracté par l'échantillon à certains angles spécifiques, suivant la loi de Bragg équation (II.2.12). Les lignes sont mesurées dans la gamme 2θ (5-100) ° par pas de 0,02 pendant 10 s. Le logiciel utilisé pour l'évaluation est le DIFFRAC.EVA avec ICDD PDF2.

$$n\lambda = 2d\sin\theta \qquad \text{(II.2.12)}$$

Avec ; d = la distance entre deux plans cristallographiques ;

θ = le demi-angle de déviation ;

n = l'ordre de réflexion ;

λ = la longueur d'onde des rayons X.

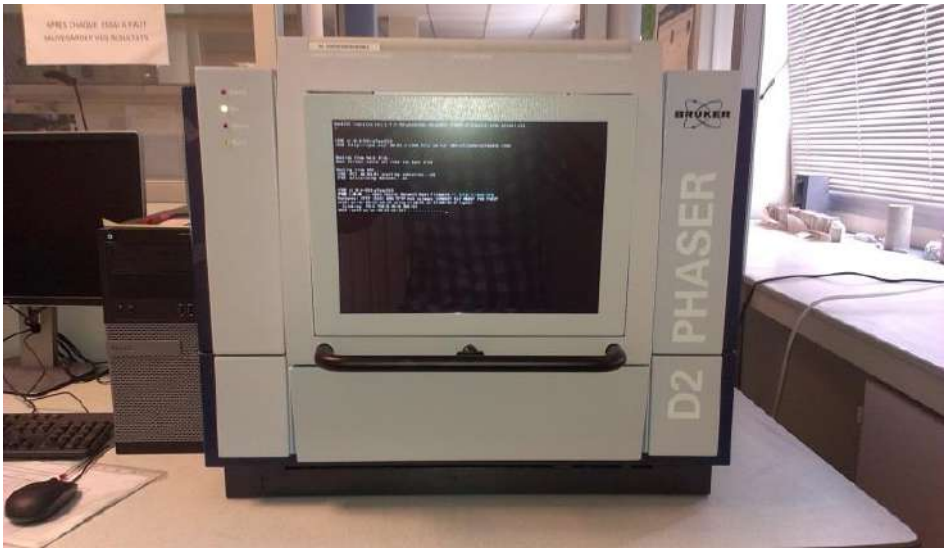


Figure II.2.11. Diffraction des rayons X

- ***Spectroscopie Infrarouge***

La spectrométrie infrarouge s'utilise principalement pour l'analyse qualitative d'une molécule en mettant en évidence la présence de liaisons entre les atomes (fonctions et groupements). Cette analyse nous donne la famille chimique (types de liaisons) sans donner d'information sur la composition.

Dans les molécules, les liaisons vibrent à une fréquence bien déterminée qui dépend des atomes de la liaison mais aussi de l'environnement de la liaison. Pour une fréquence donnée, ces liaisons rentrent en résonance : l'énergie apportée est alors consommée : les molécules absorbent et la transmission diminue. Si on représente sur un graphe l'évolution de la transmission en fonction de la fréquence, ou plus généralement, pour des questions pratiques, du nombre d'onde (la fréquence divisée par la vitesse de la lumière dans le milieu), on observe des variations. Chaque pic (chaque absorption) est donc caractéristique d'un certain type de liaison.

- ***Principe***

Pour la réalisation de l'essai, on dépose notre échantillon, préalablement broyé en poudre, sur le cristal en diamant (Figure II.2.12), et nous mesurons la diminution de l'intensité du rayonnement qui traverse l'échantillon en fonction de la longueur d'onde, ce qui correspond à la quantité d'énergie absorbée à chaque longueur d'onde. Cela se fait avec le spectroscope à transformée de Fourrier, accompagné du logiciel d'acquisition et de traitement des données OMNIC. On peut alors produire les spectres en absorbance ou en transmittance, et indiquer les longueurs d'ondes d'absorptions.



Figure II.2.12. Spectroscopie infrarouge.

- ***Analyse thermogravimétrique (ATG)***

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une méthode d'analyse thermique qui a pour objectif la caractérisation des matériaux par mesure directe de la variation de masse en fonction de la température dans une atmosphère contrôlée.

- ***Principe***

L'échantillon en poudre de notre mortier est pesé et mis dans un creuset (Figure II.2.13). Il est chauffé de 25°C jusqu'à 1100 °C, avec une vitesse de chauffe de 20°C/ min. Les résultats récoltés nous permettent de tracer le graphe de la variation masse- température.

L'ATG permet de quantifier les produits d'hydratation du ciment soumis à haute températures. Ils se décomposent en libérant de l'eau sous forme de vapeur et du dioxyde de carbone, pour différentes plages de températures. La calcite va se décarbonater en libérant le dioxyde de carbone et son eau à des températures très élevées.



Figure II.2.13. Analyse thermogravimétrique.

Une combinaison de la spectroscopie infrarouge et de l'ATG nous donne ***le diagramme de Schmidt.***

- ***Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)***

La calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry ou DSC) est une technique d'analyse thermique (Figure II.2.14). Elle mesure les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence (dans notre cas c'est de l'air). La DSC permet de déterminer:

- Les températures de transition vitreuse (Tg) des polymères et des verres métalliques.
- Les températures de fusion et de cristallisation.
- L'enthalpie de réaction pour connaître le taux de réticulation de certains polymères.

Les analyses sont réalisées sous balayage d'un gaz inerte, pour éviter toute réaction du matériau à étudier avec l'atmosphère du four.



Figure II.2.14. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

- ***Tomographie***

L'analyse de la μ tomographie à rayons X est effectuée pour quantifier les changements microstructurales sur les mortiers les plus performants.

- *Principe*

Le principe de la méthode et la polyvalence des applications se retrouvent dans d'anciennes études du groupe (Hamzaoui, Guessasma et al. 2014, Moussawi, Xu et al. 2014, Ayadi, Nouri et al. 2015). Cette technique repose sur la reconstruction 3D d'images radiographiques 2D acquises à différents angles de vision. La collecte des niveaux de gris est réalisée en fonction de la différence locale de densité des matériaux.

Dans ce travail, la tomodensitométrie X est considérée comme une alternative à la porosimétrie par intrusion ou à des techniques d'imagerie optique 2D pour la mesure de la teneur en porosité (Iucolano, Liguori et al. 2013, Hamzaoui, Guessasma et al. 2014). Elle est également utilisée pour observer l'arrangement de la fibre de chanvre à l'intérieur de la matrice cimentaire.

Les images sont acquises à l'aide du système UltraTom X-ray μ-CT (Figure II.2.15.), équipé d'une source de rayons X et d'une caméra CCD (résolution de 4000 × 2624 pixels). Un compromis sur la taille de l'échantillon et la taille du voxel (unité graphique dans l'espace tridimensionnel) est adopté. La distance à la source varie à cet effet entre 82 et 124 mm. Des échantillons presque cubiques sont imagés avec une taille typique pour le mortier modifié par la fibre de chanvre de 20 mm et environ le double pour le mortier modifié par le chanvre. Avec de tels échantillons, la taille du voxel est respectivement de 22,5 μm et 34 μm.

Les échantillons sont solidement fixés sur la table tournante à l'aide d'une pâte adhésive non intrusive. Les paramètres d'acquisition sont les suivants: source 230 kV, tension 90 kV, intensité 240 - 300 μA, filament W avec cible Mo, cadence 4, 8 images moyennes, de format

d'image de 16 bits. Pour couvrir 360 ° le long de l'axe de rotation, on utilise un total de 1440 images de contraste de phase. La durée d'acquisition est d'environ 35 minutes par échantillon. Les images 3D sont construites à l'aide d'une méthode de rétroprojection filtrée disponible comme routine dans le logiciel X-Act de Rx-Solutions



Figure II.2.15. Système de tomographie .Ultra-Tom X-Ray.

Le traitement d'image est effectué à l'aide du logiciel ImageJ de domaine public. En particulier, le contenu en phase et les distributions de taille des caractéristiques sont déterminés. Le traitement préliminaire comprend la conversion des images 16 bits en images binaires en définissant des valeurs de seuil appropriées pour les fibres et la porosité.

La teneur en phase volumique est déterminée en résumant des niveaux de gris blanc appartenant à la phase d'intérêt en utilisant :

$$f(-) = \sum_{i=1}^{N_X \times N_Y \times N_Z} \delta_i / (N_X \times N_Y \times N_Z) \quad \text{(II.2.13)}$$

Avec ;

$$\begin{cases} \delta_i = 1;\ g_i = 255 \\ \delta_i = 0;\ g_i = 0 \end{cases} \quad \text{(II.2.14)}$$

Ou N_X, N_Y, N_Z sont les dimensions dans les unités voxel du volume acquis dans les directions X, Y et Z, respectivement. δ_i est un opérateur Kronecker avec une expression de règle qui dépend du niveau de gris $g_i$de voxel i.

Le groupe isolé qui forme des artefacts est éliminé en utilisant une combinaison de dilatation et d'érosion. En raison de la teneur relativement faible en phase d'intérêt (porosité, phase de chanvre), une technique d'étiquetage 3D est utilisée à la place de la procédure de granulométrie (voir les références suivantes pour comparer l'issue de chaque procédure (Guessasma and Hedjazi 2012, Mamlouk and Guessasma 2013, Moussawi, Xu et al. 2014). Un critère de connectivité à 6 faces est utilisé pour isoler les fonctions 3D. L'étiquetage est instructif pour les descripteurs de forme et la taille des caractéristiques d'intérêt dans l'espace tridimensionnel. Cela rend également la séparation de ces fonctions accessible en fonction des opérateurs morphologiques.

Chapitre III

Résultats & Discussions

Composite 100% Biopolymères

Introduction

Nous traitons dans ce chapitre les résultats de notre étude numérique du composite 100% biopolymère l'amidon-zéïne (AZ). Nous avons choisi le critère de type Coulomb pour décrire l'endommagement au niveau de l'interface entre la matrice et le renfort. Il s'agit de calculer les contraintes, en chaque point de l'interface, et de les comparer à une résistance limite R, la résistance interfaciale, au-delà de laquelle la liaison se rompt, ou l'élément finis décrivant une unité d'interface est désactivé.

La résistance maximale supportée par l'élément d'interface est alors**:**

$$R= F_N + \beta\ F_T \qquad \text{(II.1.5)}$$

Avec β est un paramètre de couplage entre le cisaillement et la traction à l'interface, F_T est la composante de cisaillement et F_N est la composante normale de la force à l'interface.

III.1. Traitement d'images

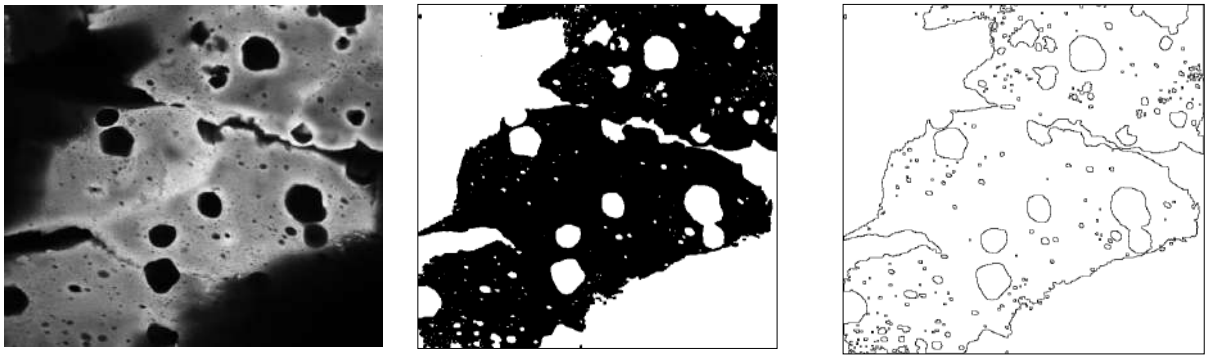
Les microstructures de nos composites amidon-zéïne AZ, avec différentes teneurs de phase, sont des images 2D, de résolution 512x512 pixels, obtenues par microscopie confocale à balayage Laser. La taille physique du pixel est de 0.3125 µm.

III.1.1. Binarisation et seuillage

Toutes les images 2D des microstructures étudiées ont subi une binarisation et un seuillage, qui nous a permis de déterminer les quantités des phases et d'interface (Tableau III.1.).

L'image de la structure AZ 15-85.a 04 représentée par la (Figure III.1.a) a été enregistrée sous le format 512x512, laquelle nous l'avons binarisée en effectuant un Seuillage avec le logiciel libre IMAGE J (Figure III.1.b), les deux phases, à savoir l'amidon et la zéïne ont été mis-en-évidence. Pour rappel, la nomenclature des échantillons adopte la logique suivante : A pour Amidon, Z pour Zéïne, 15 représente la teneur de zéine dans le mélange et 85 est la teneur de l'amidon. Ces teneurs représentent les pourcentages de phase précisées lors du procédé de mise en forme. Ils peuvent être différents du résultat d'analyse d'image du fait d'hétérogénéité des structures et de la représentativité des microstructures. Les phases d'amidon et de zéine apparaissent respectivement comme des phases blanches et noires.

L'image (Figure III.1.C) représente la microstructure de l'interface de ce composite AZ 15-85.



(a) **(b)** **(c)**

Figure III.1. Composite AZ 15-85a 04, (a) Image de la microstructure, (b) Image binaire, (c) Image de l'interface.

Le calcul des histogrammes des niveaux de gris des images (Figure III.1 a-c) nous a permis de déterminer le taux des différentes phases et d'interface. Ces histogrammes sont construits en comptant le nombre de fois qu'un pixel de niveau de gris donné apparait dans l'image.

Tableau III.1. Taux de phases et d'interface des structures étudiées AZ.

AZ	%Matrice	%Renfort	%Interface
15-85a04	41,40	58,60	3,92
15-85b04	82,85	17,15	2,47
50k006	70,35	29,64	7,33
50l005	70,73	29,27	5.00
50m006	63,87	36,13	6,41
50n003	66,28	33,72	5,31
50o007	71,14	28,86	4,93
70k007	82,72	17,28	4,44
70l006	81,20	18,79	4,09
70m005	85,94	14,06	3,74
70n003	77.00	23,01	4,30
70o003	89,53	10,46	3,35
70p005	90,88	9,12	2,84
85f005	93,32	6,68	1,62
85g003	87,70	12,29	2,61
85h003	95,94	4,05	1,30
85i004	92,86	7,14	1,30
85j007	95,02	4,98	1,34
95k006	97,13	2,86	1,10
95l006	96,34	3,65	1,35
95m007	98,07	1,93	0,84
95n006	98,21	1,78	0,55
95o003	98,28	1,722	0,50

III.2. Effet de la résolution

Une réduction de résolution nous fait perdre des détails et de l'information sur la structure, l'étude de l'effet de la résolution sur le comportement du matériau composite va être traitée dans ce qui suit. On opère généralement cette réduction pour diminuer les temps de calcul mais le risque de la représentativité de l'information structurale nous oblige à étudier ces effets de résolution:

La figure III.2. illustre l'effet de la réduction de la résolution sur la perte de détails structurels pour une microstructure présentant une teneur en surface de zéine autour de 59%. Lorsque la résolution diminue de 512 x 512 à 18 x 18, le contenu de la phase passe de 59% à 47%. Le changement de contenu de phase est d'environ 10%.

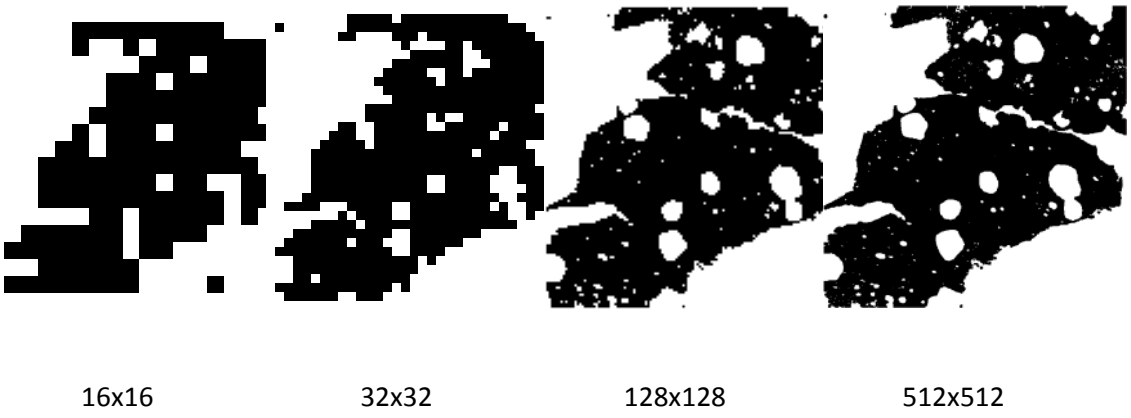


Figure III.2. Effet de la résolution sur l'arrangement microstructural pour une teneur en phase zéine de 59% (AZ-15-85a04)**.**

Le contenu de l'interface qui est mis à l'échelle par rapport à la zone d'image affiche une augmentation plus importante de 3% à 37% lorsque la résolution est abaissée. Il s'agit d'un effet énorme sur le contenu de l'interface par rapport au changement de contenu de phase qui est également observé pour les autres microstructures. Cet effet s'explique par l'approximation grossière de l'interface par de plus grandes unités d'interface, c.-à-d., que

la précision dans la description de l'interface se perd quand on diminue la résolution. La Figure III.3 démontre que la variation de la quantité d'interface est inévitable quand on diminue la résolution. Une exclusion donc des petites résolutions (en dessous de 128x128 pixels) est donc nécessaire.

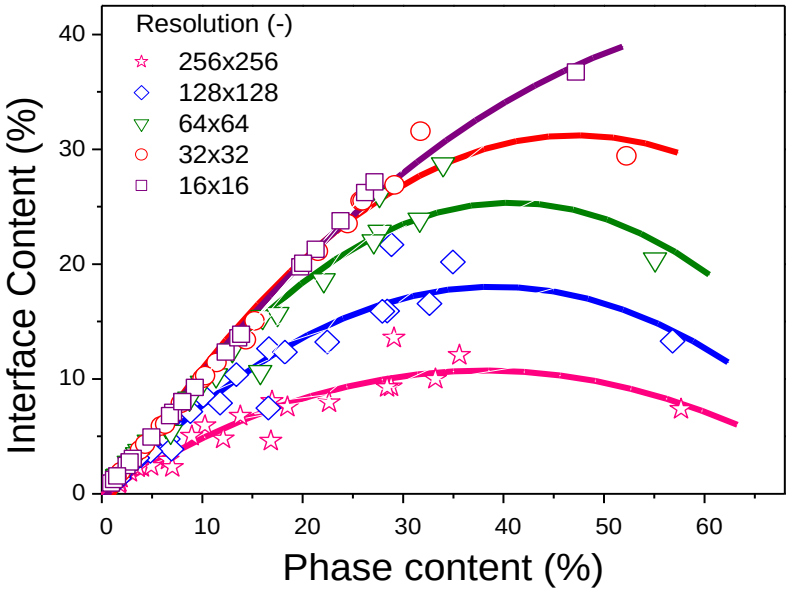


Figure III.3. Quantité d'interface, relation du contenu en phase en fonction de la résolution.

Le temps de calcul pour la microstructure AZ 15-85 a04, qui contient 59% de phase, pour la résolution 512x512 (Tableau III.2.) est énorme en comparaison avec les autres résolutions, d'où notre décision de faire tous nos calculs pour les différentes microstructures AZ avec des résolution moindres.

Tableau III.2. Temps de calcul en fonction de la résolution pour la microstructure AZ 1585a04.

Resolution	16x16	32x32	64x64	128x128	256x256	512x512
Temps de calcul (min.)	1	2	6	51	206	2156

La figure III.3. compile la variation du contenu de l'interface en fonction du contenu de phase pour 23 microstructures AZ. La tendance observée, indépendamment de la résolution, peut être considérée comme une fonction polynomiale où le contenu de l'interface augmente jusqu'à un contenu critique correspondant à la percolation de phase maximale. Au-delà de cette limite, le contenu de l'interface diminue parce que la phase secondaire forme des particules isolées entourées d'interfaces déconnectées. Nous dérivons ici une relation entre les contenus d'interface et de phase qui quantifie l'effet du traitement de thermomoulage sur la nature de l'arrangement de phase. Il est également utilisé ici pour étudier la sensibilité de la résolution de l'image. Nous utilisons à cet effet la taille du pixel comme indicateur du changement de résolution. Il s'ensuit que :

$$I = q_R \phi \left(\phi - \phi_0 \right) \qquad \text{(III.1)}$$

Avec I et ϕ sont le contenu d'interface et de phase. ϕ_0 et q_R sont les paramètres des fits ou régressions non linéaires.

En utilisant la propriété symétrique de la fonction de contenu d'interface (c'est-à-dire I=0 quand ϕ= 0 % ou ϕ=100%), ϕ=100% et donc seulement q_R dépend de la résolution.

Pour toutes les courbes testées de la Figure III.2.b., l'équation (III.1) présente un facteur de corrélation satisfaisant ($R^2=0.90 \pm 0.07$). La dépendance de q_R sur la taille des pixels peut être quantifiée en utilisant une approximation polynomiale de la forme (R^2 = 0,99)

$$q_R = 10^{-3} \left(-1.2 - 5.79 \delta \left(\mu m \right) + 0.71 \delta^2 \left(\mu m \right) \right) \qquad \text{(III.2)}$$

Avec δ la taille du pixel.

L'équation (III.2) quantifie l'effet de sous-résolution sur les quantités d'interface. Il apparaîtra plus tard que le travail avec une résolution plus élevée n'est pas possible en raison du temps de calcul déraisonnable attaché aux opérations d'éléments finis.

III.2.1. Endommagement et contrainte de déformation

L'évolution de l'endommagement qui correspond aux nombres d'éléments désactivés est représentée sur la Figure III.4. Sur la même figure, la réponse mécanique prédite sous la forme de courbe contrainte – déformation, est également, représentée en fonction de la résolution. Nous constatons que l'endommagement croit quand la résolution augmente, et sa progression est plus lente. Par contre quand la résolution diminue et avec elle la quantité d'interface, nous aurons une baisse de rigidité locale et une concentration de contraintes et l'endommagement, dans ce cas-là, est plus important. Cette tendance s'explique par la proportion la plus élevée des interfaces dans le cas des petites résolutions (comme démontré par la Figure III.2). Un élément désactivé pour une petite résolution génère un endommagement plus grand du fait de la taille élevée du pixel qui compose l'image.

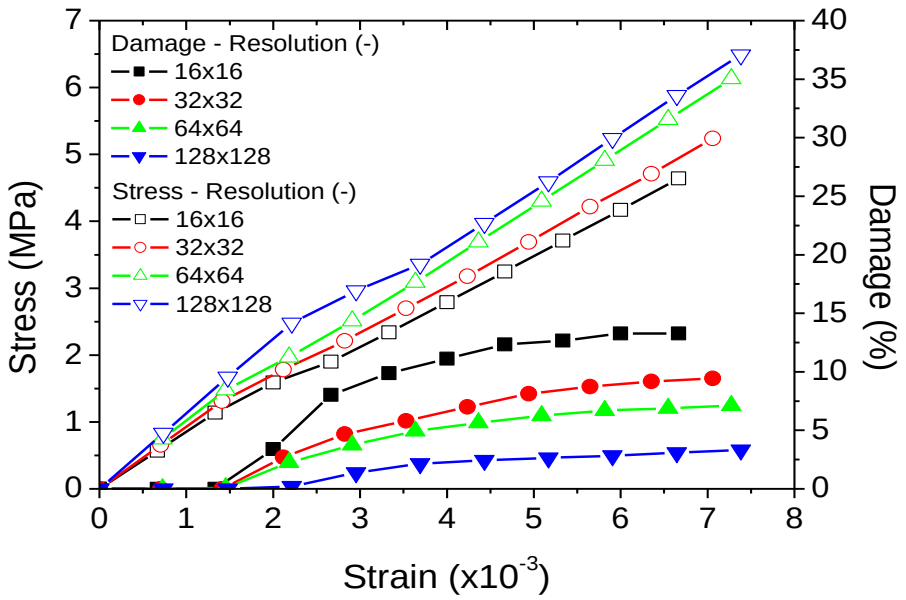


Figure III.4. Cinétique de l'endommagement et Contrainte de déformation en fonction de la résolution pour la microstructure AZ15-85 a04.

III.2.2. Calcul du champ des contraintes

A partir des calculs réalisés sur ANSYS, nous avons obtenus des grandeurs macroscopiques représentés par le taux d'endommagement, la contrainte moyenne en fonction du chargement. Dans cette partie, nous exploitons des résultats relatifs aux champs locaux, notamment les solutions nodales du déplacement suivant X et de la contrainte principale S1.

La Figure III.5. représente la composante de déplacement UX et de contrainte principale S1 pour différentes résolutions. Nous remarquons que les champs sont plus lisses pour les résolutions les plus élevées du fait de la description fine de l'interface par des éléments plus petits. Nous retrouvons l'effet des conditions aux limites imposées dans le calcul, à savoir un gradient dans l'axe X. Cependant ce gradient n'est pas constant du fait de l'hétérogénéité structurale manifestée par les phases et les interfaces. Nous remarquons également que la désactivation successive des éléments d'interface entraine un relâchement local qui est visible à différent endroit. Ce relâchement correspond à des variations rapides de couleurs vers le bleu (les niveaux de déplacement les plus bas) au niveau des interfaces. Ceci témoigne du fait que les interfaces ne transfèrent plus l'effort de la déformation entre le renfort et la matrice. L'effet de cet endommagement interfacial se traduit sur les champs de contraintes par une reconcentration des contraintes aux endroits proches des interfaces désactivés. Ce processus de relâchement de contrainte et concentration de contrainte progresse jusqu'à la rupture dans la microstructure.

Afin de comprendre comment le taux de phase influence l'évolution de l'endommagement, Il est intéressant d'étudier les champs nodaux ainsi que les réponses mécaniques pour un taux de zéine croissant. Cette analyse est proposée dans la section suivante.

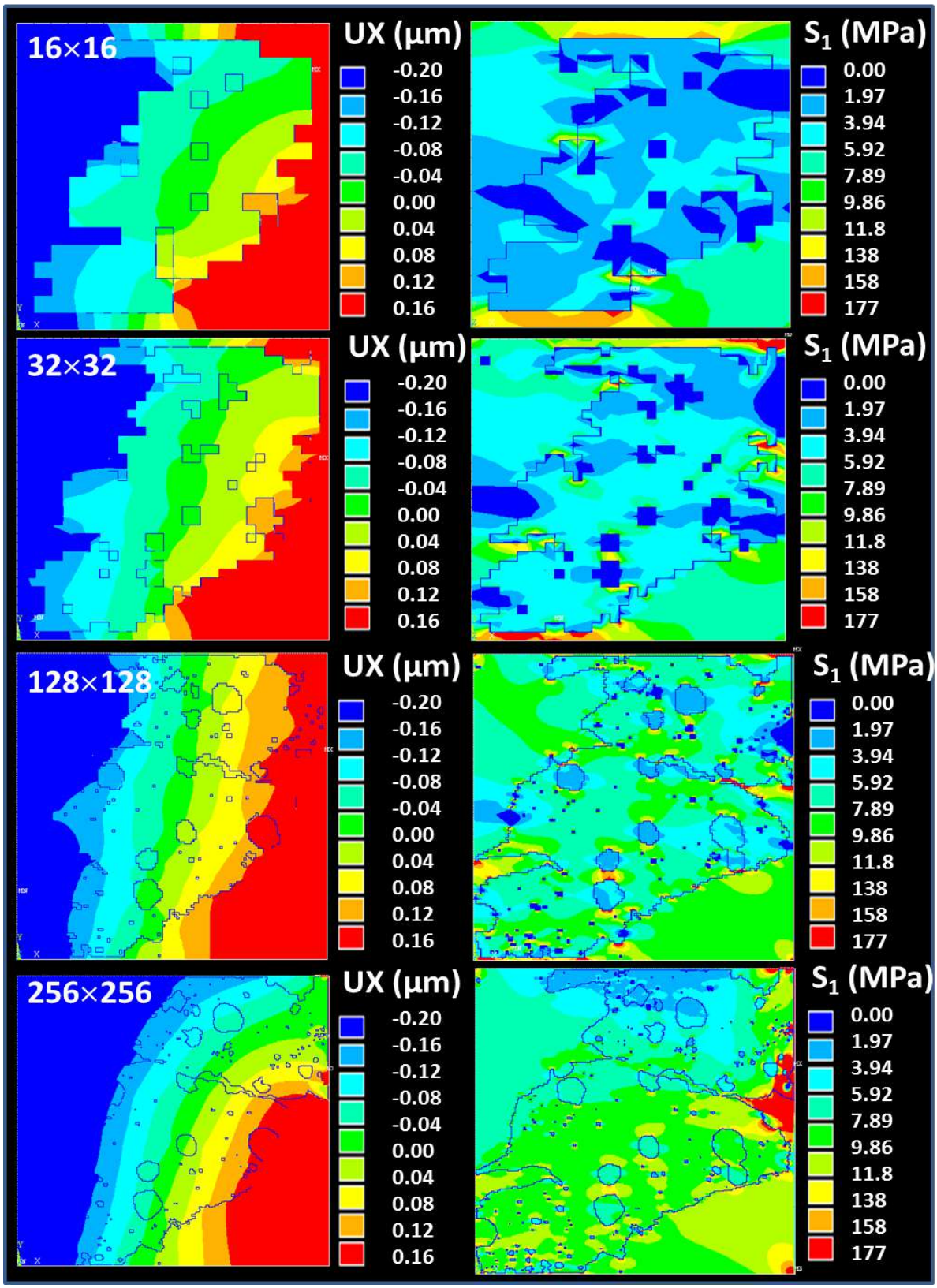


Figure III.5. (a) Déplacement UX dans la direction de chargement X et (b) Composante de contrainte principale S1 de la microstructure contenant AZ 15-85 a04 pour différentes résolutions.

III.3. Effet de la teneur en phase, de la force interfaciale et du coefficient de modulation du cisaillement.

Pour étudier l'effet de phase nous avons pris (04) microstructures, avec différentes teneurs en phase ; AZ15-85 a04, AZ 50l005, AZ 70o003 et AZ 85j007, avec un pourcentage en zéïne de : 59, 29, 10 et 4%, respectivement. Nous avons maintenu constants, la résistance R0 = 0.3 et $\beta = 0.5$.

Les Figures III.6 et III.7.a. montrent respectivement en fonction de la teneur de phase, l'évolution de la contrainte principale S1 et les courbes d'endommagement. Nous constatons que :

- La réponse mécanique du mélange avec 5% de zéine est la plus haute. Cependant, comme nous savons que la zéine a une rigidité plus élevée, cela semble en opposition avec les mélanges affichant un taux de zéine plus élevé. La raison en est qu'avec 5% de zéine, la quantité d'interface pouvant s'endommager est limitée, alors que pour des teneurs plus élevée, la rigidité de l'ensemble dépend non seulement des propriétés intrinsèques des phases mais également de la rigidité interfaciale. Comme les mélanges avec une teneur élevé de zéine retiennent une quantité plus grande d'interface, la rigidité du mélange baisse.

- Quand la phase est minoritaire, la quantité d'interface est également minoritaire. Cela veut dire que la progression de l'endommagement interfacial est limitée dans ce cas.

- Plus la phase augmente, la quantité d'interface augmente, jusqu'à atteindre le point de percolation pour la teneur 29%. Dès qu'on passe ce point de percolation, la matrice devient minoritaire. Cela explique que la réponse mécanique du mélange contenant 29% de zéine est la plus basse alors que celle contenant 59% est légèrement supérieure.

- L'endommagement interfacial passe par trois phases différentes : le déclenchement qui correspond au chargement à partir duquel des éléments désactivés apparaissent en quantité suffisante. La seconde étape est la croissance, qui est linéaire mais plus ou moins marquée par un changement d'inflexion lié à la troisième étape. Cette dernière correspond à la saturation du fait que tous les éléments d'interface potentiellement endommageables sont désactivés. L'ensemble de ces trois étapes explique la forme en S des courbes d'endommagement. On remarque que tous les éléments d'interface ne sont pas endommagés. Du fait de l'évolution de l'état de contrainte, les relâchements successifs ne permettent pas de reconcentrer assez de contraintes à des endroits particuliers. On peut évoquer ici l'analogie avec des fissures qui se propagent et dont les éléments derrières le fond de fissure ne sentent aucune contrainte.

La figure III.7 montre l'évolution des champs S1 pour des teneurs croissantes en zéine f_Z (de gauche à droite) en fonction du chargement e, (de haut en bas). L'évolution des champs montrent des cinétiques très différentes d'endommagement qui résulte du processus de désactivation. Au point de chargement final (e=0.38%), les microstructures déformées affichent des champs très différents ponctués par des concentrateurs de contraintes plus particulièrement pour f_Z =29%.

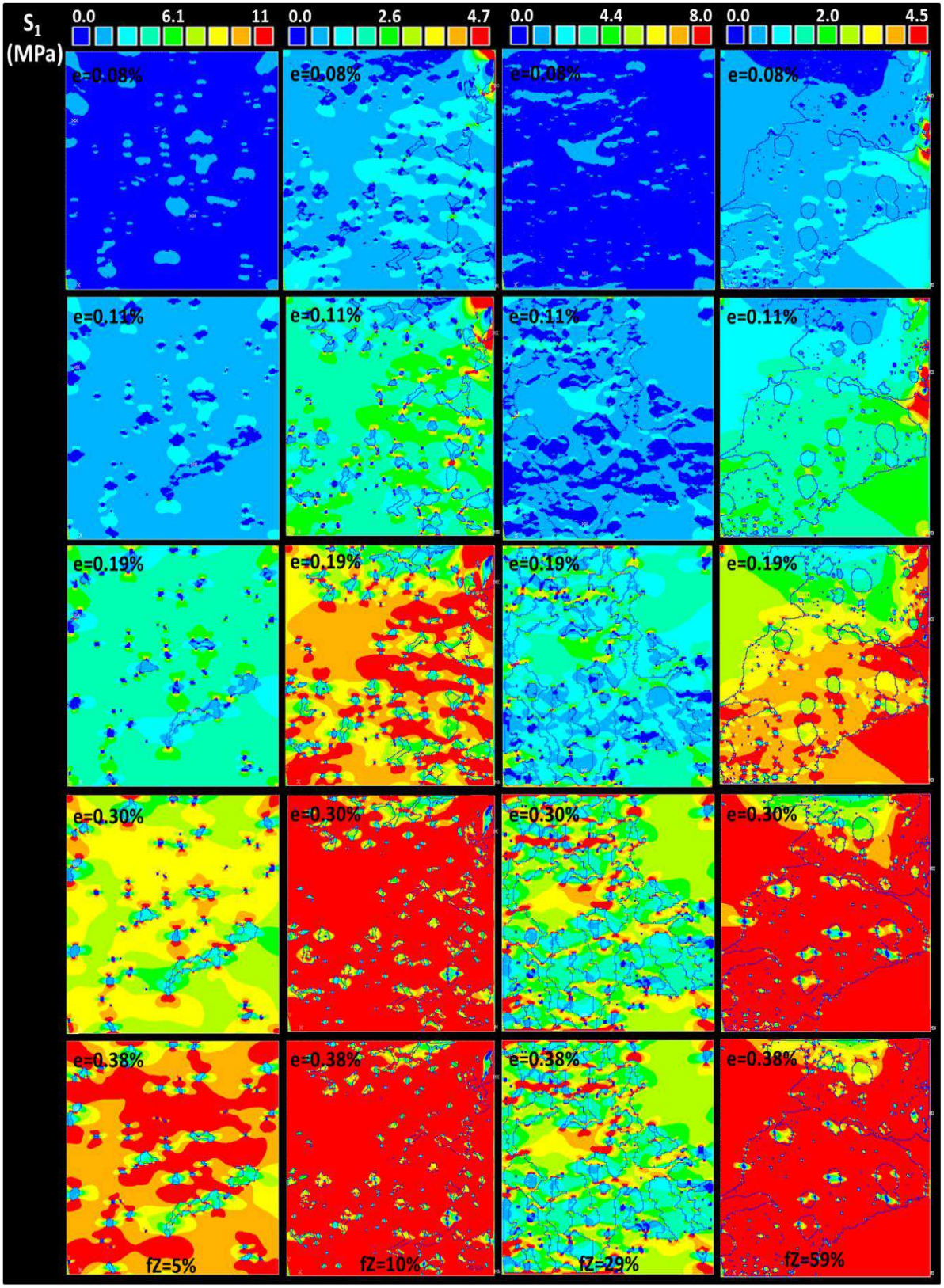


Figure III.6. Effet de la teneur de la phase zéïne sur l'évolution de la contrainte principale S1.

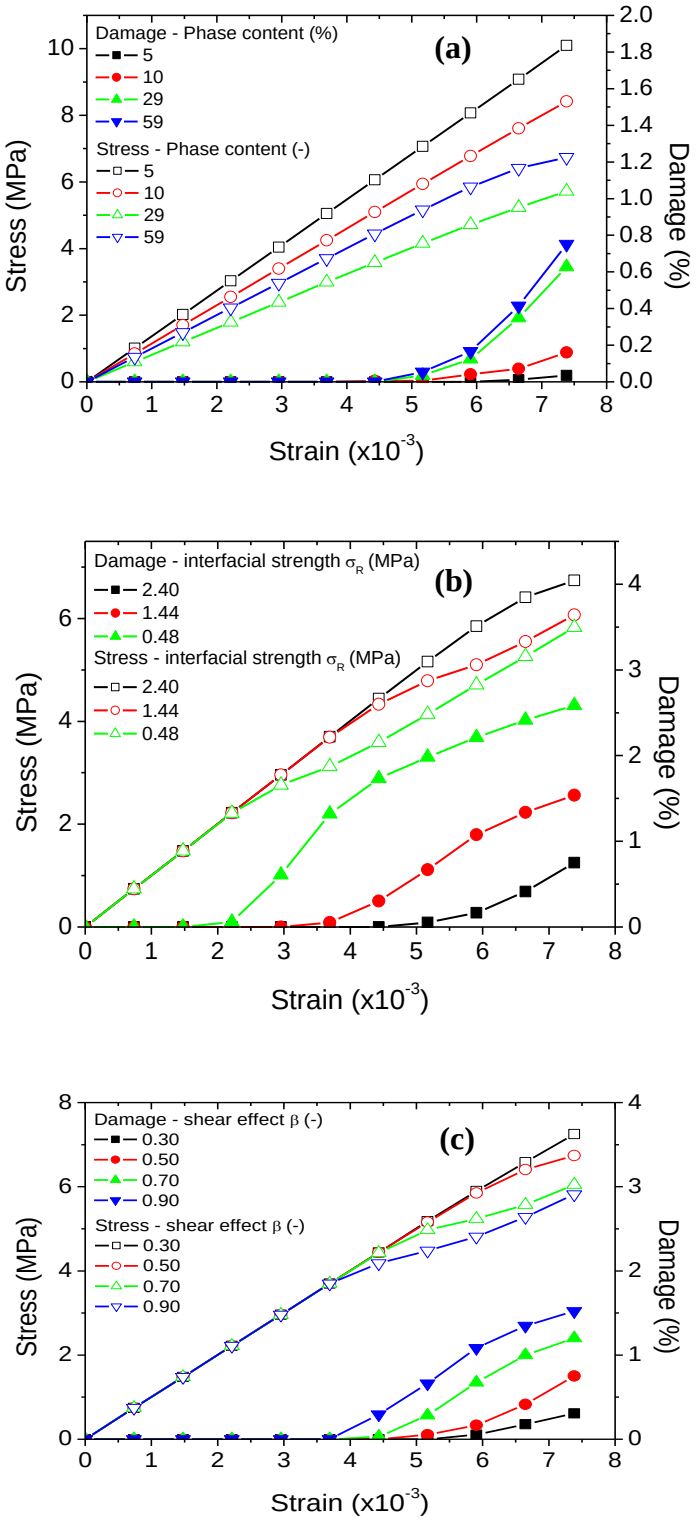


Figure III. 7. Effet du (a) Contenu de phasef_Z, (b) Force interfaciale σ_R et (c) Coefficient de modulation de cisaillement β _sur l'endommagement et la réponse mécanique de la microstructure de l'amidon-zéïne (condition de référence : $f_Z = 59\%$, $\sigma_R = 2.4\ MPa$, $\beta = 0.5$).

L'effet de la force interfaciale $\boldsymbol{\sigma_R}$ est représenté par la figure III.7.b. pour trois (3) valeurs de $\boldsymbol{\sigma_R}$; (2.40, 1.44 et 0.48) MPa. Nous constatons que plus la résistance interfaciale $\boldsymbol{\sigma_R}$ augmente plus l'endommagement est retardé. Ce paramètre de la loi constitutive a comme effet de déterminer le chargement à partir duquel un décrochement de la courbe linéaire s'opère.

Nous avons varié le coefficient de cisaillement $\boldsymbol{\beta}$ de 0.3 à 0.9 avec un pas de 0.2. Son effet sur l'endommagement est représenté par la Figure III.7.c. Plus $\boldsymbol{\beta}$ est grand et plus l'endommagement croit rapidement. Cela veut dire que dans le critère représenté par l'équation (II.1.5), donne plus de poids au cisaillement local. Cela démontre donc que l'endommagement par cisaillement local est le mécanisme le plus efficace pour obtenir une évolution rapide de l'endommagement. Dans la littérature, l'endommagement est souvent associé au cisaillement et rarement en traction sauf cas particulier quand les interfaces sont positionnées perpendiculairement à l'axe de chargement. Ceci est rarement le cas dans un composite à microstructure hétérogène.

La Figure III.8. corrèle le taux d'endommagement à la teneur en phase pour différent combinaison de paramètres d'endommagement impliquant la résistance interfaciale et le paramètre de cisaillement. Nous constatons que l'effet de percolation est très significatif ; le maximum d'endommagement, pour toutes les combinaisons, se trouve pour la teneur de phase de 29%.

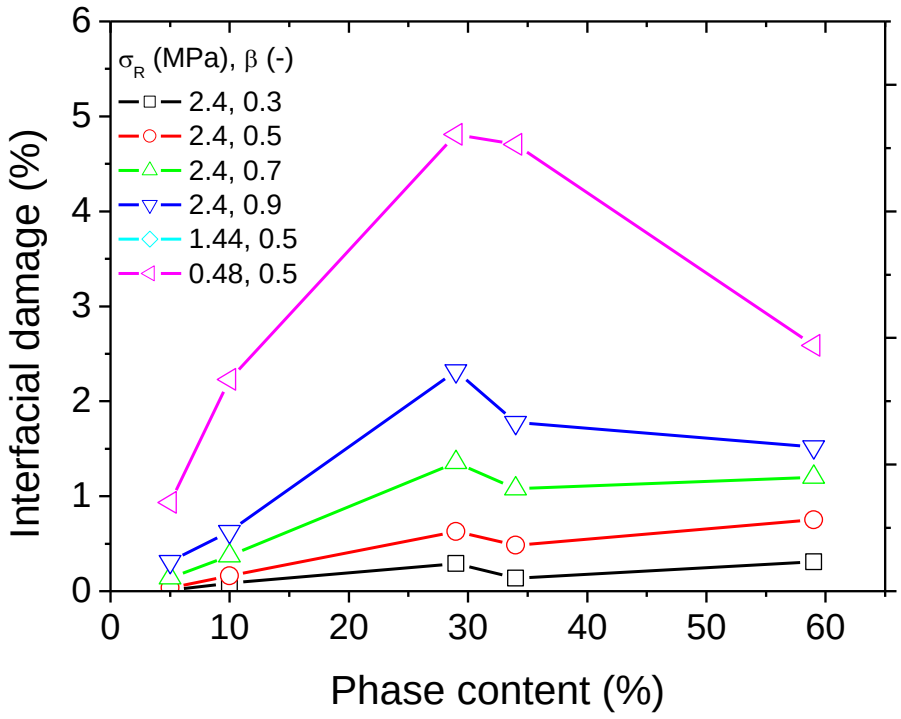


Figure III.8. Effet combiné du contenu de phase et des paramètres de l'interface sur le contenu d'endommagement à un niveau de charge (e = 0,3 %).

III.4. Identification

Les Figures III.9.a et III.9.b. présentent, respectivement, l'effet de la résistance interfaciale et du coefficient de cisaillement, sur la vitesse d'endommagement et le déclenchement de l'endommagement en fonction de la teneur en phase.

- La vitesse d'endommagement suit la même tendance que l'endommagement lui-même en fonction de la teneur en phase avec un pic marqué vers le point de percolation. Le déclenchement de l'endommagent suit lui une tendance différente qui peut s'approximer par une fonction linéaire ayant une pente négative. Plus la résistance $\boldsymbol{\sigma_R}$ est élevée, plus la vitesse d'endommagement est réduite et plus le déclenchement de l'endommagement est retardé. En ce qui concerne l'effet du

paramètre de cisaillement $\boldsymbol{\beta}$ illustré sur la Figure III.9b, la tendance s'inverse. Un critère de cisaillement fort permet d'augmenter la vitesse d'endommagement et de diminuer le seuil de déclenchement de l'endommagement.

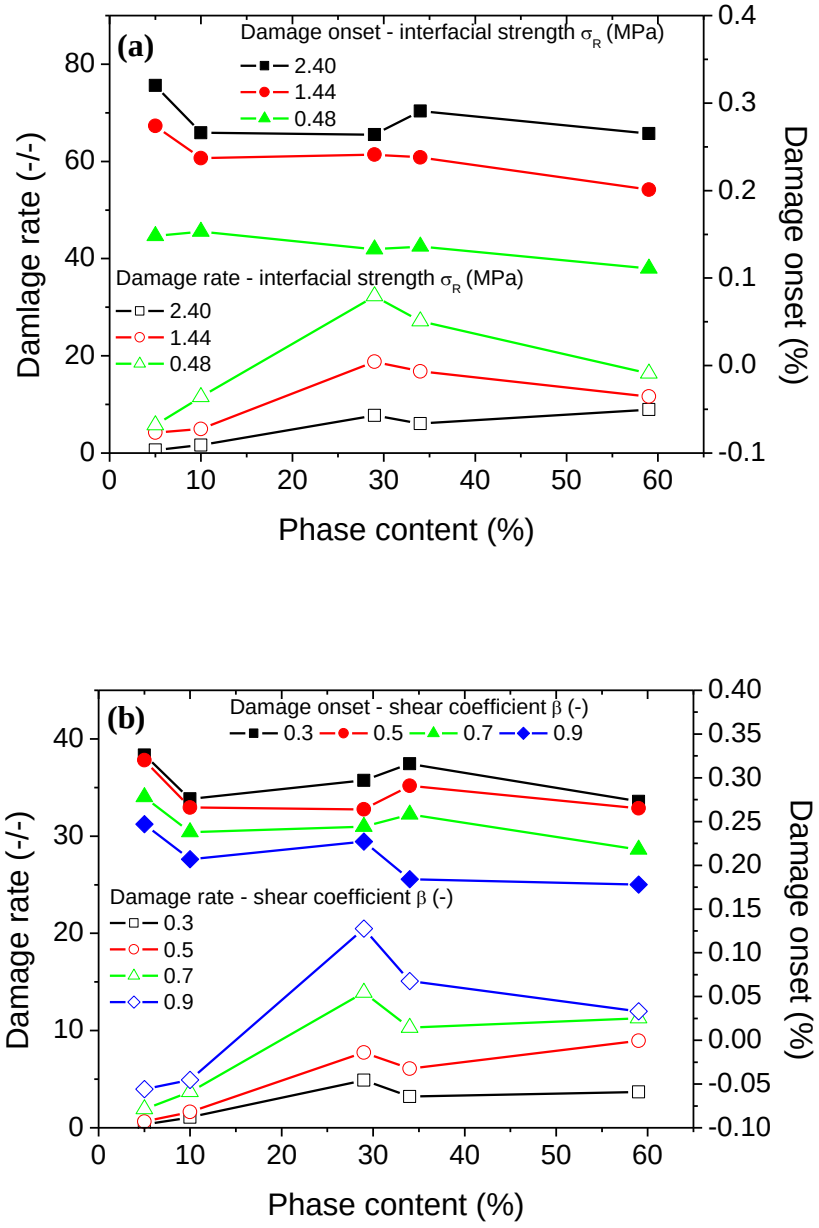


Figure III.9. Taux d'endommagement et chargement de départ en fonction de la teneur en phase. Effet de : (a) Résistance interfaciale et (b) Coefficient de cisaillement.

III.5. Conclusion

Le critère de coulomb, utilisé comme modèle d'endommagement dans cette étude, est efficace pour décrire l'endommagement au niveau de l'interface :

- Les deux paramètres; la résistance interfaciale $\boldsymbol{\sigma_R}$ et le coefficient de cisaillement $\boldsymbol{\beta}$ sont suffisants pour décrire l'endommagement à l'interface. Cela se traduit par une altération de la linéarité entre la contrainte et déformation et les courbes correspondantes affichent un comportement endommageable qui dépend de la loi constitutive mais qui est aussi influencé par la teneur en phase dans le mélange.
- L'effet de la résolution est non linéaire et ne peut être ignoré du fait de la modification des caractéristiques structurales.
- La morphologie des phases des microstructures AZ et leur comportement sont inhérents à la percolation. Cette percolation permet d'expliquer les courbes en cloche. L'étude de l'endommagement constitue ainsi un moyen efficace de déterminer la teneur en phase au point de percolation.

Chapitre IV

Résultats & Discussions

Composite Modifié par des Fibres Naturelles

Introduction

Dans ce chapitre nous allons voir les résultats des tests appliqués lors de cette étude sur les composites du génie civil confectionnés, à savoir le mortier modifié avec les fibres de chanvre/ ou de chènevotte, avec ou sans additions de coproduits nanostructurés obtenus par mécanosynthèse. Avant de commencer la conception ou l'élaboration de notre composite, nous avons fait une étude bibliographique qui nous a permis de déterminer les conditions du mélange, et les paramètres à étudier. Nous avons opté pour un mélange humide de la fibre de chanvre ou de la chènevotte, et avons varié les tailles des fibres de (1 jusqu'à 20) mm et des pourcentages massiques de (1, 2 et 4) %, en substitution du ciment, Nous sommes allé jusqu'à 10% pour les fibres de taille de 1mm.

Une fois les paramètres de confection fixés, nous avons élaboré notre mortier modifié avec un mélange humide et différentes tailles et teneurs de fibres, en substitution du ciment. Cette première étude nous a permis suite aux essais mécaniques effectués à 7, 28 et 90 jours de cure (à 20 °C et 100% d'humidité) de déterminer le mélange optimum.

Après la détermination de l'optimum, pour le mortier modifié avec la fibre de chanvre/ ou de la chènevotte nous avons fait l'étude sur des mortiers modifiés avec des cendres volantes broyées, en substitution du ciment à 15%.

Le tableau IV.1 résume la conception pour les différentes formulations réalisées lors de ce projet de thèse

Tableau IV.1. Etudes réalisées

	Nombre de moules	Nombres d'éprouvettes	Etudes réalisées
REF	4	12	***Détermination de l'optimum*** Avec un total de **252 échantillons**
MH01	4	12	
MH02	4	12	
MH03	4	12	
MH04	4	12	
MH11	4	12	
MH12	4	12	
MH13	4	12	
MH21	4	12	
MH22	4	12	
MH23	4	12	
MS01	4	12	
MS02	4	12	
MS03	4	12	
MS04	4	12	
MS11	4	12	
MS12	4	12	
MS13	4	12	
MS21	4	12	
MS22	4	12	
MS23	4	12	
REFA	6	18	***Etude mécanique sur les mortiers références et mortiers modifiés avec des nanostructurés (cendres volantes).*** Soit un total de **36** éprouvettes
MHFA	6	18	
MSFA	3	9	***Etude mécanique avec des nanostructurés (cendres volantes).*** Soit un total de **09** éprouvettes

IV.1. Détermination de l'optimum

Pour la détermination du mélange optimum parmi toutes les formulations confectionnées (tableau II.2.8), nous avons effectué des essais à l'état frais, pour la détermination de l'ouvrabilité ou la perméabilité des mélanges, et des essais mécaniques à l'état durci, de flexion et de compression à 7 et 28jours.

IV.2. Essais à l'état frais

L'ouvrabilité du béton ou du mortier dépend de la combinaison de plusieurs propriétés, y compris la plasticité, la cohérence, la cohésion et l'adhérence (Hirschi, Knauber et al. 2005, Hendrickx 2009). L'ouvrabilité du mortier modifié par la fibre a fait l'objet d'une attention particulière dans bon nombre d'études (Khayat and Roussel 2000, ACI 2001, ABQ 2005, Sahmaran, Yurtseven et al. 2005, de Oliveira and Castro-Gomes 2011).

Compte tenu de son importance pratique, il est généralement admis que les tests classiquement populaires tels que l'affaissement, l'essai d'écoulement, le viscosimètre VB, le test du facteur de compactage, …etc. ne sont pas aussi pertinents et exactes pour le mortier modifié par les fibres comme pour le béton ou le mortier simple. C'est essentiellement parce que la structure interne et les caractéristiques d'écoulement du béton ou du mortier renforcé par les fibres sont nettement différentes de celles du béton ou du mortier conventionnel, ceci est dû à la présence des fibres (Swamy and Jojagha 1982, Sachan and Kameswara Rao 1988, ACI 2001, El-Dieb and Taha 2012). Parmi les techniques classiques, les méthodes généralement utilisées pour mesurer l'ouvrabilité et la consistance du béton ou du mortier, renforcé ou modifié par les fibres, sont celles qui tiennent compte des effets des vibrations ou du choc (Rossi and Harrouche 1990, Ramakrishna and Sundararajan 2002, Graham, Huang et al. 2013).

Dans notre étude, la mesure de l'ouvrabilité est réalisée à l'aide du maniabilimètre LCPC et la table à secousses, ce qui est conforme aux restrictions mentionnées ci-dessus.

Bien que l'utilisation du maniabilimètre semble controversée surtout pour le mortier de maçonnerie (Alavudeen, Thiruchitrambalam et al.), cette méthode fournit, néanmoins, des informations utiles sur les différences de consistance à la suite de l'incorporation de la fibre de chanvre et de la chènevotte. L'origine de la controverse concerne l'ouvrabilité du mortier, évaluée à l'aide du mode de vibration alors que certains processus normatifs ne nécessitent pas de vibrations.

L'effet de la fibre naturelle sur la fluidité du mortier est sujet à débat. En fonction de la taille de la fibre et de l'excès de la teneur en eau, la fluidité peut être améliorée ou détériorée (Khayat and Roussel 2000, ACI 2001, ABQ 2005, Sahmaran, Yurtseven et al. 2005).

Il ressort clairement des résultats dans le tableau IV.2. que les fibres du chanvre et de chènevotte retardent l'écoulement du mortier.

La corrélation entre la teneur en fibres de chanvre f_f et le temps d'écoulement t_w suggère un effet exponentiel pour la plus petite longueur de fibre (d_f= 1mm). Cette corrélation peut être quantifiée en utilisant les expressions empiriques suivantes pour la chènevotte et la fibre de chanvre avec un facteur de corrélation également inclus (R^2).

Dans le cas des mortiers modifiés avec des fibres de chanvre, cela implique :

$$t_w(s) \approx 4 \times exp\left(0.33 \times f_f(\%)\right) \; ; \quad d_f = 1\,mm, \; R^2 = 0.97 \qquad \text{(IV.1)}$$

Pour les longueurs de fibres restantes (d_f> 1mm), une augmentation linéaire du temps d'écoulement est notée indépendamment de la longueur de la fibre.

$$t_w(s) \approx 4 + 4.25 \times f_f(\%) \; ; \quad d_f > 1\,mm, \; R^2 = 0.96 \qquad \text{(IV.2)}$$

L'ouvrabilité moyenne des mortiers modifiés avec la fibre de chanvre peut être analysée en tenant compte de l'unique rôle dominant du contenu en fibres.

$$t_w(s) \approx -11 + 16 \times exp\left(0.20 \times f_f(\%)\right) \; ; \qquad R^2 = 0.94 \qquad \text{(IV.3)}$$

Tableau IV.2. Ouvrabilité des mortiers modifiés par le maniabilimètre et la table à secousses

#	Ouvrabilité (maniabilimètre)	Ouvrabilité (Table à secousses)
	Temps d'écoulement (s)	Changement du diamètre (%)
REF	4.18	75.00
REFA	4.00	79.00
MH01	8.25	35.00
MH02	8.50	31.25
MH03	30.00	23.00
MH04	105.00	18.00
MH11	9.00	28.00
MH12	15.00	20.00
MH13	18.00	13.25
MH21	9.00	30.00
MH22	11.00	28.50
MH23	22.75	20.00
MS01	7.18	40.00
MS02	12.50	37.50
MS03	14.00	32.50
MS04	23.81	27.50
MS11	8.00	50.00
MS12	10.00	40.00
MS13	19	32.50
MS21	10.77	37.00
MS22	13.73	18.40
MS23	30.72	24.00
MHFA	-	22.00
MSFA	-	22.50

La fluidité du mortier en présence de la chènevotte fournit un scénario complètement différent de celui du chanvre (tableau IV.2). Ce qui donne une tendance linéaire en fonction de la teneur de la chènevotte f_s;

$$t_w(s) \approx 8 + 2.09 \times f_s(\%) \ ; \qquad R^2 = 0.94 \qquad \text{(IV.4)}$$

L'expression (IV.4) est valable pour toute longueur de la chènevotte testée.

Les résultats de la table à secousses pour le mortier modifié, suggèrent une décroissance exponentielle de la variation du diamètre du mortier (Δd_w) en fonction de la teneur en fibre de chanvre et de le chènevotte. Une tendance inférieure est observée lorsque la longueur de la fibre augmente.

Les formules suivantes peuvent ainsi être suggérées avec un excellent facteur de corrélation ;

$$\Delta d_w(\%) \approx 21 + 53 \times exp\left(-1.15 \times f_f(\%)\right) \ ; \qquad d_f = 1\ mm,\ R^2 = 0.96 \qquad \text{(IV.5)}$$

$$\Delta d_w(\%) \approx 19 + 56 \times exp\left(-1.76 \times f_f(\%)\right) \ ; \qquad d_f > 1\ mm,\ R^2 = 1.00 \qquad \text{(IV.6)}$$

L'ouvrabilité moyenne des mortiers modifiés par la fibre de chanvre, qui considère que l'effet de la teneur en fibre de chanvre produit le résultat du fit suivant :

$$\Delta d_w(\%) \approx 19 + 55 \times exp\left(-1.48 \times f_f(\%)\right) \ ; \qquad R^2 = 0.94 \qquad \text{(IV.7)}$$

Une formule similaire est obtenue pour les mortiers modifiés par la chènevotte, mais l'effet de la longueur de la chènevotte semble non linéaire. La diminution Δd_w est d'abord atténuée avec l'augmentation de d_s de 1 mm à 10 mm, puis Δd_w devient plus grande encore, pour d_s = 20 mm.

La forme globale de la fonction Δd_w, indépendamment de la longueur de la chènevotte est donc :

$$\Delta d_w(\%) \approx 30 + 44 \times exp\left(-1.13 \times f_s(\%)\right) \; ; \qquad R^2 = 0.8 \qquad \text{(IV.8)}$$

La comparaison entre les expressions ; (IV.7) et (IV.8), montre que l'ouvrabilité du mortier modifié par la chènevotte est plus affectée que celle du mortier modifié par la fibre de chanvre.

- ***Conclusion***

En conclusion, l'étude de l'ouvrabilité en utilisant le maniabilimètre LCPC suggère des mortiers modifiés avec des fibres de chanvre, plus fermes sous le mode de vibration. Le manque de fluidité s'empire lorsque la teneur en chanvre, ou chènevotte, augmente et des temps plus longs sont nécessaires pour atteindre le même niveau d'écoulement dans d'autres conditions. La fluidité des mortiers modifiés par la fibre de chanvre étudiés avec la table à secousses confirme le résultat précédent car le changement du diamètre de l'échantillon est inférieur par rapport aux mortiers modifié par la chènevotte. En outre, l'effet de la teneur en chargement semble être le facteur moteur de la modulation de l'ouvrabilité du mortier modifié par le chanvre ou la chènevotte. Des teneurs en chanvre supérieure à 2% en poids, entraînent une réduction significative de la possibilité de travailler. Ceci est confirmé par les tendances exponentielles plus particulièrement pour les mortiers modifiés par les fibres de chanvre. Nous pouvons l'expliquer par la teneur en cellulose qui est plus grande dans la fibre de chanvre que la chènevotte (Tableau II.2.4.). Comme tous les matériaux végétaux constitués en grande partie de cellulose, le chanvre est hydrophile, cette hydrophilie, associée à la structure capillaire des pores du chanvre, permet à l'eau de pénétrer dans le chanvre par capillarité. les granulats à base de cellulose forment des liaisons hydrogène avec l'eau grâce à

leurs groupes hydroxyles, et ces liaisons sont plus fortes que les liaisons entre l'eau et la matrice minérale.

IV.3. Essais à l'état durci

IV.3.1. Essais mécaniques

Les essais mécaniques utilisés dans notre étude, sont les essais de flexion et de compression à 7, 28 et 90 jours. Pour tous nos essais et pour chaque formulation, nous avons utilisé à chaque fois, trois (3) échantillons pour l'essai de flexion, et six (6) demi-échantillons pour la compression.

Les résultats des essais mécaniques après 28 jours de durcissement sont explorés sur les figures (IV.1 - IV.4) pour toutes les formulations.

IV.3.1.1 Effet de la longueur de fibre.

La Figure IV.1.a. présente l'effet typique de la longueur de la fibre de chanvre sur la réponse à la compression du mortier modifié pour une teneur en fibres de 2% en poids. La légère modification de la partie linéaire des courbes ne doit pas être associée à la rigidité, mais à la zone de contact entre la presse et l'échantillon. Aucune des formulations testées n'a conduit à une performance supérieure par rapport au mortier de référence. Le résultat le plus proche est obtenu avec MH22, qui se réfère à la plus grande longueur (d_f= 20mm). L'augmentation de la rigidité (E_C) et de la résistance à la compression (σ_C) est mise en évidence ici avec l'augmentation de la longueur de la fibre.

La Figure IV.1.b. illustre l'effet de longueur de fibre sur la réponse de flexion des mêmes mortiers modifiés pour une teneur en fibres de 2% en poids. Une plus grande rigidité (E_B) et une résistance mécanique (σ_B) sont obtenues avec la plus grande longueur de fibre.

Ce résultat confirme l'effet bénéfique de l'utilisation de grandes fibres de chanvre dans le mortier modifié.

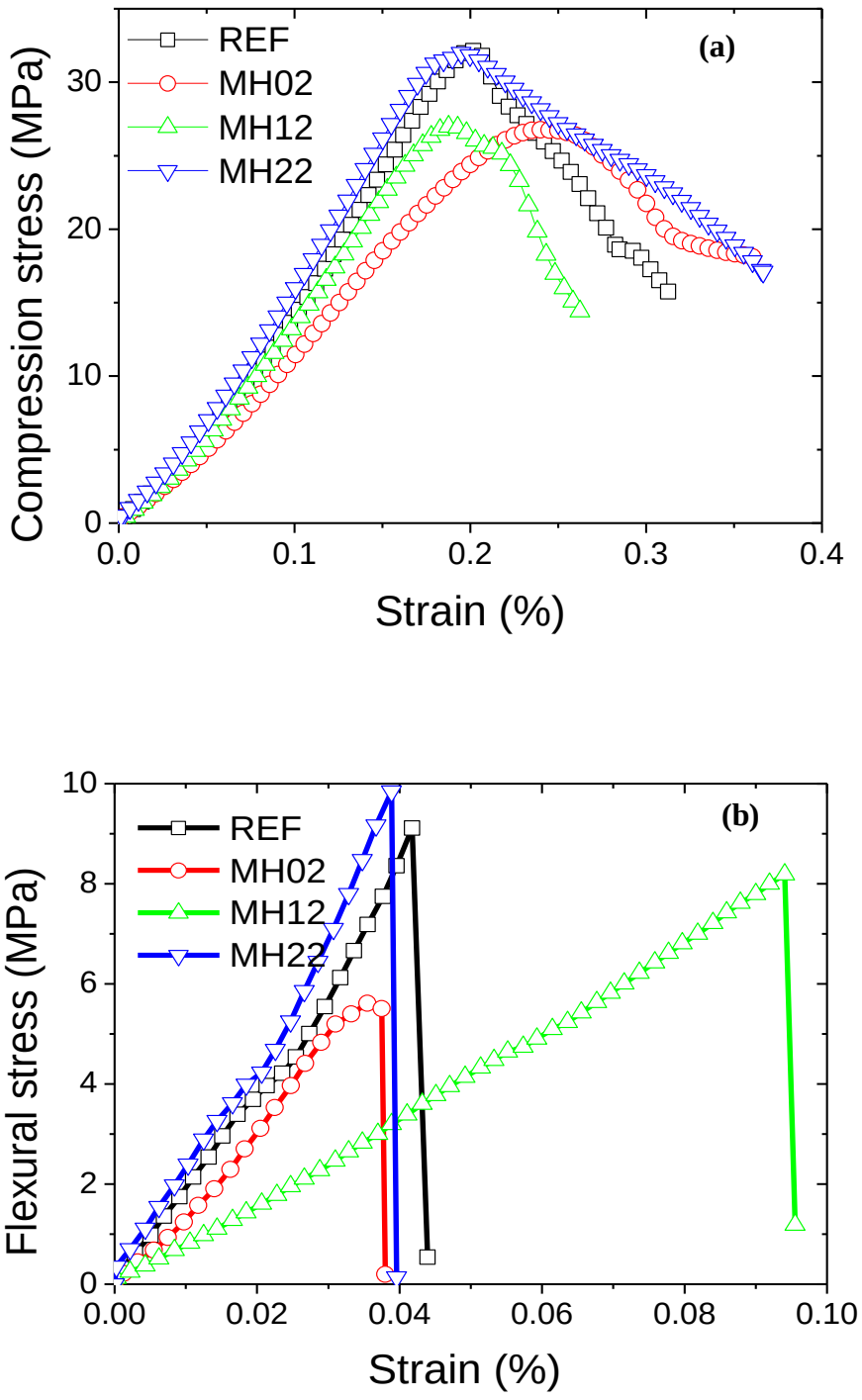


Figure IV.1. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion des mortiers modifiés par la fibre de chanvre avec une teneur de 02% en poids.

Les formulations restantes conduisent à un effet plus contrasté sur la performance de flexion et la tendance de l'effet de la fibre ne peut être tirée ici. Les différences dans les modes de rupture sont également présentées sur la Figure IV.2., entre la flexion et la compression. Une chute brutale de la force associée à la flexion indique une rupture fragile avec une propagation de craquage catastrophique très probablement avec un mode d'ouverture en vigueur.

La réponse à la compression suggère une évolution des dommages plus progressive, ce qui ne conduit pas à une défaillance complète du mortier modifié. L'allongement à la rupture semble être corrélé à la plus grande longueur de fibre. Cela peut constituer un moyen de retarder la rupture du mortier sous une charge compressive. Il semble également qu'une réduction significative de la rigidité soit associée à des formulations présentant la plus large réponse finale C'est un problème commun dans l'ingénierie où un grand module et une force s'opposent au plus bas allongement à la rupture. Ce comportement typique est illustré par la réponse de flexion de l'échantillon MH12. La percolation de la fibre de chanvre peut fournir une explication rationnelle à la tendance observée. En effet, la faible adhérence entre la matrice et la fibre peut entraîner une diminution de la rigidité mais une augmentation de l'allongement à la rupture. De cette façon, les fibres peuvent servir de piège à fissures plus efficacement. Cependant, cette tendance devrait être améliorée avec une plus grande teneur en chanvre, ce qui n'est pas le cas ici. En prévoyant qu'un cas unique est observé (MH12 avec ses trois répliques associées), le classement de ce type de réponse à la Figure IV.2 reste ainsi peu clair.

De même, des réponses équivalentes de compression et de flexion sont explorées à la Figure IV.2 pour les mortiers modifiés avec la chènevotte, avec une teneur de 2% en poids

Les résultats de compression (Figure IV.2.a) montrent que la longueur de la chènevotte optimale est associée à une teneur en poids de 2% en poids. Est seulement de 1 mm (formulation MS02). Avec cette formulation, le mortier modifié présente une résistance et un module légèrement plus importants par rapport à la référence. L'examen de la tendance moyenne de la force de compression basée sur 6 répétitions confirme la performance supérieure de MS02 à 28 jours de durcissement. Ce résultat contraste avec le cas du mortier modifié par la fibre de chanvre. Cependant, une légère amélioration de la résistance à la compression à 90 jours de durcissement (Figure IV.2.a.) est obtenue pour MS02. La résistance à la compression obtenue est inférieure à la résistance du mortier de référence au même temps de durcissement final. L'examen des formulations restantes ne suggère aucune tendance avec une longueur de la chènevotte, mais les courbes ressemblent à celles exposées à la Figure IV.1.a. En effet, la réponse à la compression montre, pour toutes les conditions, une tendance élastique suivie d'une chute de force régulière et lisse.

La Figure IV.2.b, qui représente la réponse à la flexion, montre moins de dispersion car toutes les tendances observées sont principalement confondues. Aucun des mortiers modifiés par la chènevotte élaborés, n'atteint la résistance mécanique de la référence. Des différences mineures sont notées dans la résistance mécanique et la teneur MS12 semble être optimale en flexion. Si les formulations homologues MH12 / MS12 sont comparées, les propriétés optimales améliorées ne sont ni atteintes pour MS12 ni l'abaissement de la rigidité, non plus. C'est un indice supplémentaire sur le rôle de la percolation des fibres dans la conduite du comportement ultime.

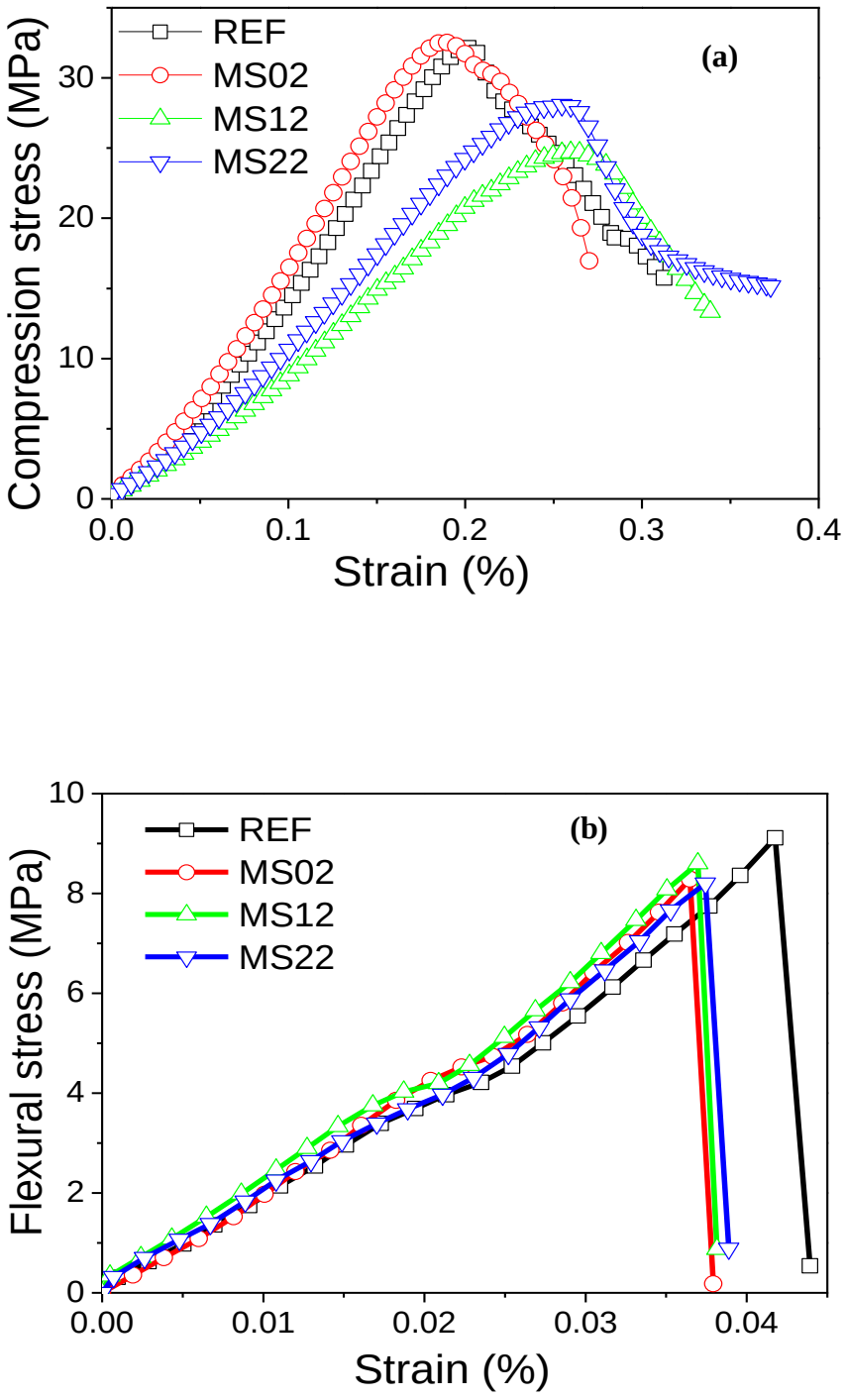


Figure IV.2. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion des mortiers modifiés par la chènevotte avec une teneur de 2% en poids.

IV.3.1.2. Effet de la teneur en fibre

L'effet de la teneur en fibre est représenté sur les figures IV.3 et IV.4 pour les mortiers modifiés par la fibre de chanvre et les mortiers modifiés par la chènevotte pour une longueur constante de fibre de 20 mm.

La réponse à la compression de MH22 montre le comportement le plus proche de la référence et la formulation MH21 a la meilleure performance en termes de résistance (Figure IV.3.a). Une résistance mécanique stabilisée est obtenue pour un poids inférieur à 4%. La réponse de flexion (Figure IV.3.b) confirme les performances supérieures de MH22 et tous les mortiers modifiés sont plus rigides par rapport au mortier de référence. En termes de résistance mécanique, l'effet de la longueur de la fibre de chanvre semble monotone alors que la teneur en poids n'est pas linéaire avec une valeur optimale d'environ 2%.

Les réponses mécaniques équivalentes pour les mortiers modifiés par la chènevotte sont présentées à la figure IV.4. La plus grande résistance mécanique est attribuée à MS21 en compression (Figure IV.4.a) et en flexion (Figure IV.4.b). Toutes les formulations suggèrent une diminution de la rigidité par rapport à la valeur de référence en compression, mais de meilleures tendances en flexion.

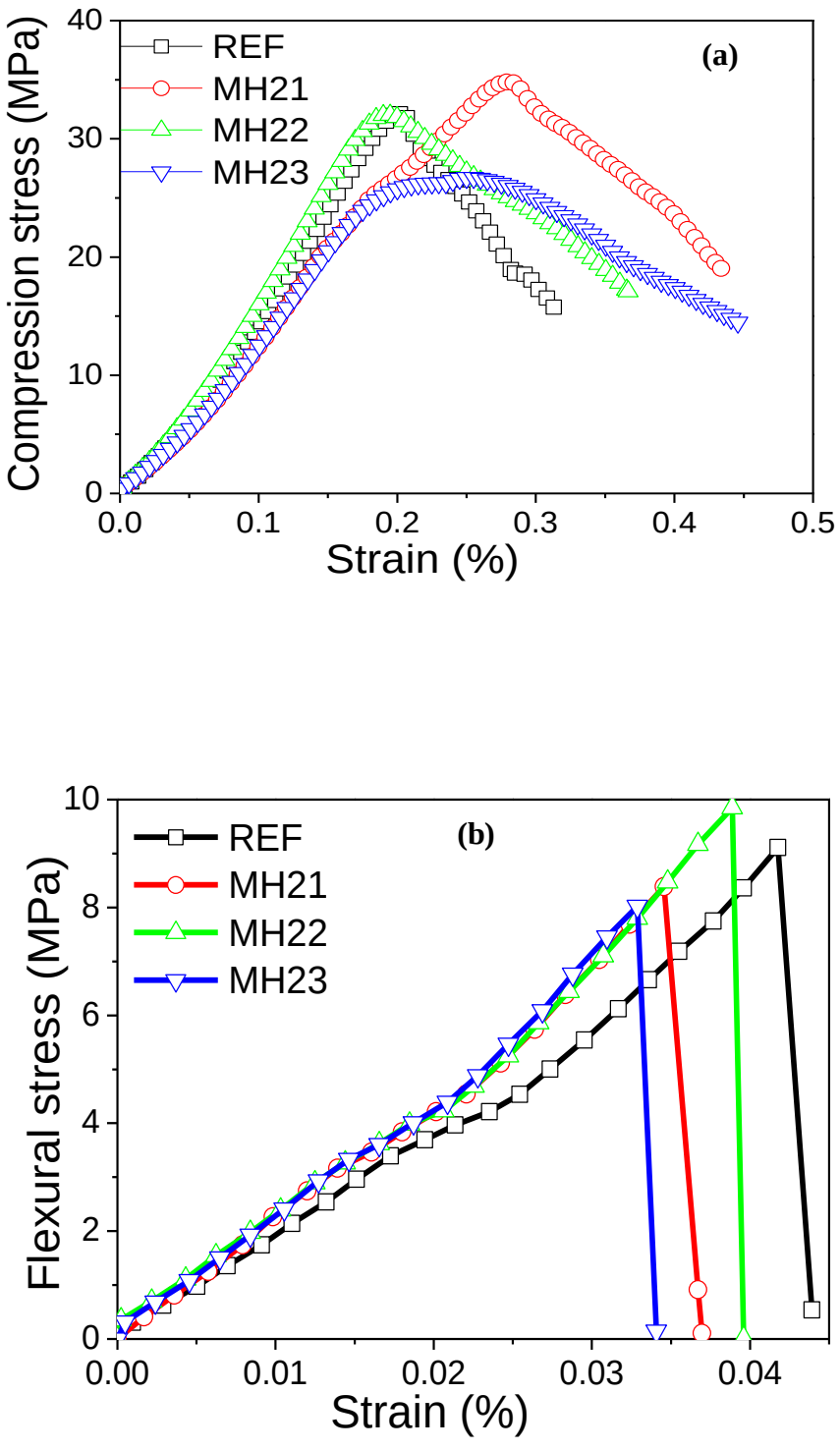


Figure IV.3. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion de mortiers modifiés typiques contenant des fibres de chanvre de 20 mm de longueur X (MH2X) après 28 jours de cure: effet de la teneur en fibres**.**

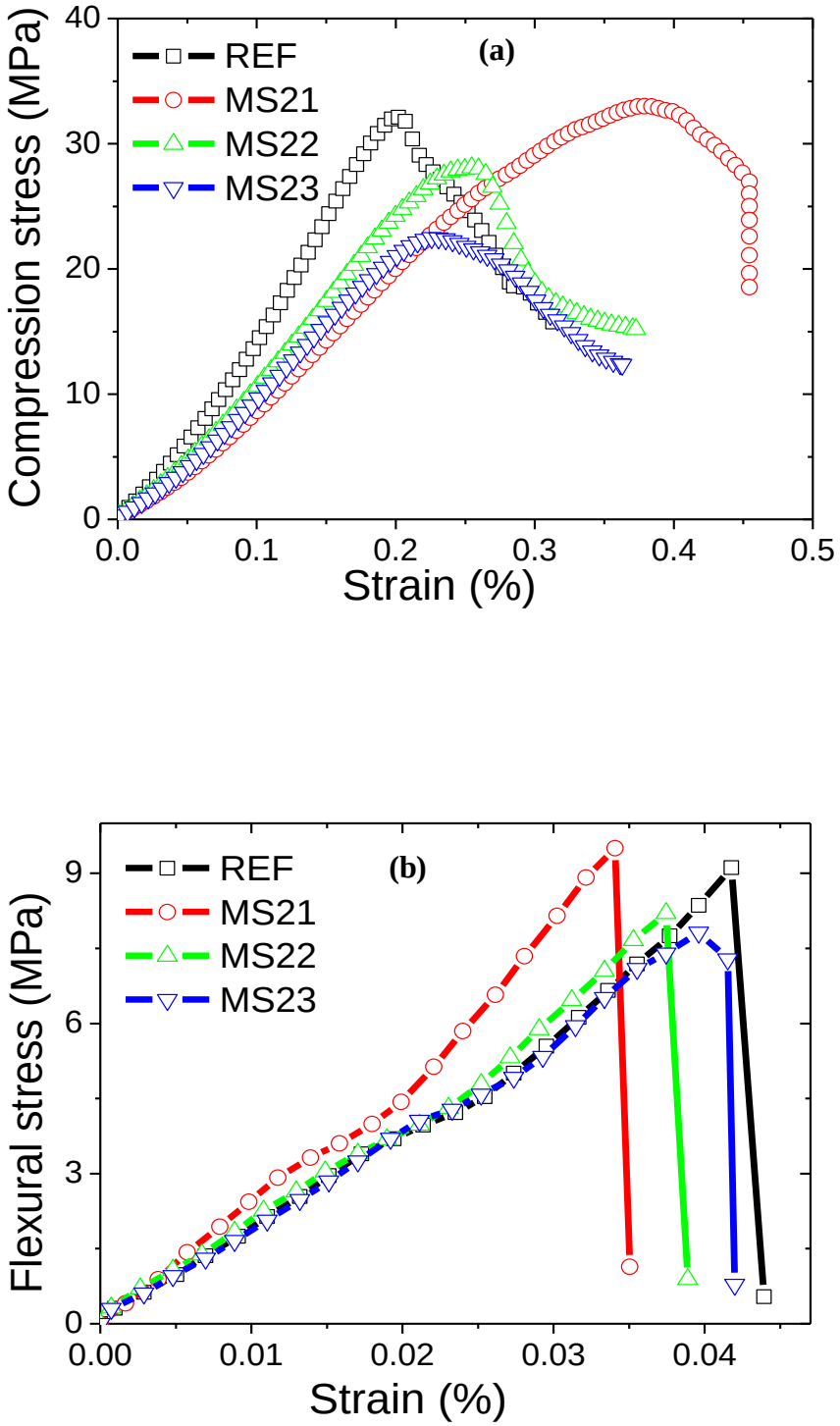


Figure IV.4. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion de mortiers modifiés typiques contenant de la chènevotte de 20 mm de longueur X (MS2X) après 28 jours de cure: effet de la teneur en fibres.

IV.3.1.3 Etude de toutes les formulations

Les résultats antérieurs (Figures IV.1 à IV.4) illustrent le comportement des mortiers modifiés à un moment de durcissement particulier (28 jours). Une analyse plus exhaustive de l'effet du temps de durcissement est illustrée aux figures IV.5 et IV.6.

Pour des raisons de clarté, seuls les résultats de résistance mécanique sont tracés pour toutes les formulations essayées. Un résultat non surprenant, est l'amélioration de la résistance mécanique en fonction du temps de durcissement. Dans le cas des mortiers modifiés par la fibre de chanvre (figure IV.5), la résistance mécanique augmente, en moyenne, d'un facteur 1,69 et 1,58 entre 7 et 90 jours de durcissement pour la compression et la flexion, respectivement. L'écart type associé aux résultats de flexion est de 10,53% par rapport à la valeur moyenne, est supérieur à celui obtenu pour la compression, qui est de 6,16% par rapport à la valeur moyenne. Cette différence est justifiée par le nombre relativement petit de répétitions utilisées pour la flexion. Cependant, l'écart-type reste acceptable dans les deux cas car les tendances de la force ne se chevauchent pas de manière significative.

Pour toutes les formulations de MHXX, la résistance à la flexion varie entre 2,6 MPa et 10,4 MPa, Dans des conditions de compression, l'effet de la fibre de chanvre entraîne une résistance à la compression entre 6.3 MPa et 41.3 MPa. Après 7 jours de durcissement, aucune des combinaisons sélectionnées n'atteint la résistance de référence en compression et en flexion. Les meilleures formulations sont le MH21 et le MH22 en compression et le MH22 en flexion. Le MH21 présente une rigidité inférieure en compression et, plus important encore, il adhère moins à l'objectif de réduction de CO2 (c.-à-d., taux de substitution inférieur) par rapport à MH22.

De ce fait, la formulation optimale pour le mortier modifié avec la fibre de chanvre est MH22.

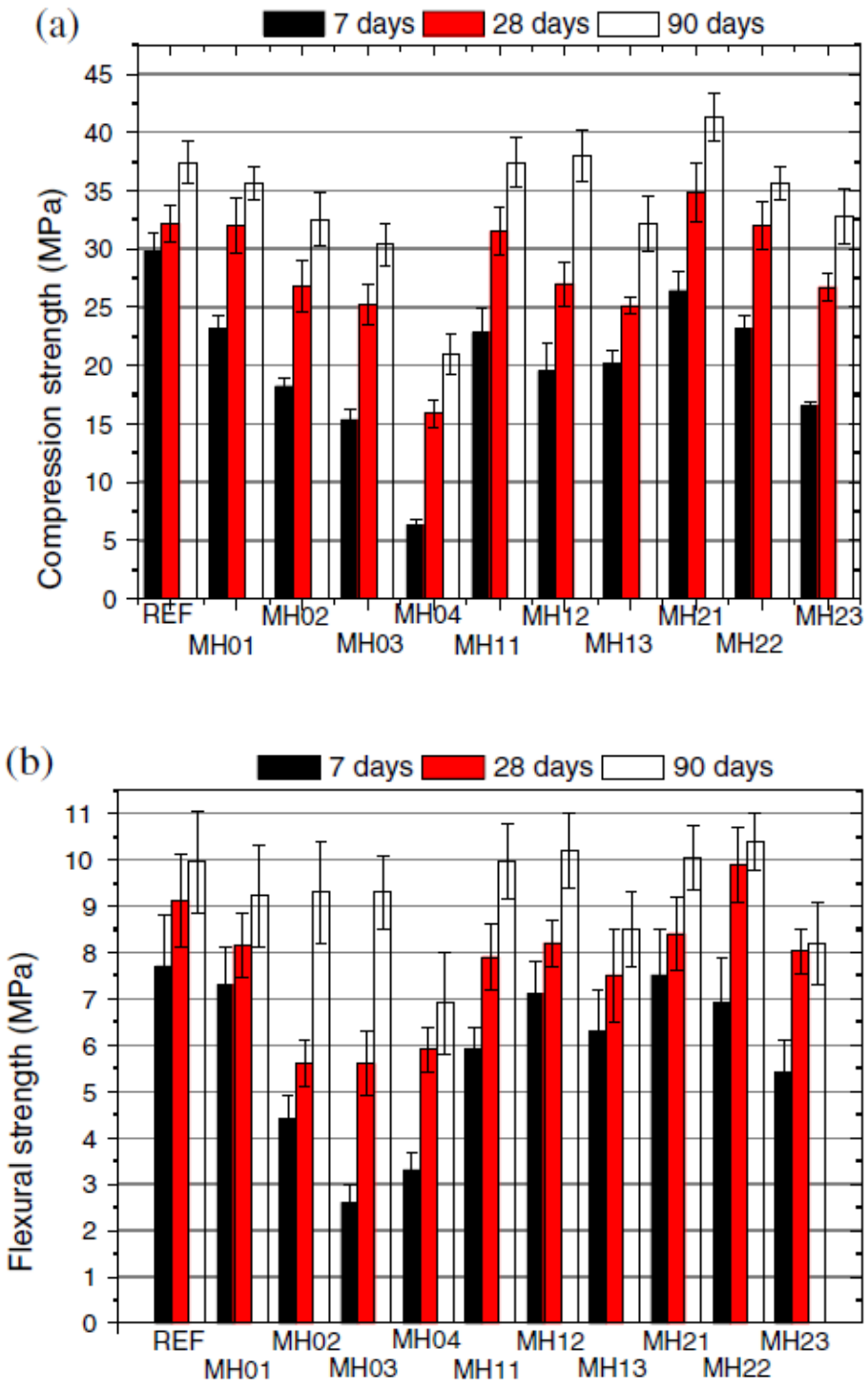


Figure IV.5. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion des mortiers modifiés par des fibres de chanvre (MHXX) en fonction du temps de durcissement.

Une analyse globale des résultats présentés dans la Figure IV.5.a. suggère des profils décroissant linéaires de la résistance mécanique de compression (σ_C) en fonction de la teneur en poids de fibres de chanvre (f_f). Ces profils sont pondérés par le temps de durcissement (t_C)

et la longueur de fibre de chanvre (d_f). En supposant que les effets croisés sont secondaires, l'ajustement linéaire produit un facteur de corrélation acceptable (R^2=0.87)

$$\sigma_C(MPa) = 25 + 0.13 \times d_f(mm) - 1.83 \times f_f(\%) + 0.15 \times t_C(days) \quad \text{(IV.9)}$$

Le même résultat de fit correspond à la résistance à la flexion σ_B (R^2=0.74)

$$\sigma_B(MPa) = 6.52 + 0.05 \times d_f(mm) - 0.33 \times f_f(\%) + 0.04 \times t_C(days) \quad \text{(IV.10)}$$

L'effet de l'addition de la chènevotte sur les contraintes de compression et de flexion est examiné dans la Figure IV.6., pour toutes les formulations étudiées. Comme dans le cas précédent, la dispersion des résultats de flexion est plus grande pour la compression. L'écart type est, en moyenne, 10,13% pour la flexion contre 6,82% pour la compression. L'amélioration de la résistance mécanique en fonction du temps de durcissement est confirmée ici pour les mortiers modifiés par la chènevotte. Dans l'intervalle complet du temps de durcissement, l'augmentation de la résistance mécanique représente un rapport de 1,58 et 1,39 par rapport à la référence, respectivement, pour la compression et la flexion. Une telle amélioration est moins importante, en comparaison au renforcement des fibres, mais elle est juste convenable à l'amélioration de la résistance des formulations les moins performantes. En effet, la résistance à la flexion évolue entre 4,5 MPa et 10,0 MPa, et en compression, la gamme de résistance mécanique est de (12,8 - 42,0) MPa.

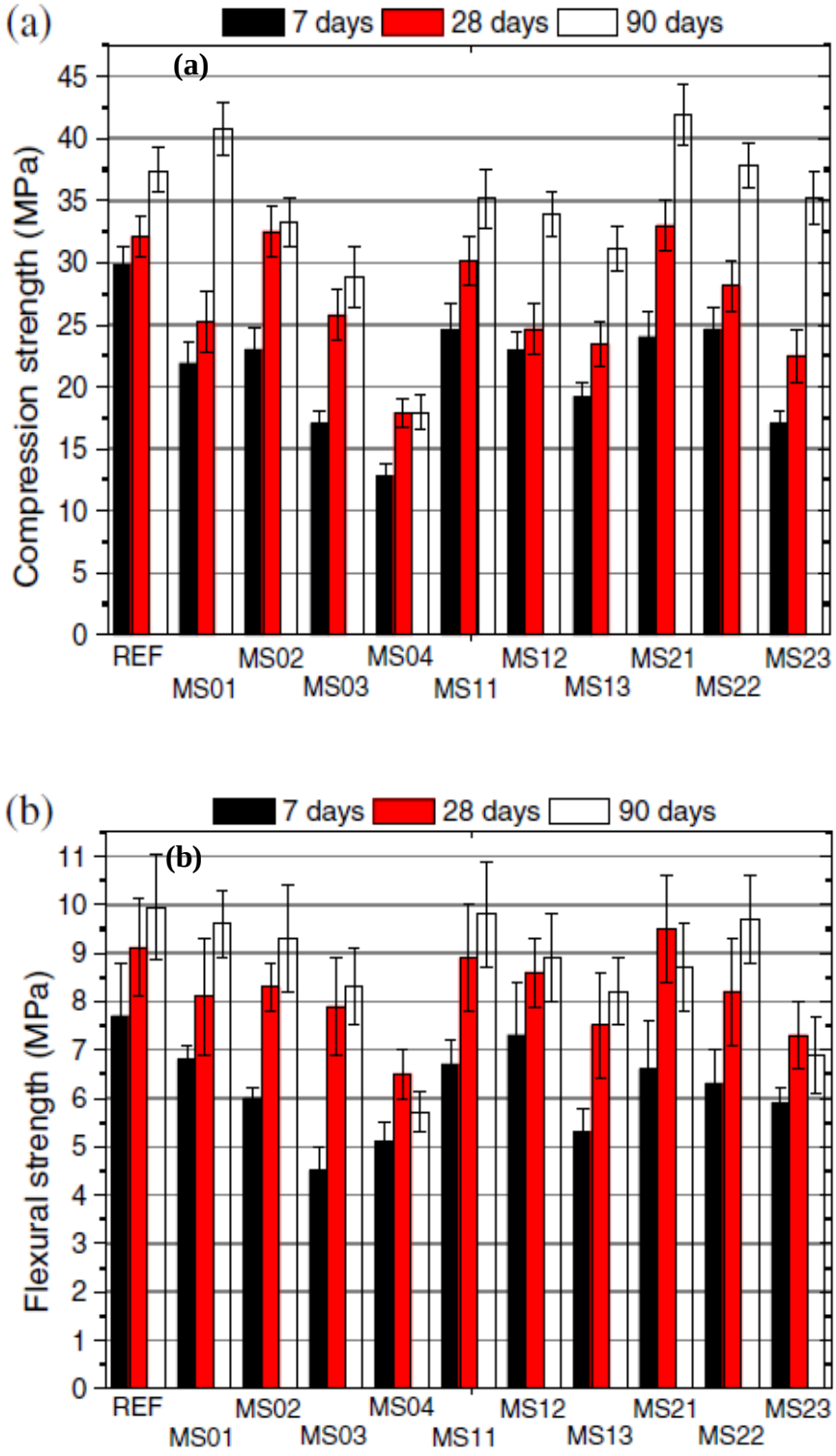


Figure IV.6. Contraintes de : (a) Compression et (b) Flexion des mortiers modifiés par la chènevotte (MSXX) en fonction du temps de durcissement.

La performance mécanique des mortiers modifiés par la chènevotte, en flexion et en compression est inférieure aux valeurs de référence après 7 jours de durcissement (Figure IV.6). De meilleures performances de compression sont observées pour des temps de durcissement plus importants, en particulier avec le MS21 et le MS22, révélant des performances supérieures pour les formulations impliquant de grandes longueurs de la chènevotte (d_s= 20 mm). Ce résultat contraste avec le classement obtenu à la Figure IV.2.a. au moment de durcissement intermédiaire (28 jours), où MS02 présente une tendance plus élevée. La figure IV.6.a. confirme un taux supérieur d'amélioration de la résistance pour le MS22. Le comportement en flexion est plus contrasté avec des candidats potentiels ; le MS01, le MS11 et le MS22, qui sont tous proches de la valeur de référence.

Les tendances dans les figures IV.5 et IV.6 mettent en évidence, l'effet non linéaire du renfort du chanvre sur la résistance mécanique du mortier modifié, et plus particulièrement dans des conditions de flexion.

Dans le cas de mortiers modifiés par la chènevotte, une tentative de fit linéaire donne pour les deux grandeurs mécaniques, un facteur de corrélation inférieur à la flexion ;

$$\sigma_C(MPa) = 26 + 0.05 \times d_s(mm) - 1.68 \times f_s(\%) + 0.14 \times t_C(days);\ R^2 = 0.86 \quad \text{(IV.11)}$$

$$\sigma_B(MPa) = 7.66 - 0.01 \times d_s(mm) - 0.33 \times f_s(\%) + 0.03 \times t_C(days);\ R^2 = 0.68 \quad \text{(IV.12)}$$

Le meilleur fit est obtenu avec des fonctions non linéaires.

Pour la résistance à la compression, la formule suivante est suggérée par le fit routine (R^2=0.89).

$$\sigma_C(MPa) = \exp(3.25 + 0.002 \times d_s(mm) - 0.07 \times f_s(\%) + 0.005 \times t_C(days)) \quad \text{(IV.13)}$$

Et pour la flexion (R^2=0.69)

$$\sigma_B(MPa) = \exp(2.02 + 0.001 \times d_s(mm) - 0.05 \times f_s(\%) + 0.003 \times t_C(days)) \quad \text{(IV.14)}$$

IV.3.1.4. Addition des cendres volantes broyées

Une fois l'optimum déterminé, qui est pour les mortiers modifiés par la fibre de chanvre le MH22, et pour les mortiers modifiés par la chènevotte le MS22. Bien que leurs formulations soient les plus performantes, l'ajout d'un matériau nanostructuré ; la poudre des cendres volantes, est considéré comme un moyen d'améliorer encore la performance mécanique des mortiers modifiés par le chanvre et chènevotte.

Afin de comparer les quantités équivalentes, MH22 et MS22 les deux formulations qui présentent la plus grande quantité possible de substitution de ciment. Et qui offrent le meilleur compromis de compression, de flexion et d'ouvrabilité. Ces deux formulations sont caractérisées par le même contenu et la même longueur de fibres de chanvre et de chènevotte Nous avons rajouté à ces deux formulations; des cendres volantes avec une teneur de 15% en substitution du ciment. Nous avons obtenu les formulations suivantes, la référence plus cendres volantes REFA, les mortiers modifié par la fibre de chanvre avec ajout de cendres volantes MHFA, les mortiers modifiés par la chènevotte avec ajout de cendres volantes MSFA. (Tableau II.1).

L'analyse structurale des poudres broyées et non broyées est réalisée par la diffraction aux rayons X. La Figure IV.7 présente le diagramme de diffraction de la poudre des cendres volantes broyées et non broyées. Nous constatons que les cendres volantes non broyées présentent trois structures différentes ; qui sont : la magnétite (Fe_3O_4), la Mullite ($Al_6Si_2O_{13}$) où les deux sont de structure orthorhombique et le quartz (SiO_2) de structure hexagonale. Après 3 heures de broyage, nous constatons une amorphisation totale de la magnétite et l'élargissement des pics du Quartz et de la Mullite, ce qui montre la réduction de taille des cristallites de ces derniers à l'échelle nanométriques. La taille des cristallites de la Mullite des

cendres volantes non broyées est estimée à 52.5 nm et atteint 28 nm après 3 h de broyage. Celle du Quartz avant broyage est estimée à 46 nm et elle atteint 20 nm après 3 heures de broyage. Le processus de broyage par le mouvement collage-décollage est responsable de l'augmentation de la surface spécifique BET des cendres volantes de 0,8 m^2 / g à 2 m^2 / g. Il est à noter que le travail sur les cendres volantes broyées rentre dans un projet que Monsieur Hamzaoui gère sur les coproduits modifiés par broyage à très haute énergie. Aussi, que dans ce travail de thèse, nous avons utilisé, seulement, le résultat optimum sur les cendres volantes broyées (15% et 3h de broyage) et le détail de cette étude est publié dans la référence (Hamzaoui, Bouchenafa et al. 2016)

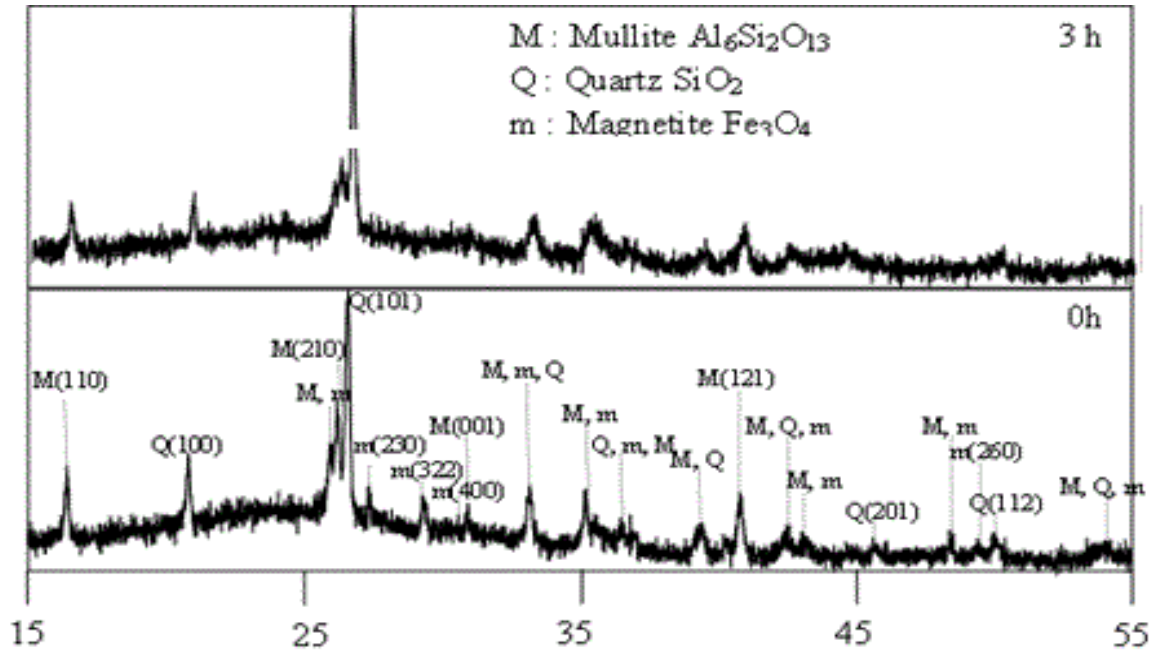


Figure IV.7. Diagramme de diffraction des rayons X des cendres volantes broyées à 0 et 3h.

IV.3.1.5.Essais Mécaniques des mortiers avec des nanostructurés

Les résultats des forces de compression et de flexion sont explorés à la Figure IV.8. La comparaison avec le mortier de référence, le mortier avec seulement des additions minérales

de cendres volantes sont également discutés dans la même figure. L'écart-type associé à la compression est de 5,78% alors qu'il est plus élevé pour plier 11,12%.

A l'addition des cendres volantes, l'analyse du comportement à la compression révèle que toutes les formulations présentent une performance supérieure par rapport au mortier de référence pour le temps de durcissement au-delà de 7 jours de cure (Figure IV.8.a). La meilleure performance mécanique est obtenue lorsque seules des cendres volantes broyées sont ajoutées au mortier (REFA).

À 90 jours de durcissement, la force de compression atteint près de 66 MPa pour REFA, qui est 1,76 supérieure à la valeur de référence au même temps de durcissement. Dans les autres cas, l'amélioration de la résistance à la compression est respectivement de 1,37 et 1,28 pour le MHFA et le MSFA. Ce résultat suggère que le classement de la performance mécanique s'explique par l'activation précoce des réactions pouzzolaniques et la réduction des teneurs en porosité induites par l'ajout de la chènevotte et des fibres de chanvre. Un contenu de porosité plus large est révélé, plus précisément, pour les formulations à base de chènevotte (MS22). L'effet du renforcement des cendres volantes est clairement établi (tableau IV.3). Les mélanges avec le chanvre entraînent une légère augmentation de la fermeté. Le ratio défini comme la différence entre les modules de Young de la condition prescrite et le mortier de référence divisé par la valeur de référence est le gain de rigidité en pourcentage. L'augmentation de la fermeté pour le mélange représente une augmentation inférieure à 11%. Cependant, 50% de mortier plus ferme est obtenu avec l'addition des cendres volantes broyées sans fibres naturelles.

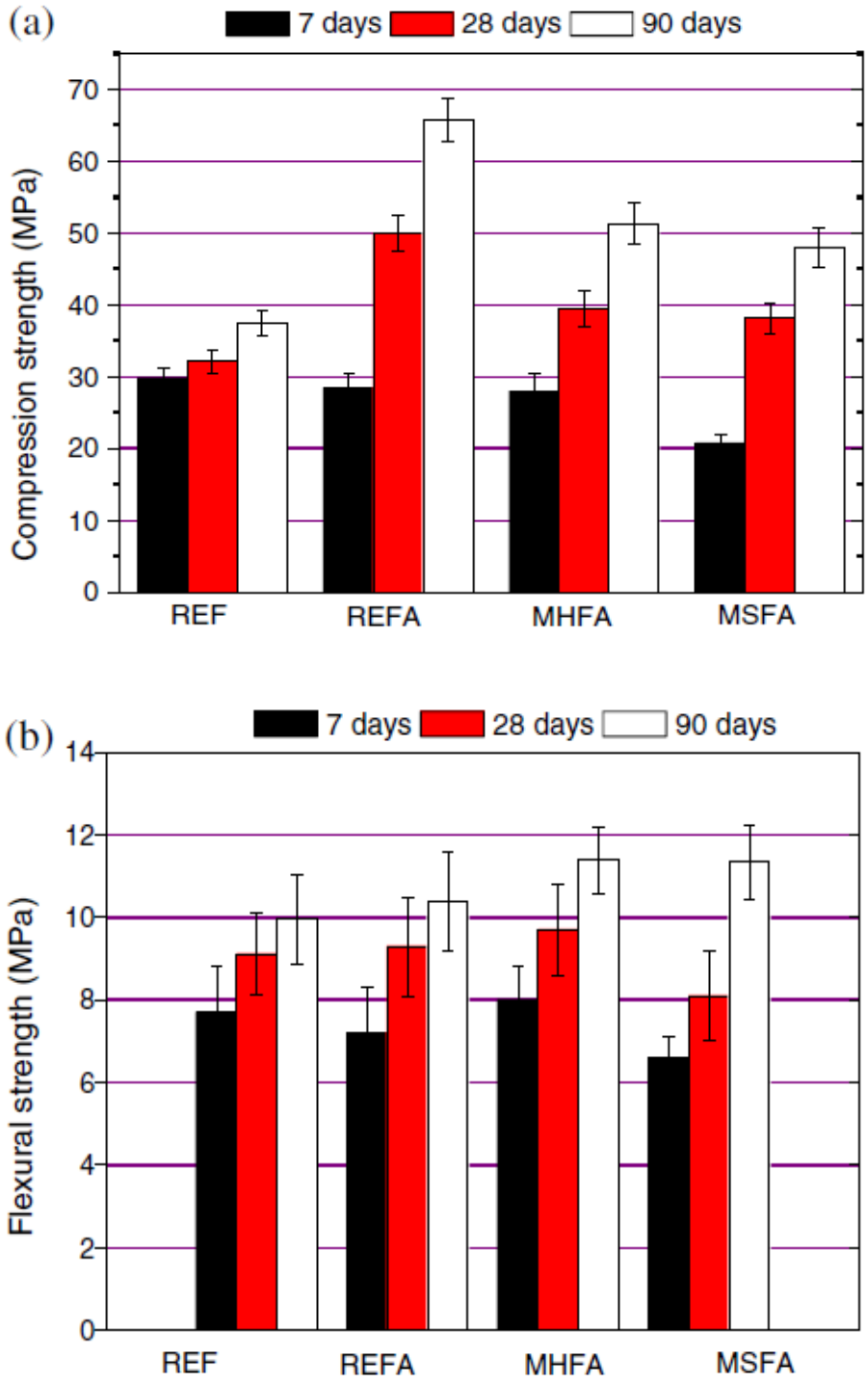


Figure IV.8. Contraintes de: (a) Compression et (b) Flexion du mortier optimal mélangé avec la fibre de chanvre ou la chènevotte avec ajout des cendres volantes.

Le comportement mécanique sous flexion, confirme le rôle bénéfique de l'addition des cendres volantes avec les fibres de chanvre ou la chènevotte (Figure IV.8.b.)

La résistance mécanique est supérieure à la valeur de référence après 90 jours de durcissement, mais l'amélioration est inférieure par rapport au comportement de compression. Le rapport d'amélioration par rapport à la référence représente respectivement 1,05, 1,15 et 1,14 pour REFA, MHFA et MSFA.

La formulation avec des cendres volantes (REFA) montre même une amélioration rapide de la résistance mécanique avec le temps de durcissement. Tous les mortiers modifiés offrent les meilleures performances mécaniques après 90 jours de durcissement.

En comparant ce résultat de flexion, de manière qualitative, avec la résistance de compression, nous trouvons que la plus grande résistance mécanique en flexion de 11,4 MPa est obtenue à la fois avec le MHFA et le MSFA. Cela démontre une sorte d'effet de remplissage des pores sous flexion, ce qui peut être associé à un retard de microfissures. Aucune amélioration particulière de la rigidité en flexion n'est notée avec des mélanges de charges de chanvre et de cendres volantes broyées. Cependant, le renforcement en flexion est similaire à celui en compression lorsque des cendres volantes sont ajoutées au mortier de référence. L'augmentation de la rigidité représente ici 56%, ce qui est proche du résultat obtenu pour la compression.

IV.3.1.6. Module de Young

En termes d'effet de renforcement, le tableau IV.2. résume les modules de Young pour toutes les formulations étudiées après 90 jours de durcissement. Bien que, le module d'élasticité soit indépendant du type de chargement, il existe des différences entre la compression et la flexion. Celles-ci doivent être liées à l'influence des conditions de mise en place et de chargement et, effectivement, il en existe des différences en ce qui concerne le matériel testé, Néanmoins, la dispersion relative des résultats des modules de Young est

acceptable. Un écart-type légèrement supérieur est obtenu pour la flexion (8,5% dans la moyenne) s'opposant aux résultats de compression (7,06% dans la moyenne).

Afin d'examiner les différences entre les modules mesurés en flexion et en compression, les valeurs moyennes de toutes les formulations, pour les mortiers modifiés par des fibres de chanvres (MHXX), sont comptabilisées. Le même processus est pratiqué pour les mortiers modifiés par la chènevotte (MSXX).

Tableau IV.3. Résultats expérimentaux liés à toutes les formulations de mortier réalisées après 90 jours de durcissement. (modules d'élasticité)

#	Module de Young (GPa)		#	Module de Young (GPa)	
	Compression	Flexion		Compression	Flexion
REF	20.00 ± 1.20	21.80 ± 2.17	REFA	30.00 ± 2.50	34.00 ±2.05
MHFA	22.00 ± 1.08	22.60 ± 1.24	MSFA	22.50 ± 0.78	21.69 ± 1.08
MH01	19.60 ± 1.60	23.90 ± 1.80	MS01	20.00 ± 2.22	23.40 ± 3.14
MH02	18.00 ± 0.80	24.30 ± 2.80	MS02	18.00 ± 1.44	22.20 ± 1.76
MH03	16.00 ± 0.75	22.30 ± 2.70	MS03	16.00 ± 0.74	22.50 ± 2.47
MH04	12.00 ± 0.80	17.70 ± 1.40	MS04	9.50 ± 1.00	12.60 ± 1.08
MH11	17.20 ± 1.41	24.50 ± 2.40	MS11	17.50 ± 0.95	23.80 ± 2.08
MH12	18.00 ± 2.00	23.43 ± 2.30	MS12	16.40 ± 0.77	25.20 ± 3.04
MH13	14.00 ± 1.20	24.25 ± 2.10	MS13	17.00 ± 1.22	19.50 ± 1.24
MH21	20.00 ± 1.45	25.70 ± 2.78	MS21	20.10 ± 0.80	19.20 ± 1.20
MH22	18.00 ± 2.01	24.98 ± 2.15	MS22	18.40 ± 0.87	27.70 ± 2.44
MH23	15.00 ± 0.89	18.84 ± 0.60	MS23	18.00 ± 1.84	18.00 ± 0.88

Le rapport moyen entre les modules utilisant les deux modes de chargement atteint jusqu'à présent avec toutes les formulations, est de 18,05 GPa / 17,97 GPa = 1,005. La chènevotte, comme la fibre de chanvre fournissent, toutes les deux, des modules proches avec des rapports moyens de modulation fibre de chanvre / chènevotte comme suit ; (16,8 GPa / 17,1 GPa) et (23,0 GPa / 21,4 GPa), respectivement, pour la flexion et la compression.

Les différences marquées entre la flexion (17 GPa en moyenne) et la compression (22 GPa en moyenne) semblent être plus effectives quel que soit le type de renfort. Il existe une perte de rigidité à la compression car le rapport de modulation moyen par rapport au mortier de référence est, respectivement de, 0,84 et 0,86 pour les fibres de chanvre et la chènevotte.

IV.3.2. Microstructure des mortiers modifiés

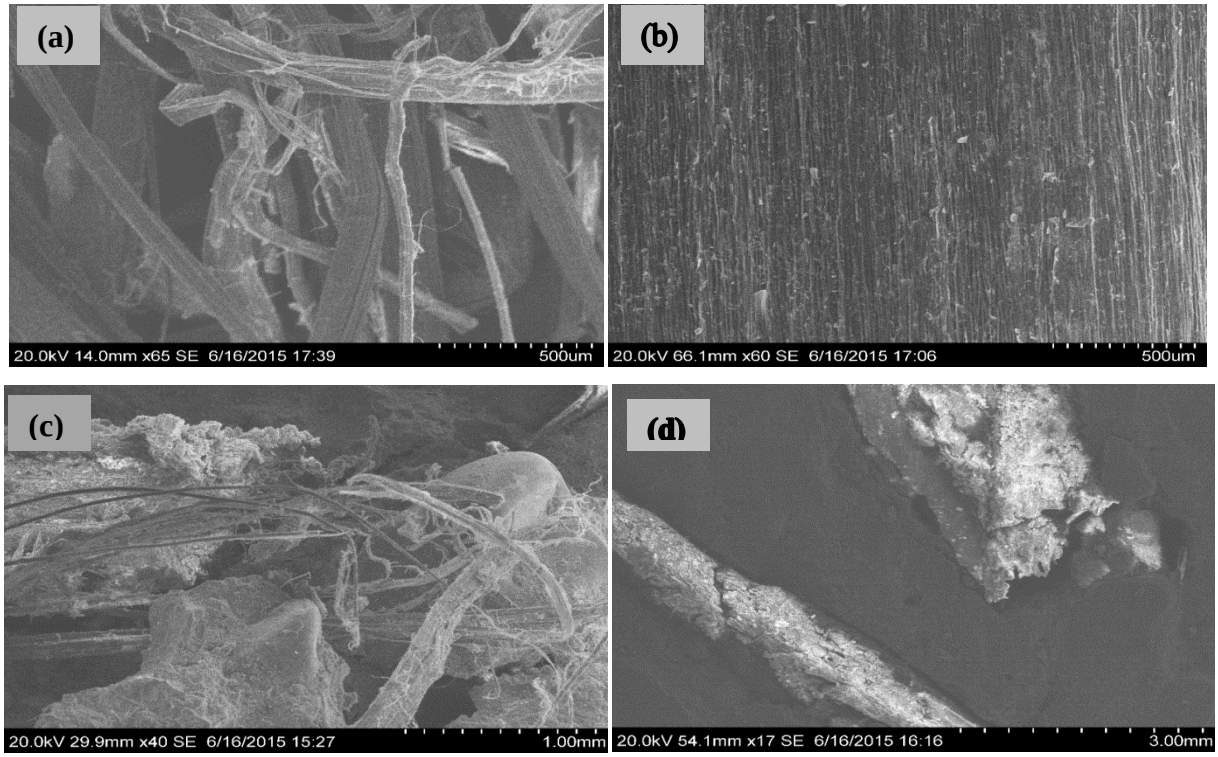


Figure IV.9. Morphologie de : (a) Fibres de chanvre, (b) Chènevotte, (c) Mortier modifié par la fibre de chanvre et (d) Mortier modifié par la chènevotte. Images obtenue par MEB.

La figure IV.9 montre la morphologie des fibres de chanvre (a), de la chènevotte (b) ainsi que les mortiers modifiés par les fibres de chanvre (c) et de la chènevottes (d). obtenue par microscopie électronique à balayage (MEB), nous remarquons que la surface des fibres de chanvre et de la chènevotte est rugueuse, ce qui permet une très bonne adhérence entre la fibre et la matrice comme illustré dans les Figures IV 8 (c) et (d).

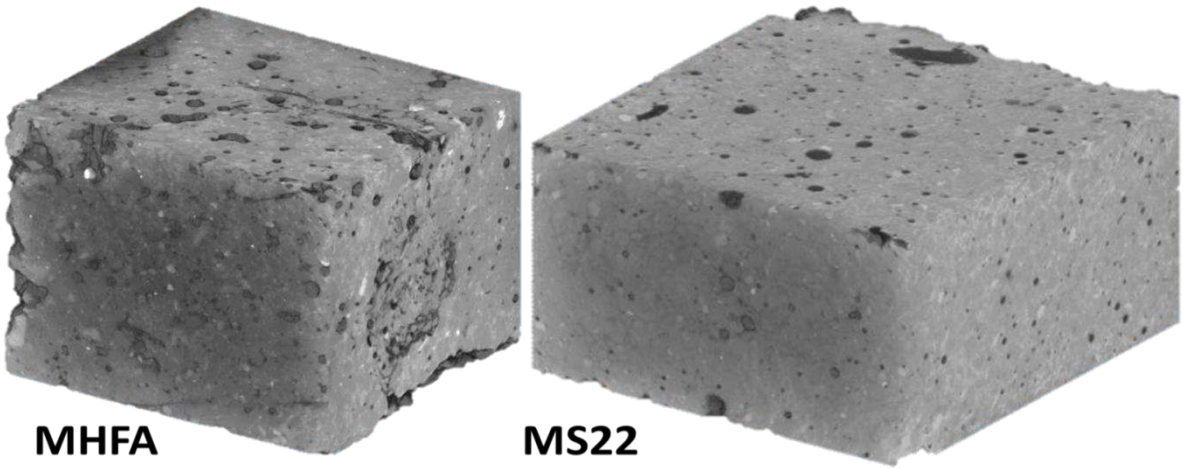
Aussi, nous constatons le phénomène de tortuosité sur les fibres de chanvre dans les mortiers modifiés ce qui est confirmé d'ailleurs par l'image obtenue par µ-Tomographie 3D (Figure IV.9.a.).

La Figure IV.9.b. illustre l'agencement microstructural dans les mortiers modifiés en utilisant soit la fibre du chanvre ou la chènevotte comme renfort. L'acquisition par rayons X du MHFA et MS22 (Tableau II.2.8) correspond à des formulations comprenant des cendres volantes et des ajouts de chanvre ou chènevotte. Les modifications microstructurales sont comparées par rapport à la présence de fibres de chanvre ou de chènevotte. Il est peu probable que la poudre de cendres volantes ajoutée ait un effet important sur la porosité, en raison des petites dimensions des particules de cendres volantes. Malgré que, le contenu en cendres volantes est fixé dans les deux cas, afin de dériver l'effet relatif sur la microstructure du mortier modifié.

Les images sont obtenues à partir de volumes recouverts avec une résolution de 0.7×10^9 Voxel. Les fibres de chanvre et la chènevotte sont isolées à des niveaux de gris inférieurs à 84 et 105, respectivement, dans des images de niveau de gris de 8 bits. L'arrangement tortueux des fibres de chanvre est clairement souligné, ce qui contraste avec la chènevotte inaltérée à l'intérieur de la matrice cimentaire. Des tendances pour former des agglomérations sont également observées pour les fibres de chanvre et dépendent, plus ou moins, de l'environnement poreux local tout autour.

La porosité et la phase de chanvre ou chènevotte se partagent, toutes les deux, des niveaux de gris foncé, ce qui rend leur séparation très difficile. Ainsi, les distributions de phase sont déterminées à l'aide de la technique d'étiquetage 3D. La séparation repose sur des descripteurs de morphologie en supposant que la porosité a des caractéristiques presque sphériques.

(a)



(b)

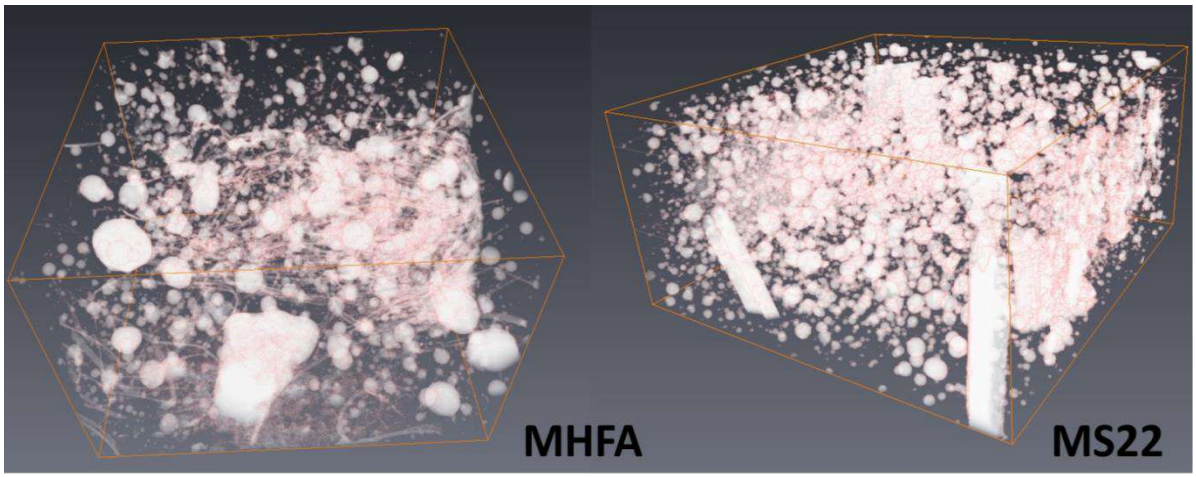


Figure IV.10. (a) Images de μ tomographie à rayon X des mortiers modifiés de chanvre (MHFA) et de chènevotte (MS22). Les dimensions représentatives sont 26 × 22 × 21 mm3 et 37 × 38 × 22 mm3, respectivement, pour MHFA et MS22.
(b) Vues en profondeur montrant l'arrangement de la porosité et des phases de chanvre et chènevotte. Les volumes de récolte sont respectivement de 24 × 21 × 16 mm3 et 38 × 38 × 19 mm3 pour MHFA et MS22.

Les mesures effectuées sur les volumes indiqués à la figure IV.10.b. montrent que le niveau de porosité dans le mortier modifié par le chanvre est de 5,08% alors que le contenu de chènevotte n'est que de 1,58%, en ce qui concerne la teneur de 2% en poids sélectionnée pour le MS22 (Tableau II.2.8), la valeur obtenue à l'aide de l'analyse d'image 3D représente une sous-estimation en sachant que la densité de la chènevotte est supérieure à une unité.

Une conclusion préliminaire peut être indiquée sur la pertinence des dimensions de l'échantillon testé. À partir du commentaire ci-dessus, il semble que les dimensions d'échantillonnage utilisées pour l'acquisition des rayons X ne soient pas totalement représentatives et que des variations de ce genre soient attendues sous une échelle de 10 mm.

Le mortier modifié avec des fibres de chanvre présente une plus grande teneur en chanvre de 3,69%. Selon la teneur du chanvre de 2%, en poids, associée à MHFA (tableau II.2.8), le contenu volumique mesuré est plus conforme aux conditions de traitement liées aux données. Il apparaît que le contraste de taille entre les renforts explique le classement des contenus mesurés. La porosité dans le cas du mortier modifié par la fibre de chanvre est inférieure à 0,7 (3,54%) que celle mesurée dans le cas précédent. Cela tend à expliquer, qualitativement, que la taille du renfort joue un rôle important dans le déclenchement du contenu de la porosité. Les niveaux de porosité se comparent équitablement aux résultats du traitement d'image 2D obtenus par (Hamzaoui, 2014 #163). Mais, dans le cas présent, les valeurs sont plus faibles.

En raison du manque de statistiques représentatives de la phase chènevotte, la distribution des tailles n'est effectuée que sur les porosités des deux mortiers modifiés.

La Figure IV.11 présente le nombre et le volume de distribution des volumes de pores pour les échantillons MHFA et MS22. La petite ombre insérée dans la figure IV.10.. met en évidence les différences entre les deux échantillons en termes de nombre des fréquences dans la gamme de taille des pores inférieurs. Plusieurs distributions montrent que plus de 90 % du total des pores ont une taille inférieure à 0,67 mm et 0,47 mm, respectivement pour MHFA et MS22. Un léger décalage vers de grandes tailles de pores est observé pour le MHFA.

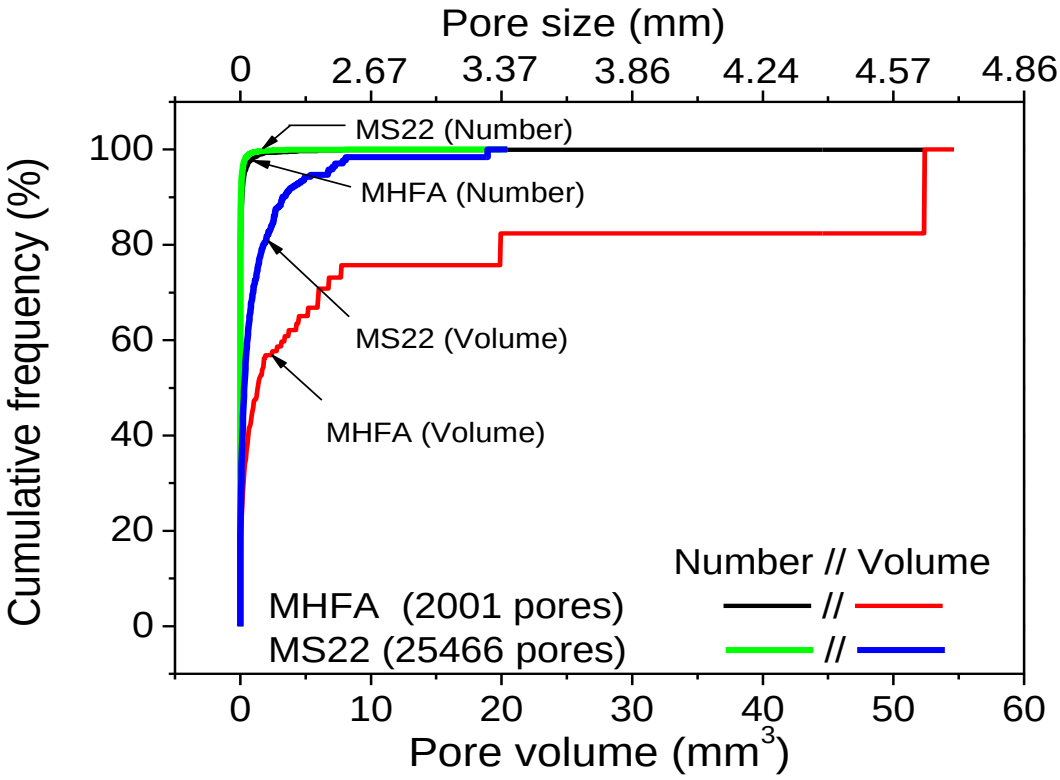


Figure IV.11. Répartition du volume et du nombre de volumes de pores dans les mortiers modifiés par la chènevotte (MS22) et la fibre de chanvre avec addition de cendres volantes (MHFA). Il est également montré sur l'axe horizontal supérieur la taille équivalente en fonction d'une approximation sphérique de la morphologie des pores.

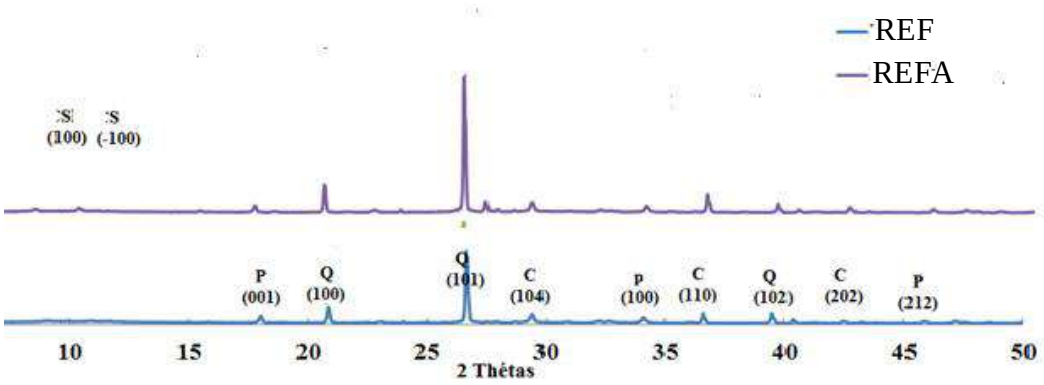
Les distributions de volume mettent en évidence les classes de taille qui contribuent le plus dans le contenu de la porosité. Celles-ci indiquent clairement que des porosités plus grandes sont obtenues avec des formulations à base de fibres de chanvre (la plus grande porosité détectée pour MHFA est de 4,64 mm contre 3,31 mm pour MS22). Ainsi, le ratissage de la teneur en porosité introduit plus tôt, est expliqué, en termes de profiles de porosité, par un plus grand nombre de porosités induites par des formulations avec de la chènevotte.

IV.4. Etude structurale et thermique

IV.4.1. Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) nous a permis de déterminer la composition des phases cristallisées de nos échantillons REF et REFA, à 7,28 et 90 jours de durcissement.

La Figure IV.12 représente le diagramme de diffraction à 28 jours de cure (20 °C et 100% d'humidité), pour les deux formulations REF et REFA nous trouvons de la Portlandite (P), du quartz (Q) et de la calcite (C). Malgré sa structure amorphe, des traces de CSH ont été trouvés dans la référence avec cendres volantes REFA.



P: Portlandite S: CSH (monoclinique), Q: quartz (Hexagonal), C: calcite (Rhomboédrique (hexagonal)

Figure IV.12. Diagramme de diffractions des mortiers REF et REFA à 28 Jours.

IV.4.2. Spectroscopie Infra-Rouge

Les résultats de la spectroscopie Infrarouge de notre mortier référence REF, (Figure IV.13), confirment ceux trouvés par la DRX.

Le spectre de la spectroscopie IR évolue comme suit :

- La formation de la portlandite est repérée par une bande à 3640 cm^{-1}.

- Une large bande apparait entre (3420 -1645) cm^{-1}, correspondant à H_2O, liée à la formation des produits hydratés.
- A 972 $cm^{-1,}$ on observe l'apparition d'une bande, liée à l'hydratation de C_3S pour la formation du CSH.
- Et enfin, la bande entre (1410 - 872) cm^{-1} correspond à la formation de la calcite $CaCO_3$.

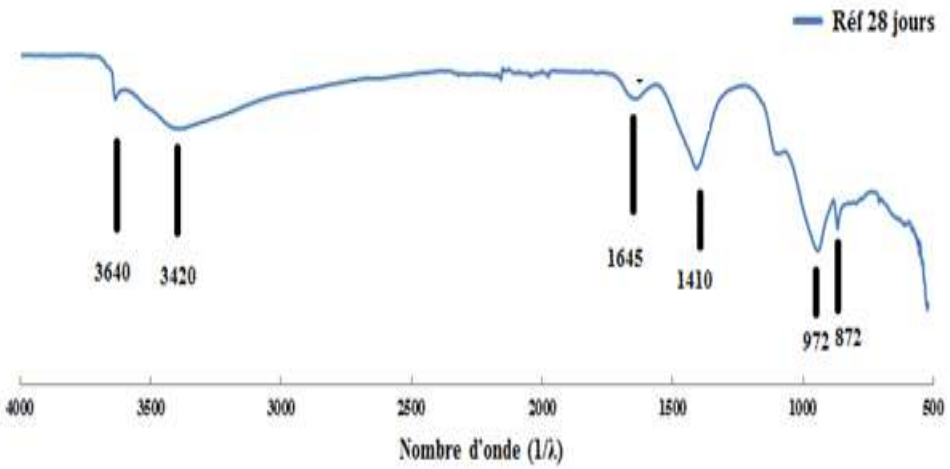


Figure IV.13. Spectre IR du mortier REF à 28 jours.

Le tableau IV.4. résume l'attribution de liaisons repérées dans le spectre

Tableau IV.4 : Attribution des liaisons

Bande observée (cm^1)	Groupement fonctionnel associé	Constituant associé
3640	Liaison OH	Portlandite $Ca(OH)_2$
3420 1645	Liaison OH	Eau contenu dans les hydrates
972	Liaison Si-O	Silicates CSH
1410 872	Liaisons C-O	Calcite $CaCO_3$

IV.4.3.Analyse thermogravimétrique

Les Figures IV.14.a. et IV.14.b. représentent respectivement les courbes de l'ATG et la DTG pour le mortier référence REF à 28 jours.

La Figure .IV.13. b. présente plusieurs pics endothermiques traduits par l'ATG :

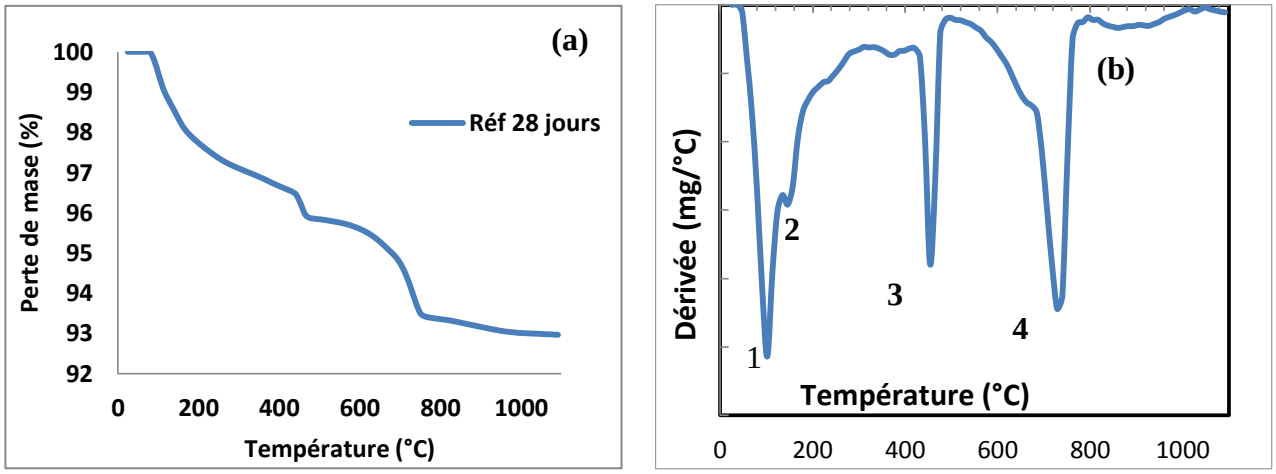
- Les premiers pics observés entre 58 et 210 °C, correspondent à de l'eau des constituants de certains hydrates. La dégradation de l'éttringite et de la CSH est associée à ces deux pics, car l'eau chimiquement liée commence à s'évaporer du mortier sur cet intervalle de température.

- Un 3éme pic important est observé entre (421 et 500°C), ce pic correspond à la décomposition de la portlandite en chaux libre, selon la formule suivante:

$$Ca(OH)_2 \rightarrow CaO + H_2O \qquad (IV.15)$$

- Le quatrième pic observé entre (630et 800)°C, correspond à la décarbonatation de la calcite, selon la formule suivante :

$$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2 \qquad (IV.16)$$



1: H2O, 2: CSH, 3: Portlandite, 4: Calcite

Figure IV.14. Perte de masse et dérivée en fonction de la température.

- ***Teneur en portlandite***

La perte de masse attribuée à la déshydroxylation de la portlandite correspond à une perte d'eau. (formule (IV.1)). Le nombre de moles d'eau perdue (nH_20) correspond au nombre de moles de portlandite ($nCa(OH)_2$) qui se décompose.

L'analyse ATG nous informe sur la perte en masse en portlandite à une température de 500°C, donc ;

$$\%\ (Ca(OH)_2) = \frac{\Delta m}{m_e} \text{ x } \frac{M_{Ca(OH)_2}}{M_{H_2O}} \text{ x } 100 \qquad \text{(IV.17)}$$

Avec ;

Δm: la perte de masse de l'échantillon entre (400 et 600)°C, déterminée de la courbe d'ATG.

m_e: la masse de l'échantillon.

$M_{Ca(OH)_2}$: la masse molaire de la portlandite = 74 g / mol.

M_{H_2O}: la masse molaire de H_2O = 18 g / mol.

- ***La teneur en calcite***

De la formule (IV.2), on déduit la teneur de la calcite :

$$\%\ (CaCO_3) = \frac{\Delta m}{m_e} \text{ x } \frac{M_{CaCO_3}}{M_{CO_2}} \text{ x } 100 \qquad \text{(IV.18)}$$

Avec ;

Δm: la perte de masse de l'échantillon entre (630 et 800)°C, déterminée de la courbe d'ATG.

m_e: la masse de l'échantillon.

M_{CaCO_3} : la masse molaire de la calcite = 88 g / mol.

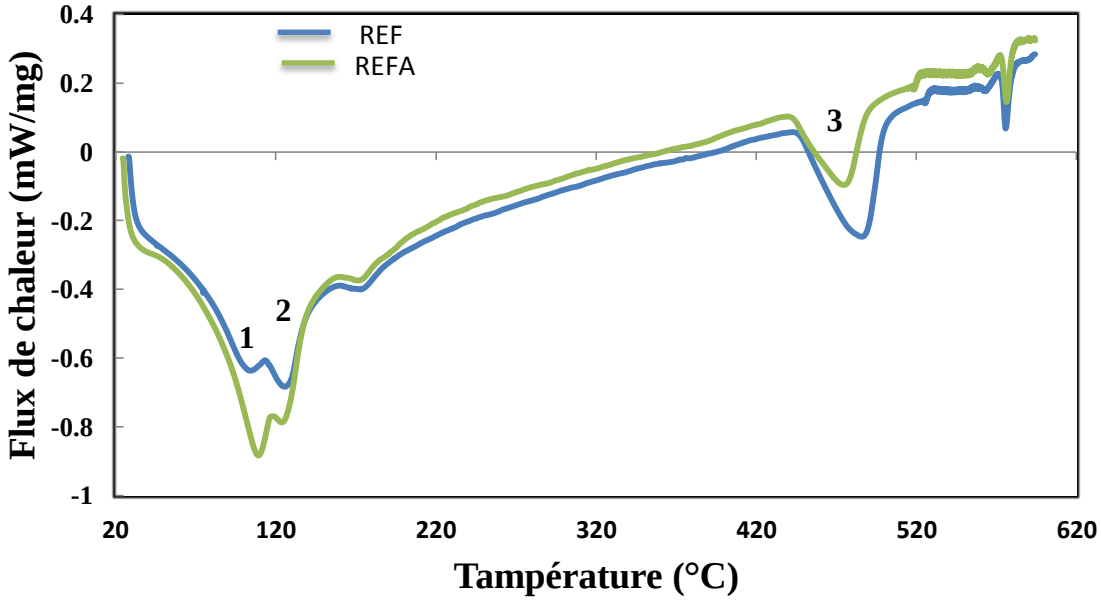
M_{CO_2}: la masse molaire de CO_2 = 44 g / mol.

Tableau IV.5: Teneur en portlandite et en calcite après 28 jours de cure

Echantillons	Teneur en portlandite (%)	Teneur en calcite (%)
REF	6 ± 0,2	8 ± 0,2
REFA	6 ± 0,3	9 ± 0,4

IV.4.4. Analyse thermique différentielle DSC

Les essais de DSC sont réalisés à 7, 28 et 90 jours de conservation sur les mortiers REF et REFA. Les résultats de la DSC à 28 jours sont représentés par la Figure IV.15.



1: H2O, 2: CSH- Ettringite, 3: Portlandite,

Figure IV.15. DSC pour les mortiers REF et REFA.

De cette figure, on observe l'apparition de 3 pics qui correspondent à la décomposition de certains hydrates ;

- . Les deux premiers pics observés entre 98 et 179 °C correspondent à l'évaporation de l'eau et de la disparition de la CSH et de l'éttringite.
- Le troisième pic à 473 °C correspond à la décomposition de la portlandite.

IV.5. Conclusion

L'ouvrabilité des mortiers modifiés avec la chènevotte ou les fibres de chanvre est réduite. La consistance dépend négativement de la longueur et de la teneur du renfort. Les résultats obtenus à la fois par des expériences du maniabilimètre et la table à secousses suggèrent que l'effet de la chènevotte sur la fluidité du mortier est moins prononcé par rapport aux fibres de chanvre.

Les résultats de flexion et de compression confirment les tendances de l'amélioration de la résistance mécanique des mortiers modifiés avec le temps de durcissement. L'amélioration de la résistance mécanique par rapport à un mortier de référence est conditionnée par un temps de durcissement supérieur à 7 jours.

L'addition de la chènevotte ou de la fibre de chanvre n'entraîne pas une grande différence de rigidité. Cette différence reste, en moyenne, moins de 2% et 7%, respectivement, pour la flexion et la compression.

La résistance mécanique dépend positivement de la longueur du renfort, du temps de durcissement et négativement de la teneur en renfort. Ceci est valable, à la fois, pour les mortiers modifiés par la chènevotte et les mortiers modifiés par des fibres, indépendamment, du type de chargement. Lors de la comparaison de la résistance moyenne pendant 7 jours et 90 jours, l'amélioration observée de la résistance à la compression est meilleure avec l'addition de la fibre de chanvre (69% supérieure à la référence contre 58% pour le mortier modifié par la chènevotte), mais entraîne une augmentation limitée de la résistance à la flexion (Seulement 38% de plus que la référence contre 58% pour le mortier modifié par la chènevotte).

Des formulations de mortier optimal impliquant soit des fibres de chanvre ou de la chènevotte doivent être prévues avec des charges d'au moins 20 mm de longueur et un contenu en poids ne dépassant pas 2%.

L'ajout de cendres volantes broyées entraîne une augmentation remarquable de la résistance mécanique, plus importante en compression (66 MPa). Les résultats en compression et en flexion démontrent que les formulations combinant des fibres naturelles avec des cendres volantes sont supérieures. Ces résultats ouvrent de nouvelles voies sérieuses, qui permettent de considérer des modèles à grande échelle de mortiers modifiés dans les applications de génie civil.

L'étude de la microstructure des mortiers modifiés par la fibre de chanvre et la chènevotte, par la microscopie électronique à balayage, montre une rugosité de la surface de la fibre et de la chènevotte, ce qui augmente l'adhérence entre le mortier et les renforts. La fibre de chanvre a tendance à se tordre. L'étude par la µ tomographie 3D, indique que la teneur en volume de porosité est plus grande pour les mortiers modifiés par la chènevotte, c'est-à-dire 5,08% contre 3,54% pour les mortiers modifiés par des fibres de chanvre. Les différences observées entre le poids de renfort et la teneur en volume suggèrent une répartition spatiale hétérogène des renforts, se produisant à une échelle de quelques centimètres. La porosité pondérée par la teneur en volume du renfort confirme que la chènevotte génère beaucoup plus de porosité que la fibre de chanvre dans une proportion aussi grande que 1: 3.

Avec L'analyse de DRX nous avons détecté de la calcite, du quartz, de la portlandite pour les mortiers référence REF et référence avec cendres volantes REFA. Dans cette dernière, nous avons détecté, en plus, des traces de CSH.

Les analyses thermiques (ATG et DSC) nous ont permis de connaitre les plages de températures de dégradations de certains hydrates (CSH, l'éttringite, la portlandite…). L'ATG nous a permis de déterminer le teneur en portlandite et en calcite de la REF et de la REFA.

Conclusion Générale

Ce travail de thèse sur les composites modifiés par des biopolymères comporte deux partie :

1- La première partie est l'étude du matériau 100% biopolymère amidon-zéïne (AZ), qui consiste à prédire l'endommagement interfacial, en utilisant l'approche de la loi de coulomb.

✓ Cette approche pour simuler l'interface du composite 100% biopolymère (AZ), s'est révélée efficace pour décrire l'endommagement au niveau de l'interface.

✓ Les deux composantes du critère de coulomb, la résistance interfaciale $\boldsymbol{\sigma_R}$ .et le coefficient de cisaillement $\boldsymbol{\beta}$ ont permis de bien décrire l'endommagement à l'interface.

✓ l'effet de la résolution est non linéaire.

✓ L'étude de l'endommagement permet de déterminer la teneur en phase au point de percolation.

2- La deuxième partie a été consacrée au mortier modifié par la fibre de chanvre MHXX et modifié par la chènevotte MSXX. Une caractérisation mécanique et structurale nous a permis de déterminer leurs caractéristiques.

✓ La fibre de chanvre et la chènevotte réduisent l'ouvrabilité du mortier modifié, l'effet de la chènevotte est moins important que celui de la fibre de chanvre.

✓ La résistance mécanique dépend positivement de la longueur du renfort, du temps de durcissement et négativement de la teneur en renfort, indépendamment du chargement.

- ✓ la résistance à la compression s'améliore avec le temps de durcissement, avec l'addition de la fibre de chanvre (69%> à la référence contre 58% pour le mortier modifié par la chènevotte), mais entraîne une augmentation limitée de la résistance à la flexion (Seulement 38% > à la référence contre 58% pour le mortier modifié par la chènevotte).
- ✓ Le mortier optimal est réalisé avec des charges d'au moins 20 mm de longueur et un contenu en poids ne dépassant pas 2%.
- ✓ la résistance en compression augmente jusqu'à 66 MPa, lorsqu'on rajoute des cendres volantes broyées.
- ✓ Les résultats en compression et en flexion démontrent que les formulations combinant des fibres naturelles avec des cendres volantes sont supérieures. Ce qui permet de considérer des modèles à grande échelle de mortiers modifiés dans les applications de génie civil.
- ✓ L'étude de la microstructure par MEB a montré une rugosité de la surface de la fibre de chanvre et de la chènevotte, ce qui augmente l'adhérence avec la matrice.
- ✓ La µ tomographie à rayon X a révélé que la porosité pondérée par la teneur en volume du renfort confirme que la chènevotte génère beaucoup plus de porosité que la fibre de chanvre dans une proportion aussi grande que 1: 3 .
- ✓ L'analyse de DRX a révélée qu'en plus de la calcite, du quartz et de la portlandite, on détecte des traces de CSH dans le mortier avec cendres volantes REFA.
- ✓ L'ATG et la DSC nous ont permis de connaitre les plages de températures de dégradation de certains hydrates (CSH, l'éttringite, la portlandite).
- ✓ L'ATG nous a permis de déterminer le teneur en portlandite et en calcite de la REF et de la REFA.

Perspectives

En raison du caractère multidisciplinaire de cette étude, les résultats partiels obtenus, nous offrent un grand nombre de perspectives:

✓ L'efficacité du modèle numérique nous permet de le mettre en application pour d'autres microstructures de composites modifiés par des biopolymères pour conforter l'approche utilisée.

✓ D'autres approches sont également envisageables pour prédire le comportement des composites modifiés par des biopolymères et le rôle de l'endommagement interfacial.

✓ Une étude de vieillissement déjà entamée, qui va nous informer plus sur l'efficacité du chargement sur le long terme.

✓ Une étude acoustique en parallèle de l'étude de vieillissement qui va nous permettre de déterminer le module de Young dynamique

✓ La base de données expérimentale nous permet la validation d'un modèle numérique basé sur la reconstruction des images 3D obtenues par µ tomographie, avant et après les tests mécaniques.

Références Bibliographiques

A.Gandini, T. L. (2015). "From monomers to polymers from renewable resources: Recent advances." Progress in Polymer Science.

ABQ (2005). (In french) Guide de bonnes pratiques pour l'utilisation des fibres dans le béton, Association béton Québec**:** 38.

ACI (2001). State-of-the-Art Report on Fiber Reinforced Concrete, ACI Committee 544**:** 66.

Abiola, O. S., W. K. Kupolati, E. R. Sadiku and J. M. Ndambuki (2014). "Utilisation of natural fibre as modifier in bituminous mixes: A review." Construction and Building Materials **54**: 305-312.

Alavudeen, A., M. Thiruchitrambalam, N. Venkateshwaran and A. Athijayamani (2011). "Review of Natural Fiber Reinforced Woven Composite." Reviews on Advanced Materials Science **27**(2): 146-150.

Arnaud, L. and E. Gourlay (2012). "Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes." Construction and Building Materials **28**(1): 50-56.

Arthanarieswaran, V. P., A. Kumaravel and M. Kathirselvam (2014). "Evaluation of mechanical properties of banana and sisal fiber reinforced epoxy composites: Influence of glass fiber hybridization." Materials & Design **64**: 194-202.

Awwad, E., M. Mabsout, B. Hamad, M. T. Farran and H. Khatib (2012). "Studies on fiber-reinforced concrete using industrial hemp fibers." Construction and Building Materials **35**: 710-717.

Ayadi, A., H. Nouri, S. Guessasma and F. Roger (2015). "An original approach to assess elastic properties of a short glass fibre reinforced thermoplastic combining X-ray tomography and finite element computation." Composite Structures **125**: 277-286.

Belaadi, A., A. Bezazi, M. Bourchak and F. Scarpa (2013). "Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres." Materials & Design **46**: 76-83.

Benabou, L. (2002). Etude analytique et numérique de l'endommagement intefacial de composite Al/SiCp., Université Lille I.

Benezet, J. C., A. Stanojlovic-Davidovic, A. Bergeret, L. Ferry and A. Crespy (2012). "Mechanical and physical properties of expanded starch, reinforced by natural fibres." Industrial Crops and Products **37**(1): 435-440.

Bentur, A. and S. Mindess (2007). Fibre Reinforced Cementitions composites, Taylor & Francis.

Bledzki, A. K. and J. Gassan (1999). "Composites reinforced with cellulose based fibres." Progress in Polymer Science **24**(2): 221-274.

Blennow, A., S. B. Engelsen, T. H. Nielsen, L. Baunsgaard and R. Mikkelsen (2002). "Starch phosphorylation: a new front line in starch research." Trends in Plant Science **7**(10): 445-450.

Chanvrier, H., P. Colonna, G. Della Valle and D. Lourdin (2005). "Structure and mechanical behaviour of corn flour and starch-zein based materials in the glassy state." Carbohydrate Polymers **59**(1): 109-119.

Chanvrier, H. (2004). Matériaux à base de biopolymères du maïs : élaboration et comportement mécanique Thèse de doctorat en Génie des procédés, Nantes.

Cheng, J., P. W. Zheng, F. Zhao and X. F. Ma (2013). "The composites based on plasticized starch and carbon nanotubes." International Journal of Biological Macromolecules **59**: 13-19.

Colinart, T., P. Glouannec and P. Chauvelon (2012). "Influence of the setting process and the formulation on the drying of hemp concrete." Construction and Building Materials **30**(0): 372-380.

" Compos Sci Technol " **63**(11): 1647–1654.

Coutts, R. S. P. (2005). "A review of Australian research into natural fibre cement composites." Cement & Concrete Composites **27**(5): 518-526.

Copeland, L., J. Blazek, H. Salman and M. C. M. Tang (2009). "Form and functionality of starch." Food Hydrocolloids **23**(6): 1527-1534.

D. Knorr, B. I. O. A.-O. a. V. H. (2002). "Nutritional improvement of plant foods by non-thermal processing." Proceedings of the Nutrition Society 61(2): 311-318.

Dang, K. M. and R. Yoksan (2015). "Development of thermoplastic starch blown film by incorporating plasticized chitosan." Carbohydrate Polymers **115**: 575-581.

Das, K., D. Ray, N. R. Bandyopadhyay, S. Sahoo, A. K. Mohanty and M. Misra (2011). "Physico-mechanical properties of the jute micro/nanofibril reinforced starch/polyvinyl alcohol biocomposite films." Composites Part B-Engineering **42**(3): 376-381.

de Bruijn, P. B., K.-H. Jeppsson, K. Sandin and C. Nilsson (2009). "Mechanical properties of lime–hemp concrete containing shives and fibres." Biosystems Engineering **103**(4): 474-479.

de Oliveira, L. A. P. and J. P. Castro-Gomes (2011). "Physical and mechanical behaviour of recycled PET fibre reinforced mortar." Construction and Building Materials **25**(4): 1712-1717.

Duanmu, J., E. K. Gamstedt, A. Pranovich and A. Rosling (2011). "Allyloxy-modified starch with low degree of substitution for fiber reinforced thermoset starch composites." Composites Science and Technology **71**(4): 520-527.

El-Dieb, A. S. and M. M. R. Taha (2012). "Flow characteristics and acceptance criteria of fiber-reinforced self-compacted concrete (FR-SCC)." Construction and Building Materials **27**(1): 585-596.

Elfordy, S., F. Lucas, F. Tancret, Y. Scudeller and L. Goudet (2008). "Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete ("hempcrete") manufactured by a projection process." Construction and Building Materials **22**(10): 2116-2123.

Espinosa-Dzib, A., M. Ramirez-Gilly and A. Tecante (2012). "Viscoelastic behavior and microstructure of aqueous mixtures of cross-linked waxy maize starch, whey protein isolate and kappa-carrageenan." Food Hydrocolloids **28**(2): 248-257.

Faruk, O., A. K. Bledzki, H. P. Fink and M. Sain (2012). "Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010." Progress in Polymer Science **37**(11): 1552-1596.

Frogley MD, R. D., Wagner DH (2003). "Mechanical properties of carbon nanoparticle-reinforced elastomers.

Fu, F. F., H. B. Luo, H. Zhong and A. Hill (2014). "Development of a Carbon Emission Calculations System for Optimizing Building Plan Based on the LCA Framework." Mathematical Problems in Engineering.

Girones, J., J. P. Lopez, P. Mutje, A. J. F. Carvalho, A. A. S. Curvelo and F. Vilaseca (2012). "Natural fiber-reinforced thermoplastic starch composites obtained by melt processing." Composites Science and Technology **72**(7): 858-863.

Georgopoulou, E., Y. Sarafidis, S. Mirasgedis, C. A. Balaras, A. Gaglia and D. P. Lalas (2006). "Evaluating the need for economic support policies in promoting greenhouse gas emission reduction measures in the building sector: The case of Greece." Energy Policy **34**(15): 2012-2031.

Gong, X. Z., Z. R. Nie, Z. H. Wang, S. P. Cui, F. Gao and T. Y. Zuo (2012). "Life Cycle Energy Consumption and Carbon Dioxide Emission of Residential Building Designs in Beijing A Comparative Study." Journal of Industrial Ecology **16**(4): 576-587.

Graham, R. K., B. S. Huang, X. Shu and E. G. Burdette (2013). "Laboratory evaluation of tensile strength and energy absorbing properties of cement mortar reinforced with micro- and meso-sized carbon fibers." Construction and Building Materials **44**: 751-756.

Gustavsson, L., A. Joelsson and R. Sathre (2010). "Life cycle primary energy use and carbon emission of an eight-storey wood-framed apartment building." Energy and Buildings **42**(2): 230-242.

Guessasma, S., D. Bassir and L. Hedjazi (2015). "Influence of interphase properties on the effective behaviour of a starch-hemp composite." Materials & Design **65**: 1053-1063.

Guessasma, S., N. Benseddiq and D. Lourdin (2010). "Effective Young's modulus of biopolymer composites with imperfect interface." International Journal of Solids and Structures **47**(18-19): 2436-2444.

Guessasma, S. R. S. (2011). "Three-phase model and digital image correlation to assess the interphase effect on the elasticity of carbohdyrate polymer-based composites reinforced with glass–silica beads." Carbohydrate Polymers **83**(1): 246-256.

Guessasma, S. and L. Hedjazi (2012). "On the fragmentation of airy cereal products exhibiting a cellular structure: Mechanical characterisation and 3D finite element computation." Food Research International **49**(1): 242-252.

Hamzaoui, R., O. Bouchenafa, S. Guessasma, N. Leklou and A. Bouaziz (2016). "The sequel of modified fly ashes using high energy ball milling on mechanical performance of substituted past cement." Materials & Design **90**: 29-37.

Hamzaoui, R., S. Guessasma, B. Mecheri, A. M. Eshtiaghi and A. Bennabi (2014). "Microstructure and mechanical performance of modified mortar using hemp fibres and carbon nanotubes." Materials & Design **56**: 60-68.

Hbib, M., S. Guessasma, D. Bassir and N. Benseddiq (2011). "Interfacial damage in biopolymer composites reinforced using hemp fibres: Finite element simulation and experimental investigation." Composites Science and Technology **71**(11): 1419-1426.

Hendrickx, R. (2009). The adequate measurement of the workability of masonry mortar. PhD Thesis, Universiteit Leuven.

Hirano, T., S. Kato, S. Murakami, T. Ikaga, Y. Shiraishi and H. Uehara (2006). "A study on a porous residential building model in hot and humid regions part 2 - reducing the cooling load by component-scale voids and the CO2 emission reduction effect of the building model." Building and Environment **41**(1): 33-44.

Hirschi, T., H. Knauber, M. Lanz, J. Schlumpf, J. Schrabback, C. Spirig and U. Waeber (2005). Sika concrete handbook. switzerland, Sika.

Hull D, C. T. (1996). " An introduction to composite materials." Cambridge : Cambridge University press.

Iucolano, F., B. Liguori, D. Caputo, F. Colangelo and R. Cioffi (2013). "Recycled plastic aggregate in mortars composition: Effect on physical and mechanical properties." Materials & Design (1980-2015) **52**: 916-922.

Ivana Ljubić Herceg, Anet Režek Jambrak, , Drago Šubarić, Mladen Brnčić, , Suzana Rimac Brnčić, , Marija Badanjak, , Branko Tripalo, Damir Ježek, , Dubravka Novotni and Zoran Herceg (2010). "Texture and Pasting Properties of Ultrasonically Treated Corn Starch." Czech J. Food Sci. 28(2): 83-93.

Jbilou, F. (2011). Elaboration de matériaux à base de farine de maïs : évaluation et compréhension des relations entre structure et cinétique de biodégradation. Phd, Université Lyon 1.

Ji, C., T. Hong and H. S. Park (2014). "Comparative analysis of decision-making methods for integrating cost and CO2 emission - focus on building structural design." Energy and Buildings **72**: 186-194.

Jie, D. M., E. K. Gamstedt, A. Pranovich and A. Rosling (2010). "Studies on mechanical properties of wood fiber reinforced cross-linked starch composites made from enzymatically degraded allylglycidyl ether-modified starch." Composites Part a-Applied Science and Manufacturing **41**(10): 1409-1418.

Jobling, S. (2004). "Improving starch for food and industrial applications." Current Opinion in Plant Biology **7**(2): 210-218.

Khayat, K. H. and Y. Roussel (2000). "Testing and performance of fiber-reinforced, self-consolidating concrete." Materials and Structures **33**(230): 391-397.

Le, A. T., A. Gacoin, A. Li, T. H. Mai and N. El Wakil (2015). " Influence of various starch/hemp mixtures on mechanical and acoustical behavior of starch-hemp composite materials." Composites Part B: Engineering **75**: 201-211.

Lewin, M. (2007). Handbook of fiber chemistry, CRC Press.

Li, H., H. G. Xiao, J. Yuan and J. P. Ou (2004). "Microstructure of cement mortar with nano-particles." Composites Part B-Engineering **35**(2): 185-189.

Li, Y., Y. W. Mai and L. Ye (2000). "Sisal fibre and its composites: a review of recent developments." Composites Science and Technology **60**(11): 2037-2055.

Li, Z. J., X. G. Wang and L. J. Wang (2006). "Properties of hemp fibre reinforced concrete composites." Composites Part a-Applied Science and Manufacturing **37**(3): 497-505.

Lomeli-Ramirez, M. G., S. G. Kestur, R. Manriquez-Gonzalez, S. Iwakiri, G. B. de Muniz and T. S. Flores-Sahagun (2014). "Bio-composites of cassava starch-green coconut fiber: Part II-Structure and properties." Carbohydrate Polymers **102**: 576-583.

Luo, H. L., G. Y. Xiong, C. Y. Ma, D. Y. Li and Y. Z. Wan (2014). "Preparation and performance of long carbon fiber reinforced polyamide 6 composites injection-molded from core/shell structured pellets." Materials & Design **64**: 294-300.

Mamlouk, H. and S. Guessasma (2013). "Finite element simulation of the compression behaviour of airy breakfast cereals." Innovative Food Science & Emerging Technologies **19**: 190-203.

Merta, I. and E. K. Tschegg (2013). "Fracture energy of natural fibre reinforced concrete." Construction and Building Materials **40**: 991-997.

Moussawi, A., J. Xu, H. Nouri, S. Guessasma and G. Lubineau (2014). "Volume digital image correlation to assess displacement field in compression loaded bread crumb under X-ray microtomography." Innovative Food Science & Emerging Technologies **25**: 78-87.

Misnon, M. I., M. M. Islam, J. A. Epaarachchi and K. T. Lau (2015). "Analyses of woven hemp fabric characteristics for composite reinforcement." Materials & Design **66**: 82-92.

Nassen, J., J. Holmberg, A. Wadeskog and M. Nyman (2007). "Direct and indirect energy use and carbon emissions in the production phase of buildings: An input-output analysis." Energy **32**(9): 1593-1602.

Pacheco-Torgal, F. and S. Jalali (2011). "Cementitious building materials reinforced with vegetable fibres: A review." Construction and Building Materials **25**(2): 575-581.

Petrucci, R., C. Santulli, D. Puglia, F. Sarasini, L. Torre and J. M. Kenny (2013). "Mechanical characterisation of hybrid composite laminates based on basalt fibres in combination with flax, hemp and glass fibres manufactured by vacuum infusion." Materials & Design **49**: 728-735.

Ramakrishna, G. and T. Sundararajan (2002). Effect of superplasticizer on the rheological properties of coir fibre reinforced cement mortar. 27th Conference on our world in concrete & structures Singapore, CI-Premier PTE LTD**:** 489-492.

Rjafiallah, S., S. Guessasma and H. Bizot (2010). "Effect of surface etching on interphase and elastic properties of a biocomposite reinforced using glass-silica particles." Composites Science and Technology **70**(8): 1272-1279.

Rjafiallah, S., S. Guessasma and D. Lourdin (2009). "Effective properties of biopolymer composites: A three-phase finite element model." Composites Part a-Applied Science and Manufacturing **40**(2): 130-136.

Rjafiallah, S., S. Guessasma and H. Bizot (2010). "Effect of surface etching on interphase and elastic properties of a biocomposite reinforced using glass-silica particles." Composites Science and Technology **70**(8): 1272-1279.

Rossi, P. and N. Harrouche (1990). "Mix design and mechanical behaviour of some steel-fibre-reinforced concretes used in reinforced concrete structures." Materials and Structures **23**: 256-266.

S. Manchun, J. N., S. Limmatvapirat and P.Sriamornsak (2012). "Effect of Ultrasonic Treatment on Physical Properties of Tapioca Starch " Advanced Materials Research 506: 294-297.

Sachan, A. K. and C. V. S. Kameswara Rao (1988). "A cone penetration test for workability of fibre reinforced concrete." Materials and Structures **21**: 448-452.

Sahmaran, M., A. Yurtseven and I. O. Yaman (2005). "Workability of hybrid fiber reinforced self-compacting concrete." Building and Environment **40**(12): 1672-1677.

Sedan, D., C. Pagnoux, A. Smith and T. Chotard (2008). "Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction." Journal of the European Ceramic Society **28**(1): 183-192.

Shah, D. U. (2014). "Natural fibre composites: Comprehensive Ashby-type materials selection charts." Materials & Design **62**: 21-31.

Siddhartha and K. Gupta (2012). "Mechanical and abrasive wear characterization of bidirectional and chopped E-glass fiber reinforced composite materials." Materials & Design **35**: 467-479.

Singh, J., L. Kaur and O. J. McCarthy (2007). "Factors influencing the physico-chemical, morphological, thermal and rheological properties of some chemically modified starches for food applications - A review." Food Hydrocolloids **21**(1): 1-22.

Stamboulis, A., C. A. Baillie and T. Peijs (2001). "Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers." Composites Part a-Applied Science and Manufacturing **32**(8): 1105-1115.

Swamy, R. N. and A. H. Jojagha (1982). "Workability of steel fibre reinforced lightweight aggregate concrete." The International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete **4**(2).

Taguet, A., M. A. Huneault and B. D. Favis (2009). "Interface/morphology relationships in polymer blends with thermoplastic starch." Polymer **50**(24): 5733-5743.

Tang, X. Z. and S. Alavi (2011). "Recent advances in starch, polyvinyl alcohol based polymer blends, nanocomposites and their biodegradability." Carbohydrate Polymers **85**(1): 7-16.

Thomsen, A. B., S. Rasmussen, V. Bohn, K. Vad Nielsen and A. Thygesen (2005). Hemp raw materials: The effect ofcultivar, growth conditions and pretreatment on the chemical composition of the fibres, Risø Natio Laboratory report, Denmark.

Vignon, M. R., C. GarciaJaldon and D. Dupeyre (1995). "Steam explosion of woody hemp chenevotte." International Journal of Biological Macromolecules **17**(6): 395-404.

Vilaseca, F., J. A. Mendez, A. Pelach, M. Llop, N. Canigueral, J. Girones, X. Turon and P. Mutje (2007). "Composite materials derived from biodegradable starch polymer and jute strands." Process Biochemistry **42**(3): 329-334.

Walker, R., S. Pavia and R. Mitchell (2014). "Mechanical properties and durability of hemp-lime concretes." Construction and Building Materials **61**(0): 340-348.

Zou, J. W., F. Zhang, J. Huang, P. R. Chang, Z. M. Su and J. H. Yu (2011). "Effects of starch nanocrystals on structure and properties of waterborne polyurethane-based composites." Carbohydrate Polymers **85**(4): 824-831.

Résumé

Cette étude des composites modifiés par des biopolymères est divisée en deux parties :

1- l'étude de l'endommagement interfacial du composite 100% biopolymère, Amidon-Zéïne (AZ). La méthodologie consiste en l'importation d'images de microstructures réelles de composite (AZ), obtenues par Microscopie à balayage laser Confocal (CLSM), en un modèle élément fini. La déformation de l'interface est assimilée à une très fine couche de matériau élastique, intercalé entre la matrice et le renfort, appelée interphase, qui se comporte élastiquement à travers deux rigidités, normale et tangentielle. L'approche utilisée est celle de la loi de Coulomb, le critère d'endommagement local consiste à comparer les contraintes calculées en chaque point de l'interface à une résistance limite R, au-delà de laquelle la liaison se rompt. L'effet de la résolution, de la teneur en phase de la force interfaciale et du module de cisaillement ont été étudié. la résistance interfaciale $\boldsymbol{\sigma_R}$ .et le coefficient de cisaillement $\boldsymbol{\beta}$ sont suffisants pour décrire l'endommagement à l'interface. La morphologie des phases des microstructures AZ et leur comportement sont inhérents à la percolation. L'étude de l'endommagement constitue un moyen efficace pour déterminer la teneur en phase au point de percolation.

2- L'étude de l'effet de l'ajout de fibres de chanvre et de chènevotte sur la microstructure et les performances mécaniques des mortiers modifiés. La formulation du mortier est ajustée avec différents pourcentages et longueurs de fibres de chanvre ou chènevotte. La maniabilité des mortiers modifiés frais s'effectue à l'aide de deux techniques principales, le maniabilimètre LCPC et la table à secousse. Les effets microstructurales sont révélés à l'aide de la µ tomographie de rayons X, où le contenu des pores et l'arrangement spatial 3D et le contenu du chanvre ou chènevotte sont tous étudiés. La performance mécanique est dérivée des essais de flexion et de compression à différents temps de durcissement. Les résultats montrent le potentiel d'utilisation de fibres naturelles comme substitut qui mène, dans cette étude, à l'amélioration de la résistance mécanique mais à la détérioration de la rigidité. Des performances mécaniques supérieures avec une résistance à la compression de plus de 66 MPa sont obtenues à l'aide d'un procédé de broyage à billes à très haute énergie de cendres volantes qui sont ajoutées au mortier non-modifié. Les résultats montrent également que les formulations optimales doivent impliquer à la fois des charges de chanvre ou chènevotte et des cendres volantes broyées. Ces formulations révèlent une performance mécanique supérieure par rapport à toutes les formulations testées après seulement, 7 jours de durcissement.

Mots clefs : composite amidon-zéine, endommagement interfacial, fibre de chanvre, chènevotte, mortier modifié, cendres volantes broyées, performance mécanique, µtomographie à rayon X.

Abstract

This study of composites modified by biopolymers is divided into two parts:

1- The study of the interfacial damage of the 100% biopolymer composite, Starch-Zein (SZ). The methodology assumes the direct importing images of microstructures SZ composite, obtained by Confocal Laser Scanning Microscopy (CLSM), into a finite element model. Interface deformation is assimilated to a very thin layer of elastic material, interposed between the matrix and the reinforcement, called the interphase, which behaves elastically through two normal and tangential rigidities. The approach used is Coulomb law; the criterion of local damage consists in comparing the stresses calculated at each point of the interface with a limit resistance R, beyond which the link breaks. Resolution, phase content, the interfacial force and the shear modulus effects were studied. Interfacial resistance σ_R and the shear coefficient β are sufficient to describe the damage at the interface. Phase morphology of AZ microstructures and their behavior are inherent in percolation. Damage analysis is an effective means of determining the phase content at the point of percolation.

2- The study of the effect of hemp fiber and shives addition on modified mortar's microstructure and mechanical performance. The mortar formulation is adjusted with different percentages and lengths of either hemp fiber or shives. Workability of the fresh modified mortars is carried out using two main techniques, the LCPC maniabilimeter and the flow table. Microstructural effects are revealed using X-ray tomography, where the pores contents and the 3D spatial arrangement and the content of hemp or shives are all investigated. Mechanical performance is derived from bending and compression testing at different curing times. Results show the potential of using natural fibers as substitutes leading, in this study, to improvement of mechanical strength but to the deterioration of stiffness. Superior mechanical performance with compression full strengths as large as 66 MPa is achieved by a high-energy ball milling process of fly ashes that are added to the unmodified mortar. Results show also that optimal formulations need to involve both hemp fillers and milled fly ashes. These formulations reveal superior mechanical performance compared to all tested conditions after only 7 days of curing.

Keywords: Starch-zein composite, interfacial damage, hemp fiber, shive fiber, modified fiber, milled fly ashes, Mechanical performance, X-ray μ-tomography.

ملخص

هذه الدراسة للمركبات بيوبولمرية مقسمة الى قسمين:

1- دراسة للتلف الواجهي للمركب 100% بيوبوليمر نشاء-زيين. المنهجية تكمن في جلب صور للبنية الميكروسكوبية للمركب المتحصل عليها بمجهرالليزر للنموذج العناصر المنتهية. تشويه الواجهة يشبه طبقة جد رفيعة كمادة مطاطية ما بين المصفوفة و الدعم والتي تتصرف مطاطيا ما بين تصلبين نظامي و مماسي. التقريب المستعمل هو قانون كولومب . معيار التلف المحلي يكمن في مقارنة الاجهادات المحسوبة في كل نقطة من الواجهة لمقاومة نهائيةR، تنكسر بعدها الرابطة. أثر نسبة المكون و القوة الواجهية و وحدة الاقتطاع تم دراستها. مقاومة الواجهة و معامل االاقتطاع يكفيان لوصف الاتلاف في الواجهة. مورفولوجيا مكونات البنية الميكروسكوبية للمركب و تصرفهم مرتبطة بنقطة التحول. دراسة التلف تعتبر طريقة فعالة لتحديد نسبة المكونات في نقطة التحول.

2- دراسة أثر زيادة ألياف القنب للبنية المكروسكوبية و الاداء الميكانيكي للملاط المعدل. صيغة الملاط معدلة بعدة نسب و أطوال للألياف القنب. مرونة الملاط المعدل في الحالة الطرية تم تقييمها بطريقتين جهاز قياس المرونة LCPC و الطاولة الاهتزازية. أثار البنية المكروسكوبية تم اكتشافها بالميكروتوموغرافي بأشعاع X ، أين محتوى الفراغات و الترتيب°المكاني 3D ومحتوى القنب تم دراستها. الأداء الميكانيكى مشتق من تجارب الانحناء والانضغاط. في عدة أوقات من التصلب. النتائج تبين قدرة استعمال الألياف الطبيعية كمستبدل الذي يؤدي في هذه الدراسة لتحسين المقاومة الميكانيكية و لكن يتلف الصلابة. أدآت ميكانكية عالية مع مقاومة انضغاط بأكثر من MPa 66 تم التحصل عليها بواسطة طريقة طحن بكريات بطاقة كبرى للرماد الطيارالذي أضيف للملاط الذي لم يعدل. النتائج تبين كذلك بأن الصيغة المثالية تحتوي على ألياف القنب و الرماد الطيار. هاته الصيغ تبين أداء ميكاني عالي بالنظر للصيغ الأخرى و هذا بعد 7 أيام فقط.

كلمات المفاتيح: نشاء، زيين ، تلف واجهي، ألياف القنب، ملاط معدل، رماد طيار مطحون، أداء ميكانيكي، ميكروتموغرافيا باشعاع X.