

## **Ecole Nationale Polytechnique**

Département de Génie Civil Laboratoire Construction et Environnement

## THESE DE DOCTORAT

Présentée par :

## MOHAMED BENTCHIKOU

Ingénieur d'Etat en Génie Mécanique, option : Construction de L'université de Blida Magister en Energétique du Centre Universitaire de Médéa

En vue de l'obtention du titre de Doctorat en Génie Civil Option : Matériaux



## CONTRIBUTION A L'ETUDE ET A L'ELABORATION DE MATERIAUX COMPOSITES POUR L'ISOLATION THERMIQUE Cas de béton de fibres de papiers recyclés.

Soutenue à l'ENP, Le Jeudi, 29 Mai 2008 devant le jury composé de :

Mr. A. BALI	Professeur, ENP, Alger	Président
Mr. K. SILHADI	Maître de Conférences, ENP, Alger	Directeur de Thèse
Mr. S. KENAI	Professeur, Université de Blida	Examinateur
Mr. N. HANNACHI	Professeur, Université de Tizi ouzou	Examinateur
Mr.S. HANINI	Professeur, Centre Universitaire de Médéa	Examinateur
Mme. R. KETTAB	Maître de Conférences, ENP, Alger	Examinateur
Mme. K. SCRIVENEI	R Professeur à l'Ecole polytechnique fédérale de Lau	isanne Invitée

Ecole Nationale Polytechnique, 10, Avenue Hassan Badi El-Harrach, Alger e-mail : dar@enp.edu.dz

#### Dédicaces

Je dédie cette thèse de Doctorat à :

Mes chers parents pour leurs sacrifices;
Ma femme, pour sa passion et sa patience ;
Mes enfants : Mohamed Islem, Radhia et Nassima ;
Mes frères et sœurs ;
Tous mes proches et amis fidèles ;
Tous ceux qui m'ont soutenu de près ou de loin.

Que ces chères personnes trouvent dans ce travail le fruit de leurs efforts et leurs sacrifices.

Mohamed

#### Remerciements

Mes premiers remerciements vont aux équipes dans les deux laboratoires ou ce travail a été accompli, il s'agit en l'occurrence le laboratoire des Matériaux de Construction (LMC) du département Matériau (DMX) de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL) dirigé par la Professeur K. SCRIVENER et le laboratoire Construction et Environnement (LCE) de l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP) d'Alger dirigé par le Professeur A. BALI.

J'éprouve une grande fierté d'avoir eu Monsieur K. SILHADI comme directeur de thèse. Ses qualités humaines, son soutien et sa confiance à mon égard, sa rigueur scientifique et son dynamisme communicatif ont permis de faire de cette thèse ce qu'elle est aujourd'hui.

Mes plus vifs remerciements vont également à Madame la professeur K. SCRIVENER, pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire où la plus grande partie du travail a été fait, et pour ses orientations et sa rigueur. En outre, mon séjour passé au sein de son équipe a constitué un véritable enrichissement tant professionnel que personnel.

Je sais gré à Monsieur A. BALI, Professeur à l'ENP d'Alger de m'avoir fait l'honneur d'accepter la présidence du jury de soutenance.

Ma profonde reconnaissance s'adresse à Messieurs : *N. HANNACHI*, Professeur à l'Université de Tizi Ouzou. *S. KENAI Professeur à l'Université de Blida*, *S. HANINI professeur au Centre Universitaire de Médéa et Dr. R. KETTAB Maître de conférence à l'ENP* pour avoir bien voulu évaluer et juger ce travail en qualité d'examinateurs.

Je suis très reconnaissant à Messieurs A. GUIDOUM et E. GALLUCCI, qui ont suivi mes travaux de très prés, pour leurs conseils et pour toute l'aide qu'ils m'ont apportée.

Je ne saurai oublier Monsieur S. HANINI pour son aide et son soutien durant ce parcours.

Je remercie tous mes collègues doctorants qui ont contribué à créer une ambiance de travail agréable dans le laboratoire, je pense à P. MATUR, S. LAMBERET, M. BENHAHA, C. PIGNAT, F. HEGER.

C'est avec un grand plaisir que je remercie Messieurs M. DIZERENS, P. SIMONIN. P. VULLIEMIN pour leur contribution à la réalisation du montage expérimentale (dispositif de mesure thermique).

La contribution de Messieurs C. ROULET du laboratoire d'énergie solaire (LESO) de l'EPFL et F. LUDGER du laboratoire de métallurgie mécanique (LMM) de l'EPFL ne peut être oubliée et dont j'exprime tous mes remerciements.

Je remercie également Messieurs P. NAVI, T. FULLEMIN, Madame H. SUNDERLAND et tous ce qui a contribué de près ou de loin à l'accomplissement de cette thèse.

Mes remerciements les plus profonds vont vers ma femme ainsi que vers mon père et ma mère, mes sœurs et frères qui représentent un soutien de tous les instants.

#### RESUME

Cette étude consiste à montrer l'influence des ajouts de fibres cellulosiques de récupération sur quelques propriétés physiques, thermiques et mécaniques d'un matériau composite considéré comme béton léger.

Une composition binaire formée par du ciment et des fibres et une, par du ciment, des fibres et de la brique concassée sont étudiées simultanément. Quelques aspects de durabilité des composites élaborés sont présentés en fin de l'étude.

L'investigation par microscope électronique à balayage de la microstructure du composite a montré une distribution homogène des fibres dans la matrice et une amélioration de la résistance mécanique quand on utilise le rapport eau/ciment optimum déterminé.

Les résultats obtenus montrent une importante diminution de la densité et du coefficient de conductivité thermique avec l'augmentation du dosage en fibres dans la matrice.

Les résistances en compression et en traction par flexion diminuent avec le dosage en fibres, mais elles restent pour la concentration massique maximale testée (16%) dans les normes des matériaux de construction utilisés en maçonnerie non porteuse (ASTM C109/C 109M-98).

Afin de valider les résultats de la résistance en compression, différents modèles théoriques ont été appliqués et il a été montré qu'il y'a une bonne concordance entre les résultats expérimentaux et les résultats théoriques.

**MOTS** CLÉS: Mortier composite, Matrice minérale, Fibres cellulosiques, Conductivité thermique, Capacité calorifique, Microstructure, Résistances mécaniques, Durabilité.

#### ABSTRACT

This work presents an experimental study of the effect of adding cellulose-recycled fibres on physical, thermal and mechanical properties of lightweight composite.

Binary and tertiary composition respectively formed with cement, fibres and cement, fibres, crushed brick were studied simultaneously. Some durability aspect of the composite were also treated.

Backscattered electron (BSE) images taking in the scanning electron microscope (SEM) shows that increasing Water-Cement ratio up a certain limit (optimum), which depends on fibre fraction, improves the fibre dispersion and enhances mechanical strength.

Results show an important decrease of density and thermal conductivity with increase of fibre content.

Compression and flexural strength decreased but remain for the maximum fibre content (16%) on the standard range for hollow non-load bearing concrete masonry (ASTM C109/C 109M-98).

In order to validate results of compressive strength, different theoretical model were applied and it is shown that there is a good concordance between the experimental and theoretical results.

**KEY WORDS :** Mortar composite, Mineral matrix, Cellulose fibre, Thermal conductivity, Specific heat, Microstructure, Mechanical strengths, Durability.

#### ملخص

هذه الدراسة تهدف لتبيان مدى تأثير الأليف السليلوزية المسترجعة على بعض الخصائص الفيزيائية و الحرارية و الميكانيكية عند إضافتها لمادة مركبة معتبرين هذه الأخيرة كخرسانة خفيفة. تمت دراسة خليطين، الأول مكون من مركبتين (الاسمنت + ألياف) و الثاني من ثلاثة (اسمنت + ركام الآجر + ألياف) و هذا لدراسة بعض خصائص الخليطين. بعض مظاهر ديمومة المركب مقدمة في نهاية البحث.

. أظهر الفحص بالمجهر الالكتروني المسحي للبنية المجهرية للخليط توزيع متجانس للألياف في الخليط و كذا تحسين المقاومة الميكانيكية في حالة استعمال حدي للتناسب (ماء/اسمنت).

. النتائج المتحصل عليها أثبتت انخفاض معتبر للكثافة و الناقلية الحرارية للخليط و هذا مع ازدياد حمولة الألياف فيه

. المقاومة الميكانيكية تنخفض كلما زادت حمولة الألياف، و لكن عندما تصل هذه الحمولة في الخليط إلى حدها الأقصى المستعمل (16%) فإنها تبقى ضمن المقاييس الدولية لمواد البناء المستعملة في الإنشاءات البنائية (ASTM C109/C 109M-98).

. أظهر تطبيق عدة نماذج نظرية على النتائج المقاسة للمقاومة الضغطية بأن هناك توافق جيد بين القياسات التجريبية و النظرية.

**الكلمات الجو هرية :** مركب ملاط، قالب منجمي، ألياف سيليلوزية، الناقلية الحرارية ، السعة الحرارية، بنية مجهرية، مقاومة ميكانيكية، ديمومة.

## LISTE D'ABREVIATIONS

AN	Anhydres (grain de ciment anhydre)
ASTM	American Society for Testing and Material
ATD	Analyse Thermique Différentielle
ATG	Analyse Thermique Gravimétrique
BS	Norme Britanique (British standard)
BSE	Back Scattering Electron
CEM I	Ciment Portland dans la notation Européenne
CEN	Comité Européen de Normalisation
СН	Calcium Hydroxyde
CNERIB	Centre Nationale d'Etude et de Recherche Intégré du Bâtiment
CPA	Ciment Portland Artificiel
CSH	Calcium Silicate Hydrate phase
DRX	Diffraction par Rayons X
EDS	Energy Dispersion Spectrometry
EPFL	Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne
HR	Humidité Relative
ISO	International Standard Organization
LMC	Laboratoire des Matériaux de Construction
MB	Mortier avec Brique Concassée
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MEM	Ministère de l'Energie et des Mines
MIP	Mercury Intrusion Porosimetry
NFP	Normalisation Française
OPC	Ordinary Portland Cement
PMV	Predicted Mean Vote
PPD	Predicted Percentage of Dissatisfied
RILEM	Regroupement International des Laboratoires de Recherches et d'Essais pour Matériaux et Structures.
SIA	Société des Ingénieurs et Architectes Suisses
TH	Taux d'Hydratation

## **NOMENCLATURES ET SYMBOLES**

Lettre	Désignation	Unité
С	Chaleur spécifique	$(J.Kg^{-1}.°c^{-1})$
d	densité	(-)
$\mathbf{F}_{\mathbf{a}}$	Fraction volumique des grains de ciment non réagis	(-)
F <sub>c</sub>	Fraction volumique du ciment dans le mélange	(-)
h	Coefficient d'échange thermique	$(W.m^{-2}.°C^{-1})$
L	Longueur de l'éprouvette	( <b>cm</b> )
$M_h$	Masse humide des fibres	( <b>g</b> )
$M_s$	Masse sèche des fibres	(g)
n	Nombre de fibres	(-)
р	Périmètre de l'éprouvette	( <b>m</b> )
$\mathbf{p}_{\mathbf{m}}$	Pression isotrope appliquée au mercure	$(N.m^{-2})$
R <sub>p</sub>	Rayon des pores	( <b>nm</b> )
$\mathbf{R}^2$	Erreur de régression	(-)
<b>R</b> <sub>c</sub>	Résistance en compression	(MPa)
R <sub>H</sub>	Résistance en compression développée en milieu humide	(MPa)
<b>R</b> <sub>S</sub>	Résistance en compression développée en milieu sec	(MPa)
S	Section de l'éprouvette	$(\mathbf{m}^2)$
t	temps	<b>(s)</b>
Т	Période	<b>(s)</b>
TH	Taux d'ydratation	(-)
$\mathbf{V}_{\mathbf{a}}$	Volume des grains de ciment non réagis	$(\mathbf{mm}^3)$
V <sub>Tot</sub>	Volume total du mélange	( <b>mm</b> <sup>3</sup> )
$\mathbf{W}_{1}$	Masse de l'échantillon séché à $105 \pm 1^{\circ}$ C	( <b>g</b> )
$W_2$	Masse de l'échantillon après ignification à $520 \pm 5^{\circ}$ C pendant 3 heures	(g)
$\mathbf{W}_{\mathbf{n}}$	Proportion d'eau non évaporée	(-)
$W_{nu}$	Proportion d'eau non évaporée pour une hydratation complette	(-)
Χ	Concentration massique en fibres	(%)
ζ	Capacité thermique volumique	$(MJ.m^{-3}.^{\circ}C^{-1})$
${\gamma}_{\scriptscriptstyle HG}$	Tension superficielle du mercure	(Nm <sup>-1</sup> )
θ	Angle de contacte	(°)
3	porosité	(-)
λ	Conductivité thermique	$(\mathbf{Wm}^{-1} \mathbf{C}^{-1})$
ρ	Masse volumique	( <b>Kg.m-</b> <sup>3</sup> )

#### INDEX DES TABLEAUX

## Chapitre I

Tableau I.1 : Classification des bétons légers selon Kass J.L. et al. (1972)	11
Tableau I.2 : Classification des bétons légers selon le guide ACI 213R-87	11

## Chapitre II

Tableau II.1 : Composition minéralogique du ciment	17
Tableau II.2 : Données caractéristiques du ciment	18
Tableau II.3 : Rapport E/C en fonction de la concentration en fibres	22

## Chapitre IV

<b>Tableau IV.1 :</b> Masses volumiques apparentes sèches du composite	ý
Tableau IV.2 : Chaleur spécifique et capacité thermique volumique du composite	5
Tableau IV.3 : Chaleur massique et capacité thermique volumique de quelques matériaux	K
légers	7
Tableau IV.4 : Conductivité thermique et masse volumique de quelques matériaux de	е
construction légers cités dans la littérature42	2
Tableau IV.5 : Différence de résistance entre les deux milieux de conservation	;
Tableau IV.6 : Constituants du composite pour un mètre cube de volume	1
Tableau IV.7: Correspondance entre les résistances en compression suivant la taille de	s
éprouvettes utilisées54	
Tableau IV.8 : Résistance en compression de quelques bétons légers en fonction de la masse	Э
volumique55	;
Tableau IV.9 : Taux d'hydratation TH (%) du composite à différentes teneurs en fibres grosses	
en fonction de la durée de cure65	5
Tableau IV.10 : Taux d'hydratation TH (%) du composite à différentes teneurs en fibres fine	S
en fonction de la durée de cure65	5
Tableau IV.11 : Porosités et masses volumiques de quelques matériaux cimentaires	1
Tableau IV.12 : Modèles théoriques utilisés simulant le nuage de points expérimentaux et leur	s
coefficients	7

## Chapitre V

<b>Tableau V.1 :</b> Composition minéralogique de la brique concassée	91
<b>Tableau V.2 :</b> Masses volumiques apparentes sèches du composite	93
<b>Tableau V.3 :</b> Chaleur spécifique et capacité thermique volumique du composite	94

#### **INDEX DES FIGURES**

## Chapitre I

Figure I. 1 : Variation de température dans un élément de construction hétérogène	8
Figure I. 2 : Classement général possible des fibres	15

#### **Chapitre II**

Figure II.1 : Schéma illustratif des différentes phases de traitement des déchets de papier	19
Figure II.2 : Fibres sous microscope électronique à balayage (MEB)	19
Figure II. 3 : Courbe donnant la cinétique d'absorption d'eau par les fibres	21

## Chapitre III

Figure III.1 : Montage utilisé pour la mesure de la conductivité thermique	24
Figure III.2 : Mesure des températures effectuées sur l'échantillon	26
Figure III. 3 : Exemple d'image prise par le MEB d'un échantillon de pâte de ciment	29
Figure III. 4 : Histogramme des niveaux de gris correspondant à l'image de la figure III.3	30
Figure III. 5 : Histogramme de segmentation des grains anhydres	31
Figure III. 6 : Histogramme de segmentation des hydroxydes de calcium	32

#### **Chapitre IV**

Figure IV. 1 : Densité apparente en fonction de la concentration en fibres ; comparaison avec certains
composites à fibres végétales
Figure IV. 2 : Chaleur spécifique et capacité thermique volumique en fonction de la teneur en
fibres
<b>Figure IV. 3 :</b> Conductivité thermique apparente $\lambda$ en fonction de la teneur en grosses fibres39
Figure IV. 4 : Densité apparente d du composite en fonction de la teneur en grosses fibres
(diamètre $\in [1.25, 5[mm)40]$
<b>Figure IV. 5 :</b> Conductivité thermique $\lambda$ en fonction de la densité apparente du composite40
Figure IV.6 : Conductivité thermique apparente $\lambda$ en fonction de la concentration pour les deux
types de fibres fines et grosses41
<b>Figure IV. 7 :</b> Résistance à la compression en fonction la concentration en fibre

<b>Figure IV. 8 :</b> Résistance à la traction par flexion en fonction la concentration en fibre43
Figure IV. 9 : Résistance à la compression en fonction de la concentration en fibres soit
introduites sèches, soit mouillées durant 13 jours avant confection du composite.44
Figure IV. 10 : Courbes granulométriques de 3 séries de fibres45
Figure IV. 11 : Courbes de répartition granulométrique pour 3 séries de fibres45
Figure IV. 12 : Résistance en compression en fonction de la concentration en fibres pour
différentes granulométries de fibres46
Figure IV. 13 : Résistance en compression en fonction de la concentration en fibres grosses pour
des éprouvettes conservées à 20 °C dans les deux milieux de cure (50 et
100%d'HR)47
<b>Figure IV. 14 :</b> Résistance en compression en fonction de la concentration en fibres ( $\Phi$ <5 mm)
pour des éprouvettes conservées à 20 °C et 100% d'HR pendant 1, 7 et 28 jours48
Figure IV. 15 : Résistance à la compression d'un béton [Zhang S et al. (2006)] en fonction de
E/C pour des éprouvettes conservées dans l'eau à 20 °C pendant respectivement 1, 7,
28 et 56 jours49
<b>Figure IV. 16 :</b> Effet de E/C sur la dispersion des fibres50
<b>Figure IV. 17 :</b> Résistance du composite à 10% de fibres en fonction de E/C51
<b>Figure IV. 18 :</b> Rapport (E/C) <sub>Optimum</sub> en fonction de la teneur en fibres
Figure IV. 19 : Résistance à la compression du composite qui correspond aux valeurs de
(E/C) optimum, en fonction de la concentration en fibres pour des éprouvettes
conservées 28 j à 100% d'HR53
<b>Figure IV. 20 :</b> Résistance à la compression en fonction de la densité sèche
Figure IV. 21 : Taux d'hydratation en fonction de la teneur en fibres pour une cure à 20°C et
100% d'HR
Figure IV. 22 : Taux d'hydratation en fonction de la teneur en fibres pour une cure à 20°C et
50% d'HR
Figure IV. 23 : Résistance en compression en fonction de la teneur en fibres fines et grosses
pour une cure à 20°C et 50% d'HR61
Figure IV. 24 : Résistance en compression en fonction du taux d'hydratation pour composite
avec des fibres fines conservé à 20°C et 50% d'HR62
Figure IV. 25 : Résistance en compression en fonction du taux d'hydratation pour composite

avec des fibres grosses conservé à 20°C et 50% d'HR	62
Figure IV. 26 : Taux d'hydratation en fonction du degré de saturation des fibres dans	l'eau
pour le composite à 4% en fibres	63
Figure IV. 27 : Comparaison du taux d'hydratation des composites fabriqués avec de	s fibres
fines, conservés pendant 7 jours dans deux milieux : sec et humide	
respectivement	64
Figure IV. 28 : Comparaison du taux d'hydratation des composites à 8 et 16% de fibr	res en
faisant varier E/C	66
Figure IV. 29 : Microstructure d'un composite à 4% de fibres, identification des prin	cipaux
éléments. (grossissement G = 3000)	67
<b>Figure IV. 30 :</b> Comparaison des microstructures entre : une pâte de ciment (0%) <b>a</b> )	et les
composites à différentes teneurs en fibres <b>b</b> ), <b>c</b> ), <b>d</b> ), <b>e</b> ), <b>f</b> )	68
Figure IV. 31 a) : Microstructure de la pâte de ciment (0%) et diffractogramme de 2	points de
l'échantillon avec tableau donnant les fractions des éléments analyse	és70
Figure IV. 31 b) : Microstructure du composite à 16% de fibres et diffractogramme d	le 2 points
de l'échantillon avec tableau donnant les fractions des éléments ana	lysé71
Figure IV. 32 : Comparaison des microstructures des composites étudiés, développée	es dans 3
ambiances de cure différentes	74
Figure IV. 33 : Porosité en fonction de la teneur en fibres pour différentes ambiances	de cure.75
Figure IV. 34 : Porosité du composite à 4 et 6 % de fibres fines et grosses	76
Figure IV. 35 : Porosité du composite à 4 % de fibres en fonction du temps de séjou	ır des fibres
dans l'eau	77
Figure IV. 36 : Comparaison de microstructure d'un composite à 8% de fibres, stock	é à 100%
d'HR respectivement pendant 7 et 105 jours	78
Figure IV. 37 : Comparaison de la porosité en fonction de la teneur en fibres entre ce	lle
déterminée par le MEB et mesurée par MIP	
Figure IV. 38 : Comparaison de la porosité en fonction de la teneur en fibres fines et	grosses
<b>a</b> ) Cure à 20 °C et 50 % d'HR	82
<b>b</b> ) Cure à 20 °C et 100 % d'HR	
Figure IV. 39 : Influence de la granulométrie des fibres sur la porosité d'un composit	te à 4% de
fibres, conservé pendant 7 jours en milieu humide (100% d'HR).	

	a) Courbes de volume cumulé	83
	<b>b</b> ) Distribution des tailles de pores	83
Figure IV. 40 : Influence de	a la granulométrie des fibres sur la porosité d'un composite à 4%	de
	fibres, conservé pendant 7 jours en milieu sec (50% d'HR).	
	a) Courbes de volume cumulé	84
	<b>b</b> ) Distribution des tailles de pores	84
Figure IV. 41 : Influence de	a la durée de séjour des fibres dans l'eau avant mélange sur la	
porosité d'ur	a composite à 4% de fibres fines, conservé pendant 7 jours en mi	lieu
sec (50% d'H	IR).	
	a) Courbes de volume cumulé	85
	<b>b</b> ) Distribution des tailles de pores	85
Figure IV. 42 : Influence de	l'ambiance de cure sur la porosité d'un composite à 4% de fibre	es
fines.	a) Courbes de volume cumulé	86
	<b>b</b> ) Distribution des tailles de pores	86
Figure IV. 43 : Résistance e	n fonction de la porosité : comparaison entre valeurs expériment	tales
et modèles th	iéoriques	88

## Chapitre V

Figure V. 1 : Courbe granulométrique du concassé de brique de terre cuite	92
Figure V. 2 : Courbe de distribution granulométrique du concassé de brique de terre cuite	92
Figure V. 3 : Densité des deux types de composite	94
Figure V.4 : Conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres	95
Figure V.5 : Densité en fonction de la teneur en fibres	95
Figure V.6 : Résistance en compression en fonction de la concentration en fibres	95
Figure V.7 : Résistance à la traction en fonction de la concentration en fibres	95
Figure V.8 : Résistance en compression en fonction de la teneur en fibres pour différentes	
durées de cure	96
Figure V.9 : Résistance à la traction par flexion en fonction de la teneur en fibres	97
Figure V.10 : Résistance à la compression en fonction de la teneur en fibres	97

## Chapitre VI

Figure VI. 1 : Evolution du front de carbonatation en fonction	on de la concentration en fibres et de
la durée d'exposition des échantillons au flux d	le CO <sub>2</sub> 100
Figure VI. 2 : Microstructure d'un composite à 16 % de fibr	res101
Figure VI. 3 : Résistance en compression en fonction de la c	concentration en fibres103
Figure VI. 4 : Variation relative de la résistance entre le con	nposite carbonaté et le non
carbonaté en fonction de la teneur en fibres	
Figure VI. 5 : Conductivité thermique des composites carbo	onatés et non carbonatés en fonction
de la teneur en fibres	
Figure VI. 6 : Retrait du composite en fonction de :	<b>a</b> ) la concentration en fibres105
	<b>b</b> ) de l'age105
Figure VI. 7 : Gonflement du composite en fonction de :	<b>a</b> ) la concentration en fibres 107
	<b>b</b> ) de l'age107

## **TABLE DES MATIERES**

Dédicaces	i
Remerciements	ii
Résumé	iv
Abréviation	vii
Nomenclatures et symboles	viii
Index des tableaux	ix
Index des figures	xi
Introduction générale	1
Chapitre I - ISOLATION THERMIQUE ET MATERIAUX	
I- 1- INTRODUCTION	5
I- 2- CONFORT THERMIQUE	5
<ul> <li>I- 3- EXIGENCES PERFORMANTIELLES DES MATERIAUX EN MATIERE DE COMPORTEMENT THERMIQUE</li> <li>I- 3- 1- Conductivité thermique</li> <li>I- 3- 2- Chaleur spécifique</li> </ul>	6 6 7
I- 4- PRINCIPE DE L'ISOLATION THERMIQUE	7
<ul> <li>I- 5- ISOLANTS ET BETONS LEGERS</li> <li>I- 5- 1- Isolants thermiques</li> <li>I- 5- 2- Bétons légers</li> <li>I- 5- 2- 1- Bétons à agrégats légers</li> <li>1.5.2.1.1. Matériaux naturels</li> <li>I.5.2.1.2. Matériaux naturels ayant subi un traitement thermique</li> <li>I.5.2.1.3. Matériaux artificiels ne subissant pas de traitement thermique</li> <li>I.5.2.1.4. Matériaux artificiels obtenus par divers traitements spéciaux</li> <li>I- 5- 2- Bétons cellulaires</li> <li>I- 5- 2- 3- Amiante - ciment</li> <li>I- 5- 2- 4- Bétons composites à fibres végétales</li> </ul>	9 9 10 11 12 12 13 13 14 14
I- 6- CONCLUSION	15

## Chapitre II - CONSTITUANTS DE BASE ET ELABORATION DU COMPOSITE

II- 1- INTRODUCTION	17
II- 1- MATRICE DE PATE DE CIMENT	17
II- 2- 1- Ciment	17
II- 2- 2- Eau	18
II- 3- FIBRES	18
II- 3- 1- Préparation	18
II- 3- 2- Tamisage et granulométrie	19
II- 3- 3- Cinétique d'absorption d'eau par les fibres	20
II- 3- 4- Masse volumique	21
II- 4- ELABORATION DU COMPOSITE	21
II- 5- CONCLUSION	23

#### Chapitre III - PROTOCOLE EXPERIMENTAL ET MATERIELS UTILISES

III- 1- INTRODUCTION	24
III- 2- MASSE VOLUMIQUE APPARENTE	24
III- 3- CHALEUR SPECIFIQUE	24
III- 4- CONDUCTIVITE THERMIQUE	25
III- 5- RESISTANCES MECANIQUES	27
III- 6- MICROSTRUCTURE	28
III- 6- 1- Etude morphologique et microstructurelle du matériau par le MEB	28
III- 6- 1- 1- Préparation des échantillons	29
III- 6- 1- 2- Imagerie analytique	30
III.6.1.2.1. Imagerie	30
III.6.1.2.2. Analyse d'images	31
III- 6- 2- Porosimétrie au mercure	33
III- 7- VARIATIONS DIMENSIONNNELLES	34
III- 8- CONCLUSION	34

#### Chapitre IV - RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATIONS POUR COMPOSITE BINAIRE

IV- 1- INTRODUCTION	36
IV- 2- MASSE VOLUMIQUE APPARENTE	36
IV- 3- CHALEUR SPECIFIQUE ET CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE	37
<ul><li>IV- 4- CONDUCTIVITE THERMIQUE</li><li>IV- 4- 1- Effet de la Teneur en fibres sur la conductivité thermique du composite</li><li>IV- 4- 2- Effet de la granulométrie des fibres sur la conductivité thermique du composite</li></ul>	39 39 42
IV- 5- RESISTANCES MECANIQUES	43

IV- 5- 1- Effet de la teneur en fibres	43
IV- 5- 2- Effet du degré de saturation des fibres	45
IV- 5- 3- Effet de la granulométrie des fibres	46
IV- 5- 4- Effet de la cure	47
IV- 5- 4- 1- Effet de l'Ambiance de conservation	47
IV- 5- 4- 2- Effet de la durée de cure	49
IV- 5- 5- Effet du rapport : E/C	50
IV- 5- 6- Comparaison des résistances avec la bibliographie	54
IV- 6- TAUX D'HYDR ATATION	57
IV- 6- 1- Taux d'Hydratation en fonction de la teneur en fibres	59
IV- 6- 2- Taux d'Hydratation en fonction du type de fibres	61
IV- 6- 3- Taux d'Hydratation et résistance en compression en fonction de la teneur et du	01
type de fibres	61
IV- 6- 4- Taux d'Hydratation en fonction du degré de saturation en eau des fibres avant	01
mélange	64
IV- 6- 5- Taux d'Hydratation et milieux de stockage des éprouvettes	65
IV- 6- 6- Taux d'Hydratation en fonction de la durée de cure	65
IV- 6- 7- Taux d'Hydratation en fonction de E/C	67
IV- 7- MICROSTRUCTURE ET POROSITE DU COMPOSITE	68
IV- 7- 1. Analyse microsconique	68
IV 7 1 Multy's interoscopique IV-7-1-1- Changement de microstructure avec le dosage en fibres	69
IV- 7- 1- 2- Changement de microstructure avec l'ambiance de cure	73
IV- 7- 2- Porosité du composite	76
IV- 7- 2- 1- Porosité nar microscopie	76
IV 7 2 1 1 Effet de la teneur en fibres	76
IV.7.2.1.2. Effet de la granulométrie des fibres	77
IV.7.2.1.3. Effet du degré de saturation des fibres	78
IV- 7- 2- 2- Porosité par intrusion de mercure (MIP)	80
IV.7.2.2.1.Effet de la teneur en fibres sur la porosité déterminée par MIP	80
IV.7.2.2.2.Effet de la granulométrie des fibres sur la porosité	83
IV.7.2.2.3. Effet du degré de saturation des fibres	86
IV.7.2.2.4.Effet de l'ambiance de cure	87
IV.7.2.2.5.Porosité et résistance	88
IV- 8- CONCLUSION	89
Chapitre V - ETUDE DU COMPOSITE TERNAIRE	
V- 1- INTRODUCTION	92
V- 2- MATERIAUX DE BASE UTILISES ET MODE OPERATOIRE	92
V- 2- 1- Composition chimique des granulats	92
V- 2- 7- Courbe granulométrique	93
V- 2- 3- Préparation	94
V- 3- RESULTATS ET INTERPRETATION	0/
$V_{-}$ 3- 1. Masse volumique apparente	0/
$V_{-}$ 3- 2- Chaleur spécifique et capacité thermique volumique	05
· 5 2 Charcus speenique et capacite merinique volunnique	,5

V- 3- 3- Conductivité thermique	95
V- 3- 4- Résistance mécanique	96
V- 3- 4- 1- Effet de la teneur en fibres	96
V- 3- 4- 2- Effet de la durée de cure	97
V- 3- 5- Comparaison des résistances avec le composite binaire	97
V- 4- CONCLUSION	98
Chapitre VI - QUELQUES ASPECTS DE DURABILITE	
VI- 1- INTRODUCTION	100
VI- 2- CARBONATATION	100
VI- 2- 1- Mesures qualitatives	101
VI- 2- 2- Microstructure	103
VI- 2- 3- Résistance mécanique	103
VI- 2- 4- Conductivité thermique	105
VI- 3- VARIATIONS DIMENSIONNELLES	106
VI- 3- 1- Retrait	106
VI- 3- 2- Gonflement	107
VI- 4- CONCLUSION	108
Conclusions générales et perspectives	110
Références bibliographiques	113

Annexes

# Introduction Générale

#### **INTRODUCTION GENERALE**

Depuis le commencement de l'humanité, l'homme a cherché à se protéger des conditions climatiques variant entre fraîcheur et chaleur intense. Ce besoin de base correspond à l'isolation thermique.

En retournant aux racines de l'art de construire, avant même que le bois soit coupé, la pierre extraite et taillée, nous y trouvons les matériaux façonnables comme la boue, la terre ou l'argile très souvent mélangée à de la paille ou d'autres végétaux pour donner des matériaux comme Torchis, Bauge, Adobe, Pisé, utilisés encore dans plusieurs régions du monde, et dont l'efficacité thermique n'est plus à prouver.

Le confort thermique de l'habitat a été tout le temps l'un des sujets de préoccupation des constructeurs et maîtres d'ouvrage d'une part et des pouvoirs publics en matière d'économie d'énergie d'autre part. Cet intérêt s'inscrit dans une prise de conscience générale, liée au fait que les énergies fossiles sont épuisables à terme d'une part, et d'autre part au fait que ces énergies sont polluantes pour l'environnement.

L'Algérie, pays en voie de développement, est également concernée par ce problème. Même si les ressources pétrolières sont à ce jour disponibles, elles n'en sont pas moins épuisables dans le long terme, face à l'accroissement rapide de l'exploitation des gisements énergétiques, de la population et de ses besoins. L'un des secteurs les plus touchés par ce problème est le secteur du bâtiment. D'après le bilan énergétique national de l'évolution de la demande finale d'énergie, le secteur du bâtiment apparaît comme premier consommateur énergétique national. Sa consommation peut atteindre pratiquement la moitié de la quantité globale [C.N.E.R.I.B. (1998)]. Le potentiel d'économie d'énergie y est estimé à au moins 10 à 15% [M.E.M. (1998)], ce qui justifie l'urgence de la mise en place d'une stratégie efficace de maîtrise d'énergie dans ce secteur.

A l'instar d'autres pays du monde, l'Algérie a pris conscience du caractère vital de cette matière bien qu'elle soit un pays producteur de pétrole, de la nécessité de lutter contre le gaspillage et répondre aux besoins toujours croissants. Depuis, on assiste à un regain d'intérêt

pour les énergies renouvelables qui se traduit par d'importants efforts de recherche et de développement [**Torrenti R et al** (1988)].

C'est ainsi que l'Etat est arrivé en 1998 à promulguer la loi sur la maîtrise de l'énergie. Cette loi, avec des surcoûts raisonnables, devrait aboutir aux objectifs suivants [C.N.E.R.I.B. (1998)]:

- La promotion des constructions économes en énergie, pour les bâtiments équipés d'installations de chauffage et de climatisation.
- L'amélioration de la qualité thermique des bâtiments non-équipés, assurant ainsi un confort naturel minimal et optimisant les consommations énergétiques possibles dans le futur.

C'est dans le mouvement de prise de conscience national décrit ci-dessus, que ce travail s'inscrit. Il s'agit d'élaborer et d'étudier les propriétés d'un matériau composite à matrice minérale et fibres cellulosiques de récupération (cartons) destiné à l'isolation thermique en bâtiment susceptible d'apporter des solutions pour l'économie d'énergie.

#### PROBLEMATIQUE

L'idée d'utiliser la fibre cellulosique de nature végétale, pour la fabrication d'un matériau d'isolation thermique vient de la propriété même de la fibre connue par sa valeur très faible de conductivité thermique ( $\lambda$ =0.035 w/m°C) [Guerin D. et al, (2001)].

Visant, pour ce matériau, une application dans le bâtiment, un composite de fibres cellulosiques de papiers recyclés et à matrice cimentaire (Portland) a été confectionné.

Sans perdre de vue le coût du produit final, nous avons pensé utiliser comme fibres, celles provenant des circuits de recyclage par la récupération des papiers et cartons en participant ainsi à éliminer une part des déchets ménagers et ceux générés par l'emballage industriel.

Plusieurs chercheurs en l'occurrence Chatveera B., (1992), Ramirez-Coretti A., (1992), Aouadja-Mimoune F.Z., (1995), Alrim K., (1999) et Bourzam A., (1999) ont étudié le comportement mécanique des composites à matrice cimentaire et fibres végétales telles que jute, lin, noix de coco, ramie, sisal, palmier, Alfa...; utilisés comme plaques plates ou ondulées, panneaux, ou conduits de cheminés. Pour ce même type d'application, une étude menée par Soroushian et al, (1994), traitant l'effet de deux types de fibre (southern softwood kraft SSK et northern hardwood kraft NHK) et de deux substitutions partielles du ciment (cendre volante et fumé de silice), sur les résistances et l'absorption d'eau.

Ces cinq dernières années, la recherche dans ce domaine s'est orientée vers l'étude des composites à matrice cimentaire et fibres végétales pour la production des panneaux dans le but de fabriquer des matériaux d'isolation thermique tels les travaux de **Khedari et al** (2004) qui ont utilisé les fibres de noix de coco et la peau du durian. **Khedari et al** (2001) proposent l'utilisation d'un composite léger à fibres de déchet de noix de coco et de durian en tant que matériau de construction modulaire.

C'est aussi pour ce type d'application que notre étude a cherché à mettre en œuvre un matériau aux performances thermomécaniques acceptables suivant les normes en vigueur, contribuant à la fois à utiliser des produits de recyclage et à la réduction des dépenses d'énergie pour le chauffage et la climatisation dans le secteur du bâtiment.

Notre travail fait suite à une précédente étude [**Bentchikou M.** (2000)] qui a montré les bonnes performances thermiques d'un matériau à base de ciment, sable et fibres cellulosiques de papier recyclé, donnant des résistances mécaniques juste suffisantes pour un matériau de remplissage équivalent à la brique en terre cuite ou aux parpaings. Nous avons cherché à comprendre dans un premier temps, l'interaction fibre-matrice et son effet sur les résistances et la conductivité thermique afin d'identifier les facteurs importants. Puis nous avons tenté d'optimiser les compositions pour un compromis entre pouvoir d'isolation et résistance mécanique au dessus des recommandations des normes **SIA V 177 : 1995** ou **ASTM C109/C 109M-98**.

Dans une dernière étape et afin de réduire le coût du produit final, des agrégats de briques concassées à base d'argile cuite sont rajoutés au mélange précédent et une analyse du compromis résistance-capacité isolante est conduite. On montre ainsi à travers cette étude le potentiel de développement de matériaux thermiquement isolants à base de liants hydrauliques et des produits de récupération comme le déchet de papier et les briques d'argile cuite concassées, susceptibles de répondre aux besoins socio-économiques dans de nombreux pays en voie de développement et de satisfaire les objectifs d'économie d'énergie et de protection de l'environnement.

#### STRUCTURATION DE LA THESE

La démarche choisie pour atteindre nos objectifs se résume dans l'organisation suivante :

Le chapitre I de cette thèse dresse un état des connaissances sur les bétons légers et les composites utilisés dans l'isolation thermique des bâtiments particulièrement à fibres

végétales.

Une description des matériaux de base utilisés ainsi que le mode de fabrication d'un composite binaire à matrice cimentaire sont présentés au chapitre II. La matrice choisie étant connue (Ciment Portland), une étude des caractéristiques physiques de la fibre est traitée.

Une description des protocoles expérimentaux et des matériels utilisés pour les différents essais réalisés sur le composite est donnée au chapitre III.

Le chapitre IV, expose après différents essais, le comportement thermo-physique et mécanique du composite en faisant varier les paramètres tels que la concentration et la taille des fibres (granulométrie), le rapport Eau-Ciment (E/C), le conditionnement des fibres avant mélange et l'ambiance de conservation des échantillons. En plus des essais de porosimétrie à mercure réalisés sur certains échantillons, une exploration par microscope électronique à balayage (MEB) est conduite à différentes échelles. Sur la base de la porosité obtenue, une approche de modélisation est effectuée.

Un composite ternaire (Ciment, fibres, agrégats de briques concassées) est l'objet d'études au chapitre V. Une comparaison des caractéristiques thermo physiques et mécaniques y est établie.

Comme le matériau interagit avec son milieu environnant, le chapitre VI est réservé à l'étude de quelques aspects de durabilité.

Enfin nous clôturons cette thèse en présentant les conclusions générales et les travaux et perspectives qui peuvent leur être donnés.



SOLATION THERMIQUE ET MATERIAUX

## I - ISOLATION THERMIQUE ET MATERIAUX

#### **I-1-INTRODUCTION**

Le bâti construit selon les règles de l'art que ce soit à usage d'habitation ou autres fait intervenir plusieurs disciplines selon sa fonction.

La quasi-totalité des constructions nécessite un minimum de confort thermique qui pourra être préservé si on intègre à la construction des matériaux isolants thermiques. Ces derniers qui sont variés se distinguent par leurs propriétés physico mécaniques.

#### **I-2-CONFORT THERMIQUE**

Le choix des caractéristiques thermiques de la construction et de ses équipements a pour but de réaliser, hiver et été, le confort thermique de l'occupant. Ce confort est défini par un certain nombre d'exigences. L'énoncé des exigences devrait être fait sous forme de combinaisons de valeurs de tous les facteurs qui caractérisent l'ambiance : la température de l'air, **les températures radiantes (température des parois d'enceinte)**, la vitesse de l'air, l'humidité de l'air et la température du sol [**Croiset M.** (1972)].

La norme internationale **ISO 7730** (1994) propose d'évaluer et de mesurer les ambiances thermiques modérées utilisées pour l'habitat et en général le travail à l'intérieur des bâtiments, à l'aide de 2 indices : PPD et PMV. PPD est le pourcentage prévisible d'insatisfaits (predicted percentage of dissatisfied) fournit un avis statistique moyen d'appréciation du confort de l'ambiance, et le second PMV : vote moyen prévisible (predicted mean vote) indiquant le nombre prévisible des avis divergents [**Bonhomme A.** (1986)] ; [**Ould-Henia A.** (2003)].

Les exigences de confort recommandées sont fournies par une annexe de la norme pour les conditions hivernales ou estivales.

Il est montré à travers l'étude menée par **Ould-Henia A.** (2003) que le confort est une notion assez subjective. Même si l'on a défini des exigences universelles et que les êtres humains sont génétiquement semblables, ils réagissent différemment aux influences climatiques.

Les parois délimitant le milieu vivant pour la préservation de l'ambiance de confort doivent

isoler de manière à assurer une température moyenne satisfaisante qui résulte d'un équilibre entre les déperditions de chaleur et le chauffage en hiver ou entre les apports calorifiques et la climatisation en été.

Mis à part les propriétés de résistance et de rigidité que doit avoir la paroi, elle doit être constituée par des matériaux thermiquement isolants qui devraient satisfaire certains critères de choix selon les applications envisagées.

## I- 3- EXIGENCES PERFORMANTIELLES DES MATERIAUX EN MATIERE DE COMPORTEMENT THERMIQUE

#### I- 3- 1- Conductivité thermique

Le pouvoir isolant des matériaux est caractérisé par leur conductivité thermique. Cette dernière est définie comme la quantité de chaleur qui traverse normalement pendant l'unité de temps l'unit de surface isotherme quand la température présente un écart de 1° sur l'unité de longueur de distance [**Bailly M.** (1971)]. Plus le matériau est isolant et plus faible est sa conductivité thermique. On considère que généralement la conductivité thermique augmente avec la densité du matériau.

Tout isolant thermique doit satisfaire certaines conditions [Astrand J. et al. (1994)]:

- Il doit tout d'abord conserver dans le temps les caractéristiques qui ont déterminé son choix,
- Ses propriétés thermiques doivent lui permettre d'atténuer l'intensité d'un flux de chaleur,
- Ses propriétés mécaniques doivent lui permettre de résister à son propre poids ou selon le cas résister lorsqu'il est soumis à des charges,
- Son comportement à l'eau doit lui permettre une faible perméabilité à la vapeur d'eau et une bonne résistance à l'humidité sinon il doit être protégé par des dispositions spécifiques,
- Son comportement aux mouvements différentiels doit lui permettre d'éviter toute altération de sa structure,
- Son comportement aux agents externes doit lui permettre d'éviter toute détérioration de sa structure.

Le choix de l'isolant indépendamment de toute préoccupation économique est dicté par :

- Le type de parois à isoler : parois horizontales ou parois verticales. Un isolant en vrac pourra être plus facilement utilisé pour isoler une paroi horizontale plutôt qu'une paroi verticale.
- Le système d'isolation adapté : la position de l'isolant dans la paroi et le mode d'application ou de fixation de l'isolant. Un isolant hydrophile ne peut être mis directement en contact avec une maçonnerie, il risque de s'humidifier et perdre ses qualités isolantes.
- Les dimensions de l'emplacement de l'isolation. Lorsqu'on ne dispose que d'une faible épaisseur pour placer l'isolant, on doit rechercher un matériau ayant un coefficient de conductivité thermique le plus faible possible afin d'obtenir l'isolation souhaitée sous la plus faible épaisseur possible d'isolant.

#### I- 3- 2- Chaleur spécifique

La quantité de chaleur qu'il faut fournir à une substance pour produire une variation donnée de température est différente selon la nature des substances. La chaleur massique d'une substance est la quantité de chaleur qui permet d'élever de 1° la température d'une masse de cette substance égale à l'unité. L'unité de chaleur massique dans le système international est le J Kg<sup>-1</sup> °C [Anderson M. E. (1994)].

Le produit de la chaleur massique d'une substance par sa masse volumique donne la **capacité thermique volumique**. Plus la capacité thermique est élevée plus la quantité d'énergie que peut stocker le matériau pour que sa température s'élève d'un degré est importante.

D'une façon générale, les matériaux à forte capacité thermique volumique sont aussi les plus lourds.

#### **I- 4- PRINCIPE DE L'ISOLATION THERMIQUE**

La conception d'une habitation doit reposer sur deux critères qui sont le confort thermique et l'économie d'énergie.

A cet effet il convient d'étudier des dispositions constructives visant à réduire les déperditions à travers l'enveloppe du bâtiment. Afin de réduire ces déperditions, il est nécessaire que les parois du bâtiment aient la capacité de résister au flux de chaleur. Cette propriété est définie par la résistance thermique R<sub>th</sub>. Du coté extérieur, les échanges thermiques ont lieu par convection entre la paroi et l'ambiance extérieure et par rayonnement entre la paroi et les objets entourant le local. Les échanges ont lieu ensuite par conduction à travers la paroi. Au niveau de la face intérieure d'une paroi les échanges ont lieu par convection et par rayonnement. Si q est le flux de chaleur traversant la paroi de surface unité, et pour le cas d'une paroi composée de deux matériaux d'épaisseurs e1 et e<sub>2</sub> (figure I.1), sa valeur est donnée par l'expression :

$$q = \frac{t_e - t_i}{1/h_e + e_1/\lambda_1 + e_2/\lambda_2 + 1/h_i}$$

Avec :

e<sub>i</sub> : épaisseur de la paroi i (m)

 $\lambda_i$ : conductivité thermique de la paroi d'épaisseur  $e_i(Wm^{-1}\circ C^{-1})$ 

 $h_i$  et  $h_e$  sont les coefficients d'échange (par rayonnement et convection) des surfaces intérieure et extérieure respectivement (Wm<sup>-2</sup>°C<sup>-1</sup>).

 $t_i \mbox{ et } t_e \mbox{ sont les températures des ambiances intérieure et extérieure respectivement (°C)}.$  Par définition on appelle coefficient de transmission thermique K de la paroi, la quantité telle que :

$$\mathbf{q} = \mathbf{K}(t_e - t_i) \tag{I.2}$$

La valeur du coefficient K est donc donnée par l'expression telle que :

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{h_e} + \frac{e_1}{\lambda_1} + \frac{e_2}{\lambda_2} + \frac{1}{h_i} = R_{ih}$$
(I.3)



Figure I. 1 : Variation de température dans un élément de construction hétérogène.

 $\frac{1}{K}$  est la résistance thermique de la paroi composite.

Plus R<sub>th</sub> est élevé et moins le flux q sera grand. En fait plus  $\frac{e}{\lambda}$  est élevé et moins le flux de chaleur sera important.

#### **I- 5- ISOLANTS ET BETONS LEGERS**

La crise mondiale de l'énergie survenue en 1973 a brutalement mis l'accent sur l'importance du volume de combustible utilisé pour le chauffage dans les locaux. En raison de l'incidence de cette consommation non seulement sur les charges d'exploitation des immeubles mais également sur l'ensemble de l'économie des pays, il a paru nécessaire de fixer des règles de construction plus sévères imposant une isolation thermique plus poussée des locaux. Cela conduira dans la plupart des cas à ajouter aux parois traditionnelles des isolants spécifiques dont la fonction est de ralentir la dissipation de l'énergie calorifique.

#### I- 5- 1- Isolants thermiques

Les produits isolants thermiques peuvent être classés par famille. Les divers produits que l'on rencontre sont les suivants :

- les laines minérales : laines de verre et laines de roche,
- les plastiques alvéolaires : polystyrène expansé, polystyrène extrudé, mousses rigides de polyuréthane, mousse rigide phénolique,
- la perlite expansée,
- le verre cellulaire,
- le liège expansé,
- les fibres de bois.

Des matériaux de constructions comme le plâtre, béton cellulaire, béton mousse etc. offrent des propriétés d'isolation thermique satisfaisantes avec un coefficient  $\lambda$  généralement inférieur à 0.75 W/m°C [Kass J.L. et al. (1972)] sans pouvoir être considérés comme des isolants thermiques stricto sensu comme définit selon la norme française NF P 75- 101 qui considère comme isolant tout matériau ayant une conductivité thermique inférieure à 0.065 W/m°C.

Ainsi les ingénieurs en bâtiments peuvent choisir entre deux alternatives pour remplir le double rôle de résistance mécanique et d'isolation thermique :

- la première sous forme de complexes isolants [Baron C. et al. (1988)] dont les produits isolants précédemment présentés sont utilisés en association avec des parements, contreplaqués, panneaux de particules,...etc.), ce qui permet une mise en œuvre plus facile (manutention, fixation, collage, etc.) et une association plaque-isolant industrialisée.
- La deuxième technique est celle où on utilise des matériaux ayant à la fois de bonnes caractéristiques thermiques et mécaniques tels que les bétons légers. Ces derniers sont définis comme des bétons à haute porosité dont la masse volumique est inférieure à 1800 kg/m<sup>3</sup> [Cormon P. (1973)]; [Komar A. (1973)]; [Dutruel F. et al. (1979)].

#### I- 5- 2- Bétons légers

Suivant le mode de création de la porosité artificielle, les bétons légers se subdivisent selon les groupes suivants :

- bétons à agrégats légers,
- bétons cellulaires,
- bétons composites à fibres végétales.

Du point de vue de leurs destinations, les bétons légers se subdivisent en [Komar A. (1973)] :

- bétons d'isolation thermiques qui sont destinés à assurer la résistance thermique d'une construction : leur masse volumique est inférieure à 500 kg/m<sup>3</sup> et le coefficient de conductivité thermique  $\lambda$  ne dépasse pas 0,23 W/m°C.
- bétons destinés à supporter des charges importantes dans les bâtiments et installations ; leur masse volumique varie de 1400 à 1800 kg/m<sup>3</sup>.
- bétons d'isolation thermiques et de construction qui réunissent les propriétés des deux bétons légers décrits plus haut ; leur masse volumique est de 500 à 1400 kg/m<sup>3</sup> et leur coefficient de conductivité thermique ne dépasse pas 0,65 W/m°C.

Une classification fonctionnelle est recommandée par la **RILEM**, basée sur les travaux de **Kass J.L. et al.** (1972) qui ont dressé une classification selon l'utilisation des bétons légers d'après leurs propriétés physiques, mécaniques et thermiques (cf. tableau I.1).

Classe	Ι	II	III
Type de béton léger	béton léger de construction	béton léger de construction et d'isolation	béton léger d'isolation
Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	< 1800	Non précisée	Non précisée
Résistance à la compression (MPa)	> 15	> 3.5	> 0.5
Conductivité thermique (W/m°C)		< 0.75	< 0.30

Tableau I.1 : Classification des bétons légers selon Kass J.L. et al. (1972).

Aussi le guide **ACI 213R-87** tel que rapporté par **Bederina M** (2007), distingue trois catégories de bétons légers, classées selon la masse volumique du matériau durci comme montré dans le tableau I.2.

 Tableau I.2 : Classification des bétons légers selon le guide ACI 213R-87.

Classification	<b>ρ</b> (kg/m <sup>3</sup> )	<b>R</b> <sub>C</sub> (MPa)
Béton léger de structure	1350 – 1900	> 17
Béton léger de résistance modérée	800 – 1350	7 – 17
Béton de faible résistance	300 - 800	< 7

#### I- 5- 2- 1- Bétons à agrégats légers

À la différence du béton ordinaire dont la densité est en général comprise entre 2.2 et 2.6, fabriqué avec des granulats minéraux courants comme le Silex, calcaire durs, Silico-calcaire à densité variant de 2.6 à 2.7 [**Dreux G. et al.** (1995)], ces bétons légers sont réalisés avec des granulats légers qui sont des matériaux poreux pulvérulents, naturels ou artificiels.

#### I.5.2.1.1.Matériaux naturels [Cormon P. (1973)]

#### a) La pierre ponce :

C'est une lave volcanique alvéolée de couleur gris clair, par concassage on obtient des granulats à béton, sa masse volumique (en vrac) varie de 500 à 900 kg/m<sup>3</sup> suivant les classes granulaires. On la retrouve dans la plupart des régions volcaniques mais les principaux pays producteurs sont les USA, l'Allemagne, l'Italie, la Grèce, la Russie. En vrac sa conductivité thermique varie de 0.093 à 0.175 W/m°C

#### b) La pouzzolane :

Qui est une roche naturelle d'origine volcanique à structure alvéolaire que l'on peut considérer comme un laitier expansé. Sa couleur peut aller du brin noir au rouge brique. Sa masse volumique apparente varie entre 650 et 950 kg/m<sup>3</sup> avec une conductivité thermique entre 0.128 et 0.151 W/m°C.

#### I.5.2.1.2. Matériaux naturels ayant subi un traitement thermique

#### a) Les argiles et schistes expansés :

Ils sont généralement obtenus par cuisson. Pour l'argile expansée l'élément constitutif est une argile grasse ; introduite humide dans un four rotatif, elle en ressort après séchage, expansion et cuisson à plus de 1100 °C sous forme de nodules plus ou moins arrondis à texture interne finement alvéolée et présentant généralement une surface lisse légèrement vitrifiée. Sa masse volumique (en vrac) varie suivant la classe granulométrique de 400 à 700 kg/m<sup>3</sup> et sa conductivité thermique est de l'ordre de 0.117 W/m°C [**Dreux G. et al.** (1995)]. De composition chimique proche de l'argile, les schistes expansés proviennent de l'expansion de schistes de toutes natures (roches métamorphiques : schistes carbonifères et houillers, schistes bitumineux) les masses volumiques apparentes varient de 450 à 1050 kg/m<sup>3</sup> et la conductivité thermique entre 0.093 et 0.128 W/m°C. [**Baron C. et al.** (1988)].

#### **b)** La perlite : [Cormon P. (1973) ; Dreux G. et al. (1995)]

Elle est obtenue par traitement chimique d'une lave volcanique siliceuse (rhyolithe). Elle se présente sous forme de petits grains arrondis et creux. Sa masse volumique (en vrac) est de l'ordre de 100 à 300 kg/m<sup>3</sup>. La conductivité thermique est de l'ordre de 0.047 W/m°C.

#### c) La vermiculite : [Cormon P. (1973)]

Il s'agit d'un matériau d'origine naturelle qui a été chauffé. On peut assimiler la vermiculite à des phlogopites (micas) altérés ou des biotites. Elle se présente sous forme de petits parallélépipèdes comme en accordéon. Sa masse volumique est de même ordre de grandeur que la perlite. La conductivité thermique en vrac varie de 0.047 à 0.070 W/m°C.

*I.5.2.1.3.Matériaux artificiels ne subissant pas de traitement thermique* **Le mâchefer :** [Cormon P. (1973)]. C'est un déchet industriel qui est un résidu de la combustion de charbon gras, de coke ou de l'incinération des ordures ménagères. Les masses volumiques apparentes à sec sont de l'ordre de 550 à 800 kg/m<sup>3</sup>.

#### I.5.2.1.4. Matériaux artificiels obtenus par divers traitements spéciaux

#### a) Le laitier expansé :

Ce produit est obtenu artificiellement par insufflation d'air dans le laitier en fusion où l'air se fractionne en petites bulles. Après refroidissement, le concassage donne des granulats de divers diamètres et de structures alvéolaires. La couleur est le plus souvent grise plus ou moins foncée. La masse volumique varie de 550 à 1000 kg/m<sup>3</sup> [**Dreux G. et al.** (1995)]. Sa conductivité thermique serait de l'ordre de 0.128 W/m°C [**Cormon P.** (1973)].

#### **b)** Les cendres volantes frittées : [Cormon P. (1973)]

Les cendres qui sont issues de la combustion dans les centrales thermiques du charbon pulvérisé au environ de 1500°C sont constituées en grande partie d'une matière vitreuse formée de billes creuses (sphérulites) ou pleines et de micromachefers de dimension généralement inférieure à 200 µm.

La technique de fabrication de granulats des cendres volantes consiste à obtenir la soudure de petites particules de cendres volantes entre elles. D'une façon générale la fourchette des masses volumiques en fonction des classes granulaires est de 650 à 950 kg/m<sup>3</sup>. Sa conductivité thermique serait autour de 0.140 W/m°C.

#### I- 5- 2- 2- Bétons cellulaires

Les bétons cellulaires sont des matériaux légers d'aspect très poreux et de couleur généralement blanchâtre ou grise. Leur dénomination provient de leur structure alvéolaire. Ils contiennent en effet une multitude de petites cavités sphériques ne communiquant pas entre elles dont la taille est de l'ordre du millimètre. On peut classer les bétons cellulaires en deux catégories selon leur mode de fabrication :

- Le béton gaz : où les alvéoles sont obtenues par l'adjonction d'un produit chimique générateur de gaz jouant le rôle d'une levure (poudre d'aluminium ou de zinc, eau oxygénée, ou carbures de calcium par exemple) [**Cormon P.** (1973)].

- Le béton mousse : où les cavités résultent de l'adjonction de substances qui moussent

sous l'action d'un malaxage (détersifs, savons, résines spéciales).

Le béton cellulaire peut être obtenu avec des densités variant de 0.200 à 1.800 et des conductivités thermiques de 0.116 à 0.700 W/m°C en fonction des domaines d'utilisation. [Kass J.L and al. (1972) ; Komar A. (1973)].

#### I- 5- 2- 3- Amiante- ciment

Très largement répondu durant le siècle passé, ce matériau à base de fibres d'amiante agglomérées par un liant hydraulique aux propriétés thermo mécaniques excellentes n'est plus utilisé aujourd'hui en tant que matériaux de construction à cause des problèmes de santé que génère la fibre d'Asbeste (Amiante) [**Searl A.** (1994)]. De ce fait la production a été limitée puis même arrêtée par la suite.

Il est à noter que ce matériau est fabriqué en général sous forme de plaques plates ou ondulées.

#### I- 5- 2- 4- Bétons composites à fibres végétales

L'élément allégeant est dans ce cas un matériau d'origine végétale utilisé soit sous forme de fibres [Khedari J. et al. (2001)] soit de granulats de bois résineux enrobées d'un liant hydraulique [Baron C. et al, (1988)]; [Aouadja-Mimoune F.Z et al, (1995)]. Ces produits peuvent parfois être commercialisés en panneaux ou en blocs.

Pour des masses volumiques s'étalant entre 800 et 1800 kg/m<sup>3</sup>, la conductivité thermique est dans l'intervalle [0.22- 0.70] W/m°C [**Khedari J. et al**. (2001); **Goual M. S** (2001); **Bentchikou M.** (2000)].

Les premiers chercheurs à travailler sur les composites à fibres végétales les ont introduit dans le but de voir surtout l'influence sur le comportement mécanique du matériau. Les résultats étaient satisfaisants dans la mesure où les propriétés étaient comparables à celles du mortier à base d'Amiante-ciment.

La recherche a été encouragée dans la perspective de trouver une alternative à ce matériau qui a donné ses preuves dans le domaine de construction.

Plusieurs types de fibres ont été envisagés pour l'adjonction à des bétons. On peut les classer selon la nature chimique (figure I.2).

Dans le domaine de construction on cite l'utilisation des fibres organiques naturelles associées à une matrice minérale telles que les fibres de canne à sucre (Bagasse), de Coir et de Durian, de Bombou, d'Abaca, de Bananier, de Sisal [**Agrawal L. K.** (1992, 1995); **Khedari, J. et al.**
(2004, 2001); Coutts R.S.P. (1995); Coutts R.S.P. et al. (1987); Ramirez-Coretti A. (1992); Pires sobrinho. C. W. de A. (1992)].



Figure I. 2 : Classement général possible des fibres.

Des fibres végétales sous forme de pâtes à papier ont aussi été associées à une matrice minérale pour la fabrication de plaques et panneaux.

L'adjonction de pâtes à papier dans la fabrication de bétons et mortiers a fait l'objet de recherches pour la première fois aux Etats Unis [**Brach J. et al**. (1979)] par **Alkire B. D. et al**. (1975) et **Soderhjelm L.** (1976). L'incorporation des fibres dans le ciment est réalisé afin d'améliorer sa résistance à la traction et de diminuer sa fragilité.

Les fibres doivent permettre l'arrêt du mécanisme de fissuration en retardant le départ de la fissure et en la contrôlant une fois qu'elle apparaît [Khenfer M.M. et al. (1999) ; Youjiang Wang H.C.W et al. (2000)].

Un intérêt marqué vient de s'afficher ces dernières années quant à l'utilisation des fibres végétales qui sont bon marché et préservent l'environnement par leurs caractères biodégradables, dans le but de fabriquer, des matériaux ayant de bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique [**Al Rim K. et al.** (1999) et de **Kedari J. et al.** (2004, 2001)].

#### **I- 6- CONCLUSION**

On ne peut dissocier l'étude du confort thermique sans parler entre autres des matériaux avec lesquels on construit les habitations qui devraient assurer une protection de l'ambiance interne contre les variations du climat.

Ainsi ces matériaux doivent répondre à des exigences performancielles liées à l'isolation thermique.

Notre étude est consacrée à montrer l'intérêt d'utiliser des fibres végétales provenant des circuits de recyclage pour la fabrication d'un composite à matrice cimentaire qui répondra aux exigences citées haut et dont la description des constituants de base est décrite dans le deuxième chapitre. Ces composites pourront être comparés aux bétons de fibres végétales étudiés par d'autres chercheurs.

chapitre -//

# CONSTITUANTS DE BASE ET ELABORATION DU COMPOSITE

# II - CONSTITUANTS DE BASE ET ELABORATION DU COMPOSITE

#### **II-1-INTRODUCTION**

Le mélange du ciment et des fibres avec de l'eau est à la base de la préparation du premier composite étudié. Ce dernier est à matrice de pâte de ciment pure. Une description de chaque constituant est présentée ici : la matrice et les fibres. Enfin nous décrirons dans ce chapitre le processus d'élaboration du composite.

## **II- 2- MATRICE DE PATE DE CIMENT**

#### II- 2- 1- Ciment

Le ciment utilisé est un ciment portland CEM I 42.5 N. Sa composition minéralogique déterminée par la méthode d'analyse de Rietveld est présentée dans le tableau II.1.

**Tableau II.1 :** Composition minéralogique du ciment analysée d'après la norme SN EN 196(SIA 215.001).

Composé	(masse %)
C <sub>3</sub> S	51.8
$C_2S$	19.0
C <sub>4</sub> AF	5.7
C <sub>3</sub> A	13.0
CAO	0.3
MgO	1.2
Gypse	1.3
Calcite	1.9
Quartz	0.2
Autres	5.9

Quelques données mécaniques et physiques obtenues par des essais selon la norme SN EN 196 (SIA 215.001) sont présentées dans le tableau ci-contre :

Données	Valeur moyenne
Résistance à 2 jours	$24.9 \pm 1.7$ N.mm <sup>-2</sup>
Résistance à 28 jours	$58.2 \pm 2.0$ N.mm <sup>-2</sup>
Besoin en eau	$27.8 \pm 0.4\%$
Début de prise	$165 \pm 12 \min$
Stabilité de volume (Le Chatellier)	< 1.0 mm
Perte au feu	3.5 %
Insoluble	0.6 %
SO <sub>3</sub>	2.8 %
Chlorures	0.04 %
Masse volumique	3110 kg /m <sup>3</sup>
Densité apparente (non tassé)	1.14

 Tableau II.2 : Données caractéristiques du ciment.

# II- 2- 2- Eau

L'eau de gâchage utilisée pour la confection des différents composites est l'eau potable de robinet exempte d'impuretés.

# **II- 3- FIBRES**

# II- 3- 1- Préparation

Les fibres utilisées proviennent de cartons et papiers recyclés. Pour être utilisé dans le composite, ces derniers subissent un traitement physico-chimique comme indiqué sur la figure II. 1.

Avec de l'hypochlorite de sodium en solution (7% de chlore actif) dilué à un volume pour 5 volumes d'eau, on mélange par malaxage pendant 1 heure, le papier récupéré pour blanchir et homogénéiser les fibres, puis on procède au lavage avec de l'eau de robinet. Avant défibrage, les fibres sont séchées à 104 °C.

Le défibrage a été réalisé en utilisant un tambour en rotation, à l'intérieur duquel se trouvent les fibres sèches et des boules qui déchiquettent la matière fibreuse.



Figure II. 1 : Schéma illustratif des différentes phases de traitement des déchets de papier.

#### II- 3- 2- Tamisage et granulométrie

Par tamisage, on sélectionne 3 types de granulométrie des fibres utilisées dans cette étude, une série dont le diamètre d est inférieur à 1.25 mm désignée par les fines, une autre avec 1.25 mm < d < 5 mm dites grosses et une troisième avec d< 5 mm (mélange de fines et grosses).

L'examen microscopique d'un amas de fibres représenté par la figure II.2 permet de calculer statistiquement leurs dimensions en utilisant l'équation (II. 1) décrite par **Carvalho M.G. et al.** (1997).



Figure II. 2 : Fibres sous microscope électronique à balayage (MEB).

$$L = \sum n_i l_i^2 / \sum n_i l_i$$

(II.1)

Avec  $n_i$ : Nombre de fibres de la série i

 $l_i$  : Longueur des fibres (mm)

L : Longueur moyenne pondérée (mm).

Les calculs donnent L = 1.5 mm et le diamètre moyen est de  $18 \pm 2 \mu m$ .

# II- 3- 3- Cinétique d'absorption d'eau par les fibres

En général les bétons frais ou pâte de ciment avec des rapports Eau sur ciment (E/C) usuels contiennent en principe suffisamment d'eau pour garantir l'apport d'humidité nécessaire à la formation des produits d'hydratation du ciment. Les grains de ciment engendrent de très fins cristaux qui croissent dans les vides initialement remplis d'eau. Dans des conditions de cure optimisées, ces cristaux croissent de façon à remplir dans toute la mesure du possible tous les vides, ce qui rend la structure du béton plus dense.

Pendant la préparation du composite et au malaxage, les fibres avec leur caractère hydrophile retiennent l'eau nécessaire à la gâchée. A cause de cette rétention, le processus d'hydratation est retardé ou même interrompu.

Le rapport E/C effectif est donc calculé en tenant compte de ce que les fibres absorbent pendant le malaxage. Ceci est déterminé par l'expérience donnant la cinétique d'absorption d'eau par les fibres, décrite ici.

Dans le but d'évaluer la quantité d'eau qu'absorbent les fibres jusqu'à saturation par rapport à leurs masses et par la suite étudier l'effet du taux de saturation des fibres sur le comportement du composite, on suit alors l'évolution en fonction du temps d'une masse de fibres fines et grosses en présence de l'humidité.

L'expérience consiste à mettre sous vide des échantillons de fibres dans un dissicateur rempli à sa base d'une solution de  $K_2SO_4$  pour assurer une humidité relative HR constante de 97% après avoir séché ces échantillons par étuvage sous vide à 60°C pendant 24 heures.

La figure II. 3 présente l'évolution en fonction du temps du taux d'absorption d'eau par les fibres

exprimé par :  $\frac{(M_h - M_s)^* 100}{M_s}$  avec  $M_s$ : masse sèche et  $M_h$ : masse humide après un temps t

dans le dissicateur.

On retient de ces courbes que les fines absorbent plus d'eau que les grosses et que la valeur maximale du taux de saturation est autour de 30% pour les grosses et 35% pour les fines

moyennant le fait qu'on a dans le dissicateur 97 % d'humidité relative. Cette valeur est atteinte après environ 50 heures.



Figure II. 3 : Courbes donnant la cinétique d'absorption d'eau par les fibres.

## II- 3- 4- Masse volumique

Par pycnométrie on mesure la masse volumique absolue des fibres en utilisant un échantillon de masse 27.2 g et un pycnomètre de volume 664 cm<sup>3</sup>. La moyenne de 3 mesures effectuées donne  $\rho_{\text{fibres}} = 1462 \text{ kg.m}^{-3}$ .

#### **II- 4- ELABORATION DU COMPOSITE**

Afin d'étudier l'influence des fibres cellulosiques sur les propriétés du composite, on utilise une composition à deux constituants : Ciment + fibres, dite binaire.

Une composition ternaire à 3 constituants (ciment + granulats de brique concassé + fibres) sera analysée ultérieurement.

Suivant la concentration en fibres, 9 compositions données par le tableau II.3 ont été préparées pour des tests mécaniques et thermiques; une moyenne de 3 échantillons est calculée pour chaque essai. Les éprouvettes sont de dimensions 12x2x2 cm<sup>3</sup> et 12x1.6x1.6 cm<sup>3</sup> pour les essais mécaniques et thermiques respectivement.

Concentration (%)	0	2	4	6	8	10	12	14	16
E/C	0.36	0.38	0.4	0.42	0.52	0.56	0.6	0.64	0.68

Tableau II.3 : Rapport E/C en fonction de la concentration en fibres.

L'effet de la durée de séjour des fibres dans l'eau avant mélange avec la matrice, sur les propriétés du matériau est analysé et cela en utilisant trois préparations :

Pour la première, on laisse les fibres dans de l'eau (quantité nécessaire à la gâché) pendant 24 heures puis on procède ensuite au mélange avec le ciment.

Pour la deuxième on les laisse dans l'eau pendant 13 jours avant le malaxage.

Pour la troisième, les fibres ne sont mouillées que durant le malaxage c'est à dire qu'elles sont introduites sèches.

La procédure d'élaboration du composite binaire utilisant cette dernière façon de préparer est la suivante :

- Mélange des fibres et du ciment à sec pendant 3 min à vitesse lente.
- Ajout de l'eau en tenant compte de la quantité absorbée par les fibres déterminée en utilisant la courbe de saturation de la figure II.3, tout en malaxant pour 3 min.
- Arrêt du malaxeur et raclage puis malaxage pendant 1 min à vitesse rapide.
- Mise en place dans des moules, suivie de vibration sur l'appareil à chocs (Cf. norme NFP 15-412)
- Stockage en chambre humide 100% HR à 20°C
- Démoulage 24 h après.

Pour la composition ternaire on procède de la même façon que pour le binaire sauf qu'on mélange dans une première étape les fibres, le ciment et les agrégats de briques pendant 4 min puis on rajoute l'eau en tenant compte de la quantité absorbée par les fibres et celle absorbée par les agrégats de brique concassée, évaluée pour ces derniers à 15% de la masse.

Après démoulage, les éprouvettes fabriquées sont stockées dans deux milieux différents pour voir l'influence des conditions de cure. Le premier, sec à 20°C et 50% HR et l'autre humide à 20°C et 100% HR.

# **II- 5- CONCLUSION**

Les fibres, l'eau et le ciment décrits ici ont été mis en œuvre dans un premier temps pour élaborer un composite binaire.

Les performances thermiques et mécaniques de ce matériau seront étudiées dans le chapitre IV suivant les protocoles expérimentaux décrits au chapitre III. Dans le chapitre V nous présentons les caractéristiques d'un composite ternaire constitué des mêmes éléments avec une matrice de mortier de ciment et sable issu du concassage de débris de terre cuite (briques rouges).



# ROTOCOLE EXPÉRIMENTAL ET MATÉRIÉLS UTILISÉS

# **III - PROTOCOLE EXPERIMENTAL ET MATERIELS UTILISES**

#### **III-1-INTRODUCTION**

Très largement utilisés dans les constructions pour leurs résistances mécaniques, les bétons et matériaux cimentaires sont beaucoup moins performants du point de vue thermique, propriété non moins importante dans ce domaine. Les fibres cellulosiques par contre ont un meilleur comportement thermique.

Par le mélange d'une matrice cimentaire et des fibres cellulosiques à meilleur comportement thermique, on veut élaborer un composite qui a de bonnes propriétés d'isolation thermique et une résistance mécanique acceptable.

Dans le présent chapitre on présente le matériel utilisé et les essais réalisés pour la caractérisation du matériau élaboré.

#### **III- 2- MASSE VOLUMIQUE APPARENTE**

Définie comme le rapport de la masse de l'échantillon à son volume apparent à l'état sec, la masse volumique est calculée en pesant l'échantillon préalablement étuvée à 70 °C jusqu'à masse constante tel que spécifié dans **RILEM.** (1974). Les pesées sont effectuées à 0.01g près et le volume apparent est déterminé à l'aide de la méthode de la poussée d'archimède. L'essai est réalisé au laboratoire des matériaux de construction (LMC) de l'institut des matériaux à l'école polytechnique fédérale de Lausanne (EPFL).

Trois mesures de la masse et du volume sont effectuées sur chaque échantillon et la masse volumique apparente est calculée comme la moyenne des trois mesures prises.

#### **III- 3- CHALEUR SPECIFIQUE**

Définie comme la quantité de chaleur nécessaire pour élever d'un degré Celsius la température d'un kilogramme d'un corps. La chaleur spécifique est propre à chaque matériau. Elle forme avec le produit par la masse volumique de ce dernier, ce qu'on appelle la capacité thermique ou parfois

nommée capacité calorifique volumique. Plus la capacité thermique est élevée plus la quantité d'énergie que peut stocker le matériau pour que sa température s'élève d'un degré, est importante.

Pour chaque composition, la chaleur spécifique est mesurée dans le laboratoire de métallurgie mécanique (LMM) de l'institut des matériaux à l'EPFL en utilisant la méthode calorimétrique.

#### **III- 4- CONDUCTIVITE THERMIQUE**

Les mesures de la conductivité thermique ont été effectuées au LMC de L'EPFL dans une ambiance contrôlée ; la température y est maintenue constante à  $21 \pm 1^{\circ}$ C. On utilise le montage réalisé par nos soins présenté en figure III.1 (voir en annexe 1 la photo n°1 de l'appareillage réalisé). Ce dispositif est basé sur la méthode dynamique de Neumann [**Carslaw H.S. et al**. (1973) ; **Junod A. et al**. (1984)] qui est moins sensible à la dissipation latérale de la chaleur à travers un échantillon (barreau prismatique de dimensions 1.6X1.6X12 cm<sup>3</sup>).

L'éprouvette de matériau AB est soumise à ses extrémités à des variations périodiques de température. Elle échange à travers sa surface latérale de la chaleur avec le milieu environnent qui est à température  $\theta_0 = 21^{\circ}$  C.

Des thermocouples disposés en L/6, L/2 et L/3 permettent de relever la température à l'intérieur du matériau en fonction du temps t. L'extrémité A est maintenue à une température  $\theta_1 = 30$  °C et B à  $\theta_2 = 70$  °C pour 0<t<T appelée période paire puis de t = T à t = 2T -période impaire-, la face A est chauffée à la température  $\theta_2 = 70$  °C et B est refroidi à  $\theta_1 = 30$  °C et ceci est répété indéfiniment.



Figure III.1 : Montage utilisé pour la mesure de la conductivité thermique.

Après un temps suffisamment long pour que les conditions périodiques stables soient établies et que l'influence des températures initiales ait disparu, on relève les températures dans le matériau. Cette méthode nous permet de déterminer à la fois le coefficient d'échange global h et le coefficient de conductivité thermique  $\lambda$  connaissant la masse volumique  $\rho$  et la chaleur spécifique C mesurées préalablement avec les méthodes de la poussée d'Archimède et de calorimétrie. Le phénomène de transfert est décrit par l'équation différentielle de la chaleur :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{\lambda}{\rho C} \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} - \frac{h p}{\rho C S} (\theta - \theta_0)$$
(III. 1)

Avec:

 $P = 6.4 \ 10^{-2} \text{ m}$  : périmètre de la section de l'éprouvette,

 $S = 2.56 \text{ m}^2$ : section du barreau,

 $\rho$  (Kgm<sup>-3</sup>): masse volumique,

C (Jkg<sup>-1</sup>°C<sup>-1</sup>) : la chaleur spécifique,

h ( $Wm^{-2\circ}C^{-1}$ ) : le coefficient d'échange,

L (m) : la longueur de l'échantillon (barreau prismatique),

et les conditions aux limites :

A l'extrémité A, 
$$x = 0$$
,  $\theta = \theta_1$  pour  $2\mathbf{rT} < t < (2\mathbf{r} + 1)\mathbf{T}$   
et  
A l'extrémité B,  $x = L = 12$  cm,  $\theta = \theta_2$  pour  $(2\mathbf{r} + 1)\mathbf{T} < t < (2\mathbf{r} + 2)\mathbf{T}$   
A l'extrémité B,  $x = L = 12$  cm,  $\theta = \theta_2$  pour  $(2\mathbf{r})\mathbf{T} < t < (2\mathbf{r} + 1)\mathbf{T}$   
et  
 $\theta = \theta_1$  pour  $(2\mathbf{r} + 1)\mathbf{T} < t < (2\mathbf{r} + 2)\mathbf{T}$ 

r = 0, 1, ...n, n: entier quelconque.

 $\theta_0$ , température du milieu où se trouve le barreau.

La résolution de l'équation différentielle aux dérivées partielles (III. 1), en tenant compte des conditions initiales et aux limites et avec les différentes transformations dont le détail de la résolution est donné en Annexe 1, conduit aux expressions suivantes :

$$\lambda = \frac{\rho C R}{\frac{B P}{S} + \frac{4 \pi^2}{L^2}}$$
(III. 2)

et

$$h = B\lambda = \frac{4S}{L^2 P} \left( ar \cosh \frac{\theta_1 - \theta_2}{2\theta_{L/2}} \right)^2 \lambda$$
(III. 3)

Dans l'expression III.2 on a besoin aussi de savoir la chaleur spécifique du matériau qui est mesurée par la méthode décrite au § III.3.

A titre d'exemple on donne dans la figure III.2 les graphes relatifs aux mesures des températures effectuées sur l'échantillon à des intervalles de temps réguliers aux points situés à x = L/6, x = L/2 et x = 2L/3.



Figure III.2 : Mesure des températures effectuées sur l'échantillon à x = L/6, x = L/2 et x = 2L/3.

En fonction de la teneur en fibres dans le composite, la période choisi pour l'essai varie de 1 heure pour la pâte de ciment (0%) à 1 heure et demi pour le composite à 16 % de fibres, qu'on peut expliquer par la différence de l'inertie thermique entre les deux compositions.

#### **III- 5- RESISTANCES MECANIQUES**

Pour être utilisé en construction, le composite élaboré doit avoir un minimum de résistance recommandée par les normes. Plusieurs tests sont faits pour évaluer la résistance à la compression et à la traction en fonction de plusieurs paramètres.

La résistance à la traction est obtenue par l'essai de flexion trois (3) points. Les éprouvettes de dimensions 20 x 20 x 120 mm, après démoulage, sont conservées à 20°C dans différents milieux de cure. L'essai est fait au LMC de L'EPFL en utilisant une machine : Walter + bai ag CH- 8224 Löhningen type D–300–D (voir en annexe 2 la photo n°1).

Les éprouvettes reposent sur deux appuis distants de 100 mm (centrés) et sont soumises à une charge verticale, appliquée au milieu de la travée centrale. La charge est appliquée progressivement à vitesse de chargement contrôlée qui varie de 0.008 à 0.015 kN/s suivant la concentration en fibres du composite testé et ce jusqu'à la rupture.

La résistance en compression est obtenue en utilisant la machine précédente avec un module adapté à l'essai de compression.

Les éprouvettes sont disposées entre deux plateaux de la presse. Le plateau supérieur est monté sur une rotule lui permettant un ajustement parfait sur la face supérieure de l'éprouvette, où l'effort vertical est appliqué progressivement à vitesse de chargement contrôlée variant de 0.2 à 1.2 kN/s suivant la concentration en fibres du composite et ce, jusqu'à la rupture.

**NB** : les vitesses de chargement variables, sont dues à la différence importante des densités des matériaux testés (à concentration de 0 et 16% de fibres).

#### **III- 6- MICROSTRUCTURE**

Parmi les techniques classiques de caractérisation de la microstructure des matériaux cimentaires, citons l'analyse thermique (ATG/ATD), la spectroscopie infrarouge, la diffraction par rayons X (DRX), la porosimétrie au mercure (MIP) et la microscopie électronique à balayage (MEB). Ayant utilisé les deux dernières méthodes comme outil, nous décrirons très rapidement leur principe.

# III- 6- 1- Etude morphologique et micro structurelle du matériau par le MEB

Sous l'impact d'un faisceau d'électrons incidents, différents types de signaux sont émis par la matière suite à des interactions avec cette dernière qu'on peut regrouper en : électrons rétro diffusés, électrons secondaires, rayons X et électrons transmis.

Ces différentes interactions électron-matière peuvent être utilisées pour étudier la microstructure de notre matériau composite à matrice cimentaire à la fois qualitativement et quantitativement.

On essaiera d'une part de déterminer la porosité du composite, le degré d'hydratation du ciment et d'autre part d'identifier les phases en présence.

En fait, nous concentrerons notre étude microscopique autour du mode électrons rétrodiffusés qui a été le plus exploité au cours de ce travail notamment dans le but de quantifier l'hydratation du ciment dans le composite.

Cette méthode fournit des résultats représentatifs et reproductibles à condition que la préparation des échantillons soit particulièrement soignée. Cette dernière est détaillée maintenant.

#### III- 6- 1- 1- Préparation des échantillons

L'exploration microscopique est conduite au LMC de l'institut des matériaux à EPFL.

Des échantillons de 5 à 10 g et de 20x20 mm<sup>2</sup> de section moyenne sont obtenus par sciage à sec (voir en annexe 2 la photo n°2 de la scie diamantée) des éprouvettes des composites à différentes teneurs en fibres. Ils sont ensuite plongés dans l'isopropanol durant 7 jours puis lyophilisés de manière à évacuer l'eau libre restante et stopper ainsi toute réaction d'hydratation. Une fois sortis, ils sont séchés à l'air comprimé puis dégazés en les mettant sous vide dans un dessiccateur relié à une pompe à vide.

L'examen au microscope implique une préparation préalable des échantillons déshydratés. Ces derniers ont été imprégnés sous vide avec une résine époxy polymérisable à froid. Puis leurs surfaces subissent un polissage mécanique gradué soigné, à l'aide d'une large gamme de pâtes abrasives diamantées, de grains de plus en plus fins jusqu'à 0.25 µm (voir en annexe 2 la photo n°3 de la polisseuse). Le polissage se fait au pétrole sans eau, pour éviter une hydratation de l'échantillon au cours de la préparation. Après chaque étape, les échantillons sont nettoyés aux ultrasons dans l'alcool. Les sections polies sont ensuite métallisées par une fine couche de carbone, nécessaire pour assurer une parfaite conductivité des électrons lors de l'observation au MEB et ainsi éviter l'accumulation des charges en surface et, par suite, la destruction des échantillons.

Les observations ont été réalisées sur un appareil de type QUANTA 200 Scanning Electron Microscope, avec une tension accélératrice des électrons de 15 kV et une distance de travail de 10 mm.

Les images obtenues résultent de la réflexion des électrons rétro diffusés (BSE) par la matière sous l'impact du faisceau électronique incident. Elles rendent donc compte des contrastes de

numéros atomiques et des informations quantitatives sont obtenues à partir de telles images en imagerie analytique.

#### III- 6- 1- 2- Imagerie analytique

L'analyse quantitative en imagerie est une science à part entière qu'on nomme Stéréologie et qui implique un traitement mathématique et statistique assez conséquent.

#### III.6.1.2.1. Imagerie



Figure III. 3 : Exemple d'image prise par le MEB d'un échantillon de pâte de ciment.

Lorsqu'on observe la microstructure d'une pâte de ciment (figure III. 3) dans les conditions mentionnées auparavant, on distingue 3 types de contrastes correspondant à 3 zones caractéristiques de la structure :

- Des zones noires qui correspondent à la résine époxy qui remplit les pores de la structure; ces zones mettent en évidence la porosité de la matrice.
- Des zones blanches de tailles variables : l'analyse par rayon X (EDX) révèle une forte présence de Si, Ca, O dans ces zones qui corresponde aux grains de ciment anhydres.

- Le reste de l'image est constitué par les hydrates de ciment de couleur gris clair, très difficiles à distinguer par ce mode d'observation.

Cette technique permettant d'identifier nettement les grains de ciment anhydres, va par conséquent, permettre de les quantifier de façon précise grâce à l'analyse d'images.

#### III.6.1.2.2. Analyse d'images

Pour rendre compte de la qualité, un test rapide consiste à évaluer l'histogramme de distribution des niveaux de gris dans l'image comme illustré par la figure III. 4.



Figure III. 4 : Histogramme des niveaux de gris correspondant à l'image de la figure III.3.

Chaque image sélectionnée est numérisée en format 512 x 512 pixels. Chaque pixel est codé sur 8 bits avec un code de niveau de gris qui va de 0 (noir) à 255 (blanc). Sachant que sur l'image chaque constituant correspond à un intervalle de niveau de gris (ou couleur), on peut donc considérer que l'histogramme permet de visualiser la distribution statistique de chacun d'entre eux.

Sur l'histogramme on distingue trois pics principaux dont les sommets sont à : 120, 165, et 190 code de niveau de gris.

Afin de préciser ces observations, l'étape suivante consiste à séparer les objets intéressants de l'image dans ce qu'on appelle des images binaires et dans lesquelles les pixels peuvent prendre

seulement deux valeurs : 1 s'ils appartiennent à l'objet qu'on veut isoler, 0 dans le cas contraire. Il s'agit en fait de filtrer un intervalle de niveau de gris autour d'un des pics de l'histogramme initial.

Dans le cas d'une pâte de ciment, on dérive en général trois types d'images binaires qui vont correspondre selon les niveaux de gris au ciment non réagi (AN) par les codes de gris compris entre 175 et 275, à l'hydroxyde de calcium (CH) par les codes de gris compris entre 150 et 175, et aux pores (P) par les codes de gris compris entre 0 et 150.

Les figures III. 5 et III. 6 donnent respectivement la segmentation pour les grains de ciment non réagis (anhydres) et l'hydroxyde de calcium d'une pâte de ciment de l'échantillon précédent. Dans cet exemple, la segmentation par images binaires nous conduit aux résultats suivants :

Le pourcentage volumique des grains anhydres (AN) est de 16.15 %, celui des hydroxydes de calcium (CH) est de 6.43 % et le reste correspond aux autres hydrates et aux pores.

En résumé quatre étapes sont nécessaires pour l'exécution de la procédure automatique:



Figure III. 5 : Histogramme de segmentation des grains anhydres.

 a) filtrage de l'image initiale : le filtrage contribue à homogénéiser les niveaux de gris de la structure et à accentuer le contraste entre les différentes phases.



Figure III. 6 : Histogramme de segmentation des hydroxydes de calcium.

- b) Distinction des 3 phases conduisant à des images reconnaissant la porosité, les hydrates et la phase anhydre.
- c) Affinage de l'extraction des anhydres. Cette opération consiste à boucher les trous dans les anhydres afin de tenir compte de la totalité de leur surface. Ces trous sont des fractions soit « arrachées » lors du polissage, soit « masquées » par une impureté.
- d) Reconstitution de l'image initiale. Cela nous permet de vérifier le fractionnement entre chaque phase.

A partir de ces images, il devient alors possible de calculer un pourcentage de grains anhydres (% en surface) en fonction duquel on détermine le taux d'hydratation qu'on définit plus loin au § IV. 6 ainsi qu'une estimation de la porosité du matériau.

# III- 6- 2- Porosimétrie au mercure

La porosimétrie au mercure est une mesure classique pour déterminer le volume et la distribution des pores capillaires. Seule la porosité ouverte peut être déterminée.

Les essais de porosimétrie au mercure ont été réalisés à l'Expert-Center de l'institut des matériaux à l'EPFL qui dispose d'un porosimètre de type Carlo Erba Instruments, modele : Porosimeter 2000 relié à un calculateur Macropore Unit 120. Ce dernier donne directement la valeur de la porosité totale et la distribution des pores.

La porosimétrie au mercure est basée sur les propriétés physiques des solides non mouillants dans les capillaires d'un solide poreux. Une éprouvette du matériau à tester est placée dans un bain de mercure. Le mercure de masse volumique  $\rho_{Hg} = 13.6 \text{ g/cm}^3$ , soumis à une pression isotrope P définie, entre dans les pores de l'éprouvette. Puisque la tension superficielle du coté solide s'oppose à l'intrusion de mercure, seule une partie des pores est remplie par le mercure. La relation III. 4 de WASHBURN relie la pression P au rayon R des pores qui sont remplis par le mercure :

$$R = -\frac{2\gamma_{HG}\cos\theta}{p} \tag{III. 4}$$

Dans laquelle :

*R* est le rayon de pore (nm)

 $\gamma_{\rm HG}$  est la tension superficielle (= 0.485 N/m pour le mercure)

 $\theta$  est l'angle de contacte entre la surface du solide et le ménisque formé par le mercure (= 141.3°)

P est la pression isotrope appliquée au mercure

Le volume total pénétré donne une estimation de la porosité du matériau.

#### **III- 7- VARIATIONS DIMENSIONNELLES**

Les mesures sont effectuées selon la norme **NFP 15-433** (1994) à l'aide d'un support à comparateur de précision 0.01 mm, sur des éprouvettes 4x4x16 cm, munies de plots aux extrémités. Les mesures de retrait de référence et des poids initiaux des différentes éprouvettes étaient faites à un jour au moment du démoulage. En suite les éprouvettes seront conservées soit dans un milieu sec à 20°C et 50% d' humidité relative (HR) pour les essais de retrait soit humide à 20°C et 100% HR pour les essais de gonflement, jusqu'à la date de mesure. Pour chaque période trois éprouvettes par type de composite sont testées.

#### **III-8-CONCLUSION**

Ce chapitre est consacré à la présentation de chaque essai de caractérisation du matériau étudié, du matériel et du mode opératoire associé ainsi qu'à l'élaboration des composites qui font l'objet de cette étude.

Les propriétés à étudier sont : la masse volumique, la chaleur spécifique, la conductivité thermique où on a utilisé un appareillage qu'on a conçu au LMC de l'EPFL, les résistances mécaniques, l'exploration de la microstructure par microscopie et par porosimétrie et les variations dimensionnelles. Des essais de durabilité seront présentés au chapitre VI.

Les résultats des mesures sont donnés dans les chapitres qui suivent.

# Chapitre - IV

RESULTATS EXPERIMENTAUX ET *NTERPRETATIONS POUR COMPOSITE BINAIRE* 

# IV - RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATIONS POUR COMPOSITE BINAIRE

#### **IV-1-INTRODUCTION**

Le but recherché à travers cette étude est de comprendre les relations entre microstructure et propriétés de différentes compositions élaborées. Nous avons fait varier pour chaque caractéristique étudiée, la granulométrie, la durée de séjour des fibres dans l'eau, la cure, la teneur en fibre et le rapport E/C, afin de pouvoir déterminer une composition optimale du matériau qui devrait répondre aux normes de construction en vigueur. Les caractéristiques envisagées sont : masse volumique  $\rho$ , chaleur spécifique C, conductivité thermique  $\lambda$ , résistance mécanique R, taux d'hydratation TH et porosité  $\epsilon$ .

## **IV- 2- MASSE VOLUMIQUE APPARENTE**

En suivant le mode opératoire décrit au § III.1, on détermine la masse volumique apparente. Pour les différentes compositions, les valeurs sont regroupées dans le tableau IV. 1.

**Tableau IV.1 :** Masses volumiques apparentes sèches du composite.

Concentration en fibres (%)	0	2	4	6	8	10	12	14	16
Masse volumique $\rho(\text{kg.m}^{-3})$	1950	1800	1720	1650	1500	1370	1270	1150	1030

La variation de la masse volumique en fonction de la concentration en fibres X est linéaire suivant l'équation IV.1 :  $\rho = -56.75 \text{ X} + 1947.3$  (IV.1)

Avec un coefficient de corrélation  $R^2 = 0.9958$ .

Le graphe de cette fonction est représenté en figure IV. 1 avec la dénomination Ref 1, permet de constater que la masse volumique du matériau diminue lorsque le pourcentage en fibres



augmente. Les fibres apportent bien un allégement du matériau.

**Figure IV. 1 :** Densité apparente en fonction de la concentration en fibres ; comparaison avec certains composites à fibres végétales (**Ref 1 :** Matériau de la présente étude ; **Ref 2 :** Mortier de ciment à fibres cellulosiques [**Bentchikou M et al.** (2007)] ; **Ref 3 et Ref 4 :** Composite léger [**Khedari J. et al.** (2001)].

Les valeurs ainsi obtenues sont comparables à celles obtenues pour le mortier à fibres cellulosiques de **Bentchikou M. et al.** (2007) et pour le composite léger à fibres de Durian et ou de Cocotier étudié par **Khedari J. et al.** (2001). Ces résultats sont tous reportés dans le graphe de la figure IV. 1.

# IV- 3- CHALEUR SPECIFIQUE ET CAPACITE THERMIQUE VOLUMIQUE

On regroupe dans le tableau IV. 2 les valeurs moyennes de la chaleur spécifique C et la capacité thermique volumique  $\zeta$  de 3 mesures effectuées pour chaque composition.

La figure IV.2 donne l'allure des courbes de C et  $\zeta$  en fonction de la teneur en fibres.

Concentration en fibres, X (%)	0	2	4	6	8	10	12	16
Chaleur spécifique C (J.kg <sup>-1</sup> .°C <sup>-1</sup> )	990	1015	1030	1040	1060	1080	1096	1130
Capacité thermique volumique $\zeta$ (MJ.m <sup>-3</sup> °C <sup>-1</sup> )	1.9305	1.8270	1.7716	1.7160	1.5900	1.4796	1.3919	1.1639

Tableau IV.2 : Chaleur spécifique et capacité thermique volumique du composite.



Figure IV. 2 : Chaleur spécifique et capacité thermique volumique en fonction de la teneur en fibres.

La variation de la chaleur spécifique C et de la capacité thermique volumique  $\zeta$  en fonction de la concentration en fibres X, peuvent être approchées linéairement suivant les formules respectives suivantes :

$$C = 8.545 \text{ X} + 993.170 \text{ avec } \mathbb{R}^2 = 0.9957.$$
 (IV.2)

$$\zeta = -0.0473 \text{ X} + 1.9516 \text{ avec } \mathbb{R}^2 = 0.9888.$$
 (IV.3)

 Tableau IV.3 : Chaleur massique et capacité thermique volumique de quelques matériaux

 légers cités par Benmalek M.L, et al. (2000).

Matériaux	<b>ρ</b> : kg.m- <sup>3</sup>	$\mathbf{C}$ : J.kg <sup>-1</sup> °C <sup>-1</sup>	$\zeta$ : MJ.m- <sup>3</sup> °C <sup>-1</sup>
Plâtre sec	1060	961	1.02
Béton argileux de copeaux de bois <sup>1</sup>	1054	1008	0.93
Béton argileux cellulaire non autoclavé <sup>2</sup>	700 - 1500	800 - 1000	-
Béton d'argile expansé <sup>3</sup>	1520	-	0.54
Béton argileux de granulats de bois $(30 \%)^4$	820	1260	1.00
Béton de fines <sup>5</sup>	810 - 960	-	1.27 - 1.02
Composite à matrice cimentaire et fibres cellulosiques <sup>6</sup>	1800-1030	1015 - 1130	1.93 – 1.16

**1 :** Al Rim K. et al. (1999) ; **2 :** Marmoret L. (1998) ; **3 :** Morabito P. (1989) ; **4 :** Bouguerra A. (1997) ; **5 :** Benmalek M.L. et al. (2000) ; **6 :** Présent travail.

Le tableau IV.3 donne à titre de comparaison avec quelques matériaux de construction, la chaleur spécifique C et la capacité thermique volumique  $\zeta$ .

Pour des teneurs en fibre de 12 à 16%, les valeurs de la capacité thermique volumique sont comparables à celles du plâtre sec, du béton argileux de granulat de bois, béton argileux cellulaire non autoclavé et béton de fines tels que rapportés par **Benmalek M. et al.** (2000).

#### **IV- 4- CONDUCTIVITE THERMIQUE**

L'influence de la présence des fibres dans la matrice sur la conductivité thermique  $\lambda$  du composite est examinée dans cette section en montrant l'effet de la concentration et de la granulométrie des fibres.

Des éprouvettes stockées pendant 1 mois après confection dans une salle maintenue à 50% d'humidité relative (HR) et à la température de 20 °C, sont utilisées pour les mesures de la conductivité thermique en utilisant l'appareillage montré en annexe 1 sur la photo n°1. Pour chaque échantillon, 3 mesures ont été effectuées dont on retient la moyenne.

# IV- 4- 1- Effet de la Teneur en fibres sur la conductivité thermique du composite

On trace sur la figure IV.3 le graphe de la conductivité thermique en fonction de la teneur en grosses fibres telles que définies au § II. 3.

Lorsqu'elles sont mélangées avec la pâte de ciment, l'influence des fibres sur la valeur de  $\lambda$  est importante. Lorsqu'on fait varier la concentration en fibres de 0 à 16%, la conductivité thermique diminue dans un rapport de 1 à 5. On peut établir une droite de régression linéaire modélisant  $\lambda$  en fonction de la concentration en fibres X (relation IV.4).

$$\lambda = -0.0665X + 1.3136 \text{ avec } \mathbb{R}^2 = 0.9929.$$
 (IV.4)

En plus de la valeur de la conductivité thermique  $\lambda$  intrinsèque de la fibre qui est faible par rapport à celle du béton, cette évolution décroissante s'explique aussi par le fait que l'augmentation de la concentration induit une génération de plus en plus importantes de pores responsables de la baisse de  $\lambda$ . Ceci est conforme à ce que l'on obtient avec tous les composites à fibres végétales et matrice cimentaire [**Swamy R.N.** (1990) et **Khedari J. et al.** (2004)].

La conductivité thermique du composite élaboré est dans la gamme des données des bétons légers rapportées par **Cormon P.** (1973) ; **Arnould M. et Virlogeux M.** (1986) et **Neville A.M.** (2000) et qui varie entre 0.3 et 0.7 Wm<sup>-1</sup>.°C<sup>-1</sup> pour des densités similaires.

Ce type de matériau est intéressant pour des applications en isolation thermique des bâtiments, en tenant compte des exigences des normes en vigueur en matière de résistance.



Figure IV. 3 : Conductivité thermique apparente  $\lambda$  en fonction de la teneur en grosses fibres.

On peut considérer qu'à partir de 7 % de fibres, le matériau obtenu a de bonnes caractéristiques thermiques ( $\lambda < 0.7 \text{ W.m}^{-1}.^{\circ}\text{C}^{-1}$ )

L'ajout de fibres à une matrice minérale conduit à une forte variation de la densité. Plus la teneur en fibres est importante, plus la densité apparente du composite est faible, jusqu'à devenir même inférieure à la densité absolue des fibres pour un composite à 10% comme le montre la figure IV. 4. On en déduit donc que la contribution de l'augmentation de la porosité du fait de l'ajout de fibres joue un rôle important dans l'allégement et dans la diminution de  $\lambda$  du matériau.

Ainsi, lorsque la teneur en fibres augmente de 0 à 16%, la densité du matériau décroît respectivement de 1.95 à 1.03.

Le composite à 16% pourra être classé d'après **Cormon P.** (1973), en béton de remplissage  $(0.3 \le d \le 1)$  ou conformément à la classification fonctionnelle de la **RILEM** (1970), entre béton de construction et d'isolation (classe II) et béton d'isolation (classe III).



Figure IV. 4 : Densité apparente d du composite en fonction de la teneur en grosses fibres (diamètre  $\in [1.25, 5[mm)$ ).

Par ailleurs, l'augmentation de la conductivité thermique avec la densité est clairement montrée sur la figure IV. 5 ; ce qui correspond aux résultats de la littérature pour des matériaux à matrice minérale et fibres végétales : Alrim K. et al. (1999) qui ont utilisé une matrice d'argile-ciment et, Khedari J. et al. (2001) dont la matrice est à base de ciment portland.



Figure IV. 5 : Conductivité thermique  $\lambda$  en fonction de la densité apparente du composite.

# IV- 4- 2- Effet de la granulométrie des fibres sur la conductivité thermique du composite

Afin d'apprécier l'influence de l'agglomération des fibres sur la conductivité thermique apparente du composite, deux types de 'granulométrie de fibres'' sont utilisés.

Pour rappel, on appelle fibres fines, celles ayant passé à travers les mailles du tamis de diamètre 1.25 mm. Le reste des agglomérés de fibres entre les tamis à ouverture de maille comprise entre 5 et 1.25 mm sont désignés par grosses fibres.

Chaque composite préparé avec l'un des deux types de fibres est testé afin de déterminer sa conductivité thermique.



Figure IV.6 : Conductivité thermique apparente  $\lambda$  en fonction de la concentration pour les deux types de fibres fines et grosses.

Les résultats montrent qu'avec les fibres fines, le composite possède un pouvoir isolant légèrement inférieur à celui du composite de même concentration, préparé avec les fibres grosses bien que la densité soit identique. Ceci montre clairement que la taille des pelotes de fibres dans la matrice affecte directement les propriétés isolantes du matériau comme montré dans les travaux de **Kenfer M.M. et al.** (1999) ; **Coutts R.S.P. et al.** (1987) et de **Khedari J. et al.** (2004).

Les fibres fines correspondent à une moindre agglomération en comparaison aux grosses. On peut donc dire que la distribution ou le degré d'agglomération influe sur la conductivité : plus les fibres se distribuent uniformément, plus grande sera la conductivité thermique.

Pour apprécier le pouvoir isolant des matériaux élaborés, on rassemble dans le tableau IV.4 le coefficient de conductivité thermique associé à la masse volumique des matériaux de construction légers courants ayant la même application.

**Tableau IV.4 :** Conductivité thermique et masse volumique de quelques matériaux de construction légers cités dans la littérature.

Matériaux	<b>ρ</b> : kg.m <sup>-3</sup>	$\lambda$ : W.m <sup>-1</sup> °C <sup>-1</sup>	Indication
Mortier composite à fibres cellulosiques <sup>1</sup>	1460	0.481	
	1150	0.302	
Plâtre de paris <sup>2</sup>	1230	0.60	E/C=0.6
Béton argileux de copeaux de bois	1010	0.22	
	870	0.16	
Composite à fibres de noix de coco et de	959	0 2543	
durian <sup>4</sup>	1456	0.3506	
Béton d'argile expansé (avec la poudre	1038	0.281	
d'aluminium) <sup>5</sup>	962	0.264	
	1000	0.00	
Beton de sable dunaire (SD) et	1200	0.28	
alluvionnaire (SA) et de déchets de bois °	1220	0.27	
Composite à matrice cimentaire et fibres	1200	0.47	12 % de fibres
cellulosiques <sup>7</sup>	1030	0.28	16 % de fibres
contriosiques	820	0.20	20% do fibros
	820	0.23	20 % de fibres

**1 : Bentchikou M.** (2007) ; **2 : Karni et al.** (1995) ; **3 : Al Rim K. et al.** (1999) ; **4 : Khedari J. et al.** (2001) ; **5 : Goual et al.** (2006) ; **6 : Bederina et al.** (2007) ; **7 :** Présent travail.

# **IV- 5- RESISTANCES MECANIQUES**

#### IV- 5- 1- Effet de la teneur en fibres

En faisant varier la teneur des fibres en pourcentage massique par rapport au ciment, et pour un composite à fibres grosses introduites sèches et dont les éprouvettes après démoulage ont passé 7 jours dans un local maintenu à 100% d'HR et 20°C ; les résistances prennent l'allure des courbes données par les figures IV. 7 et IV. 8.

La résistance en compression diminue rapidement pour des faibles concentrations et d'une manière asymptotique pour les concentrations élevées (> 10%).

On peut expliquer cette chute de résistance par le caractère antagoniste de résistance des matériaux de base avec lesquels le composite est fabriqué à savoir le ciment connu pour sa grande résistance et les fibres dont la résistance en compression est presque négligeable devant celle du ciment.



**Figure IV. 7 :** Résistance à la compression en fonction la concentration en fibres.

Figure IV. 8 : Résistance à la traction par flexion en fonction la concentration en fibres.

On constate une perte considérable (de 65 à 10 MPa) en résistance mécanique quand la concentration en fibres augmente de 0 à 16%. Cette chute de résistance est due à la porosité du composite induite par les vides intra et extra fibres, autrement dit ce phénomène pourrait être expliqué par le fait que la présence des fibres dans la matrice perturbe quelque peu celle-ci en y introduisant des vides [**Bourzam A.** (1999)], phénomène connu sous le nom de ''l'effet de voûtes'' clairement développé par **Bara K. et al.** (1993).

Les résultats pour les teneurs entre 0 et 1.5% sont en accord avec les travaux de **Soderhjelm** L. (1976) qui a le premier étudié une composition de mortier avec adjonction de boues de papeteries à teneurs comprises entre 0 et 1.5%.

La courbe de la figure IV. 8 montre que la présence des fibres en faible quantité (jusqu'à 4 %) améliore la résistance à la traction par flexion. Au delà de 4% elle diminue comme pour la résistance en compression atteignant pour le composite à 16 % de fibres, 40% de la résistance de la pâte (sans fibres). On peut donc considérer que jusqu'à 4 %, les fibres ont un effet de couture sur les microfissures.

Il est à noter que la quantité d'eau dans le mélange correspond aux données du tableau II. 3, calculée en tenant compte de la courbe de saturation de la figure II. 3.

## IV- 5- 2- Effet du degré de saturation des fibres

Pour étudier l'effet du taux de saturation en eau des fibres sur le comportement mécanique du composite, on compare deux préparations : un matériau fabriqué avec des fibres grosses (voir § II. 3) introduites sèches et un autre avec des fibres grosses qui ont été immergées pendant 13 jours dans la quantité d'eau nécessaire à la préparation du matériau.

Après démoulage, les éprouvettes partagées en deux lots, sont conservées tous les deux pendant 7 jours à 20 °C l'un à 50 % d'HR et l'autre à 100% d'HR, puis on les met pendant 34 jours dans la même ambiance à 20 °C et 50% d'HR. Les résultats des essais de compression sont représentés sur la figure IV. 9.



**Figure IV. 9 :** Résistance à la compression en fonction de la concentration en fibres soit introduites sèches, soit mouillées durant 13 jours avant confection du composite.

Pour un même milieu de cure (Température de 20 °C et Humidité relative soit de 50% soit de 100%), la tendance générale en comparant les courbes donnant la résistance en compression du composite permet de dire que la résistance de ce dernier fabriqué avec des fibres ayant passé 13 jours dans l'eau avant mélange est légèrement améliorée par rapport à celui élaboré avec des fibres de même granulométrie mais introduites sèches.

L'explication probable de ce résultat serait que les fibres dans le cas d'introduction sèche, sont mouillées en surface pendant la confection du composite alors que dans le deuxième cas l'eau atteint le cœur de la fibre, qui, durant la cure, est restituée à la pâte de ciment durcie en continuant à hydrater les grains encore anhydres. Ce qui permet d'améliorer faiblement la

résistance du matériau.

La différence de résistance n'étant pas importante en prenant en considération les erreurs de mesure. Ainsi, la préparation du composite avec des fibres sans pré-mouillage est préférable d'un point de vue pratique et économique.

#### IV- 5- 3- Effet de la granulométrie des fibres

Comme mentionné au § II.3, trois granulométries de fibres sont utilisées dans cette étude, les fines ( $\phi < 1.25 \text{ mm}$ ), les grosses ( $1.25 \le \phi \text{ (mm)} \le 5$ ) et un mélange des deux avec  $\phi < 5 \text{ mm}$ . A titre indicatif on donne sur la figure IV.10 les courbes granulométriques des agglomérations de fibres déterminées selon la norme EN 933-2.



Figure IV. 10 : Courbes granulométriques de 3 séries de fibres.

**Figure IV. 11 :** Courbes de répartition granulométrique pour 3 séries de fibres.

Trois séries de fibres préparées selon le même protocole ont été passées aux tamis pour étude granulométrique. Les résultats montrent une légère différence dans la répartition granulométrique, raison pour laquelle nous avons utilisé à chaque fois pour la fabrication du composite un mélange des 3 séries de fibres.

Des éprouvettes fabriquées avec les trois classes granulométriques de fibres et conservées pendant 7 jours dans une chambre à 100% d'HR et 20 °C, ont subi des tests mécaniques dont les résultats sont présentés sur la figure IV. 12.

En ne tenant compte que des valeurs moyennes des résistances représentées (sans prendre en considération les domaines d'incertitude), la tendance générale permet d'affirmer qu'avec une granulométrie de fibres de  $\Phi$ <5 mm, on a le meilleur résultat en terme de résistance en raison probablement de la continuité de la granulométrie.

La comparaison entre les résistances développées avec les fines et les grosses est difficile à faire si on tient compte des erreurs sur les mesures, vu que les deux courbes sont presque



**Figure IV. 12 :** Résistance en compression en fonction de la concentration en fibres pour différentes granulométries de fibres.

superposées, mais en comparant les valeurs moyennes on a l'impression qu'avec les fines la résistance est relativement meilleure.

Il est à remarquer qu'une tendance similaire concerne les valeurs de la conductivité thermique  $\lambda$  représentées sur la figure IV.6 où pour le composite fabriqué avec des fines,  $\lambda$  est supérieure à celle du composite avec des grosses.

Les fines assurent une meilleure compacité au matériau que les grosses. Ces derniers engendrent une porosité relativement supérieure, ce qui diminue la résistance et le coefficient de conductivité thermique.

Afin de faciliter la production, l'utilisation des fibres de  $\Phi$ <5 mm est préférable par rapport aux deux autres séries de granulométrie, car ne nécessitant pas des opérations de tamisage supplémentaires, ces dernières n'apporteraient pas d'améliorations notables au matériau.

## IV- 5- 4- Effet de la cure

#### *IV- 5- 4- 1- Effet de l'Ambiance de conservation*

Après démoulage et pendant 7 jours, on conserve des éprouvettes fabriquées avec des fibres
grosses, dans deux milieux différents l'un sec à 20 °C et 50% d'HR et l'autre humide à 20 °C et 100% d'HR. Après le 7 <sup>ème</sup> jour, on les sort pour les mettre toutes pendant 34 jours dans la même ambiance (à 20 °C et 50% d'HR) puis on procède aux essais de compression.

Pour le composite étudié, l'influence de la concentration en fibres sur la résistance en compression pour les deux milieux de cure est représentée sur la figure IV. 13.

On constate que la résistance des éprouvettes conservées en milieu sec est inférieure à celles conservées en milieu humide indépendamment de la présence des fibres dans la matrice comme en témoignent les valeurs des résistances de 51.5 et 74 MPa du témoin (0% de fibres) conservé respectivement en milieu sec et humide.



**Figure IV. 13 :** Résistance en compression en fonction la concentration en fibres grosses pour des éprouvettes conservées à 20 °C dans les deux milieux de cure (50 et 100% d'HR).

Dans ce contexte l'importance de l'ambiance de conservation ou de la cure du béton a été relevée de façon répétée par **Hermann** (1998), **Hermann** (1999) et **Egmond et al.** (1999) où les auteurs soulignent la nécessité de protéger le béton le plus rapidement possible contre le desséchement prématuré par suite du rayonnement solaire, du vent, du gel ou de fortes variations de températures, jusqu'à ce que ce béton ait atteint une résistance suffisante. Les bétons frais contiennent en principe suffisamment d'eau pour garantir l'apport d'humidité nécessaire à la formation des produits d'hydratation du ciment.

Alors que l'effet du milieu de conservation sur la résistance d'un béton quelconque a été clairement montré plus haut, l'incorporation de fibres cellulosiques dans une matrice minérale

rend le composite encore plus sensible à la cure comme le montre le rapport  $\Delta R/R_H$  de la différence des résistances à la compression développées en milieu humide  $R_H$  et sec  $R_S$ , à la résistance  $R_H$  (tableau IV. 5).

Teneur en fibres (%)	Résistance développée en milieu sec, R <sub>S</sub> (MPa)	Résistance développée en milieu humide, R <sub>H</sub> (MPa)	Différence de résistance : $\Delta R = R_{H} - R_{S} (MPa)$	Rapport : $\Delta R/R_{\rm H}$ (%)
0	52.05	74.42	22.37	30
2	36.23	54.66	18.43	33
4	32.1	51.31	19.21	37
8	22.21	37.4	15.19	40

Tableau IV.5 : Différence de résistance entre les deux milieux de conservation.

Chaque fois que le taux de fibre augmente, le rapport  $\Delta R/R_H$  augmente aussi. On peut expliquer ce résultat par le fait que la présence des fibres en quantité suffisante, créerait un réseau de pores ouverts à l'extérieur favorisant le dessèchement du matériau et par conséquent entraînant l'arrêt de l'hydratation des grains de ciment. L'examen plus loin du taux d'hydratation (TH) permettra de confirmer ces résultats.



**Figure IV. 14 :** Résistance en compression en fonction de la concentration en fibres ( $\Phi$ <5 mm) pour des éprouvettes conservées à 20 °C et 100% d'HR pendant 1, 7 et 28 jours.

De 1 à 7 jours passées en milieu saturé en humidité, les éprouvettes gagnent en résistance et ce pour toutes les concentrations en fibres, cependant, si on prolonge d'avantage la durée de séjour du composite dans la même ambiance, le gain en résistance n'est pas considérable.

En comparaison avec la bibliographie et pour le cas d'un béton, le comportement est identique comme on le constate dans les travaux de **Zhang S. et al.** (2006) donnés en figure IV. 15 où les auteurs ont montré qu'avec l'augmentation de la durée de séjour des éprouvettes dans l'eau, la résistance s'accroît, autrement dit toute cure interrompue prématurément nuit à la qualité du béton.



**Figure IV. 15 :** Résistance à la compression d'un béton [**Zhang S et al.** (2006)] en fonction de E/C pour des éprouvettes conservées dans l'eau à 20 °C pendant respectivement 1, 7, 28 et 56 jours.

Fondamentalement, il faut établir que les conditions ambiantes jouent un rôle déterminant aussi bien pour les bétons ordinaires **SIA 162.051** (1994) ; **ENV 206** (1990), que le composite étudié.

## IV- 5- 5- Effet du rapport : E/C

L'examen au microscope électronique à balayage des échantillons à différentes teneurs en fibres a montré l'existence dans le matériau de zones où l'on trouve des amas (pelotes) de fibres agglomérées. Ceci montre que la répartition des fibres dans la matrice est non homogène.



**Figure IV. 16 :** Effet de E/C sur la dispersion des fibres.

Les figures IV. 16 a et b qui illustrent ce constat sont des photos prises par le MEB, d'un composite à 10% de fibres.

On a décidé d'augmenter E/C afin d'améliorer la dispersion des fibres et à analyser par la suite son influence sur les résistances.

En augmentant le rapport E/C et donc la maniabilité, les fibres se répartissent mieux, comme montré sur la figure IV. 16 b. Le balayage de toute la surface de l'échantillon du composite à 10 % de fibres avec E/C = 0.64 nous a permis de trouver une zone où il y'a une grande agglomération de fibre (la zone encerclée) qui est beaucoup moins dense que celles trouvées sur le composite à 10 % de fibres mais avec E/C = 0.56.

L'influence de la variation du rapport E/C sur la résistance d'un composite à 10% de fibres est représentée sur les figures IV. 17 a et b. on observe que les courbes passent par un maximum correspondant à un rapport (E/C) optimal.

Une deuxième fois, et comme appui aux résultats du paragraphe précédent, l'examen de ces dernières courbes montre que la durée de la cure influe sur la résistance du matériau indépendamment du rapport E/C.

Le même travail a été refait pour les autres concentrations en fibres étudiées où on observe exactement la même tendance en faisant varier E/C.

En balayant les valeurs de E/C utilisées, la tendance vers un optimum est clairement montrée.



Figure IV. 17 : Résistance du composite à 10% de fibres en fonction de E/C. A la compression **a**) A la traction par flexion **b**)

Ceci est vérifié pour chacune des concentrations étudiées.

En traçant (E/C) <sub>optimum</sub> en fonction de la concentration, les points obtenus permettant de tracer le graphe de la figure IV. 18 peuvent être corrélés à la droite d'équation IV.5 :



Figure IV. 18 : Rapport (E/C) <sub>Optimum</sub> en fonction de la teneur en fibres.

$$(E/C)_{optimum} = 0.0433 X + 0.2333$$
, avec un coefficient de corrélation de 0.99. (IV.5)

#### X : Concentration en fibres

Avec ces valeurs optimales de E/C, on regroupe dans le tableau IV.6 les constituants pour un mètre cube du composite.

Teneur massique en fibres (%)	0	4	8	10	16	20
(E/C) <sub>optimum</sub> (-)	0.36	0.41	0.57	0.66	0.92	1.10
Ciment (Kg)	1518	1354	1027	894	670	450
Eau (Kg)	546	555	596	608	607	535
Fibres (Kg)	0	54	82	89	108	90
Masse volumique fraîche (Kg.m <sup>-3</sup> )	2065	1951	1705	1592	1380	1150
Masse volumique sèche (Kg.m <sup>-3</sup> )	1950	1720	1500	1370	1030	813

**Tableau IV.6 :** Constituants du composite pour un mètre cube de volume.

Le graphe de la résistance en compression qui correspond aux valeurs optimales de E/C est donné sur la figure IV. 19.

Les points expérimentaux de la résistance en compression, représentés sur la figure IV. 19 suivent fidèlement (avec un coefficient de corrélation  $R^2 = 0.9991$ ) la régression polynomiale d'équation IV.6 :

$$R_c = 0.1521 X^2 - 6.1757 X + 70.571$$
 (IV.6)

Avec X : Concentration en fibres (%)

*R<sub>c</sub>*: Résistance en compression (MPa)

Par comparaison aux résistances du composite à différentes teneur en fibres, préparé en utilisant les valeurs de E/C non optimisé (regroupées dans le tableau II. 3), celles données par le graphe de la figure IV. 19 sont nettement meilleures.



**Figure IV. 19 :** Résistance à la compression du composite qui correspond aux valeurs de  $(E/C)_{optimum}$ , en fonction de la concentration en fibres pour des éprouvettes conservées 28 j à 100% d'HR.

## IV- 5- 6- Comparaison des résistances avec ceux de la bibliographie

La taille et la forme des éprouvettes, la méthode de formations des pores dans le matériau, la direction de chargement, l'âge, la quantité d'eau de gâchage, les caractéristiques des différents matériaux de base et la méthode de cure influent sur le développement de la résistance dans le béton léger.

Il est à rappeler que toutes les résistances mesurées sont effectuées sur des éprouvettes de dimension 2x2x12 cm<sup>3</sup> et pour pouvoir comparer nos résultats avec ceux de la littérature, des essais supplémentaires sur des éprouvettes avec d'autres dimensions ont été effectués et les résultats sont présentés dans le tableau IV. 7.

L'examen de la première ligne de ce tableau permet de dire que pour une pâte de ciment (0%), la résistance déterminée sur une éprouvette 4x4x16 cm<sup>3</sup> est inférieure de 19.45% par rapport à celle correspondant à une éprouvette 2x2x12 cm<sup>3</sup>. Pour les autres compositions, la différence tourne autour de 22%.

Matériau (Concentration en	Résistance en cor	$(\mathbf{R}_{4x4x16}) < (\mathbf{R}_{2x2x12})$ de D%	
fibres)	éprouvette 4x4x16 ( $\mathbf{R}_{4x4x16}$ )	$\begin{array}{c} \text{éprouvette } 2x2x12\\ (\mathbf{R}_{2x^2x12}) \end{array}$	D%
	( 474710)		
0 % (E/C= 0.36)	72.5	90	19.45
4 % (E/C= 0.4)	38.23	48.4	21
16 % (E/C=0.92)	8.34	10.7	22
Mortier de ciment-			
sable (E/C = 0.5)	46	59.9	22.5
MB 4% (avec brique concassé) (E/C = 0.59)	34.5	45	23

 Tableau IV.7 : Correspondance entre les résistances en compression suivant la taille des éprouvettes utilisées.

La réduction de la densité dans le cas d'une grande présence de macro-pores cause une chute importante de la résistance. Généralement pour les bétons légers, la résistance en compression croit linéairement avec la densité.



**Figure IV. 20 :** Résistance à la compression en fonction de la densité sèche obtenue à partir des résultats du tableau IV.8.

Sur la figure IV. 20 on trace la courbe représentant la résistance en compression en fonction de la densité sèche du matériau. Ici aussi la résistance de notre matériau augmente avec la densité.

Des valeurs de la résistance en compression en fonction de la densité citées dans la littérature sont reprises dans le tableau IV.8.

Dans ce tableau il convient de noter que les propriétés relevées sont celles de la famille de matériaux de construction et d'isolation.

A première vue et si on se limite aux matériaux dont la densité est comprise entre 1000 et 1800 kg/m<sup>3</sup> pour être dans la gamme des bétons légers (classés fonctionnellement d'après **Kass J. L et al.** (1972) et par la suite recommandée par RILEM), on relève si on tient compte en plus des dimensions des éprouvettes et du mode de cure, des résistances comparables variant entre 1 et 52 MPa selon la composition et la masse volumique, pour le mortier allégé par un agent moussant (Sealocrete) [**Soliman I.A-N. et al.** (1990)] ou celui renforcé de fibres de riz, de blé et de maïs [**Blanes J.C. et al.** (2004)]. D'après le même tableau les résistances du composite objet de la présente étude sont proches de celles du mortier chargé de fibres de cocotier et de durian [**Khedari J. et al.** (2001)] ou à fibres de déchets de papier [**Bentchikou M. et al.** (2007)] ou encore du composite avec granulats de bois [**Benmalek M.L. et al.** (1999)].

volumique.	Tableau IV.8 :	Résistance	en	compression	de	quelques	bétons	légers	en	fonction	de	la	masse
	volumique.												

Identification du béton	Masse volumique	M.J. J	Résistance en compression		
léger (Référence)	(Kg/m <sup>3</sup> )	Mode de cure	(MPa)		
LWM : Matrice de (ciment +		28 jours dans l'eau	Après 28 j		
sable) avec un agent moussant	1020 - 1900		27 à 1		
(Sealocrete) [Soliman I.A.N. et					
<b>al.</b> (1990)]					
LWC : Matrice de (ciment +	Avec Leca (L) : 1470-1490-	50 ± 3% d' HR	Après 28 j		
sable) et agrégat de Leca ou	1520	Et	L : 15.5 – 19.5 – 29 (cube)		
de la brique concassée.		$23 \pm 2^{\circ}C$	13 – 15 – 22 (cylindre)		
[Alduaij J. et al. (1999)]	Avec Brique Concassée		BC : 13 – 14.5 – 21 (cube)		
	(BC) : 1560-1600-1670		10.5 – 12 – 15 (cylindre)		
LWC : Matrice de (ciment +			Après 28 j		
cendre volante + sable +	1050 - 1820		$7 \div 18$		
granulat normal) et agrégat de					
polystyrène. [Saradhi Babu D.					
<b>et al.</b> (2006)]					

LWC : Matrice de ciment et	900÷1190	Dans le laboratoire	Après 28 j
agrégats de diatomite. [Ünal O.		à $18 \pm 2^{\circ}$ C et	$3.5 \div 5.8$
et al. (2007)]		pendant 7, 28 et 56j	
LWM : Matrice de (ciment +		28 j dans une	Après 28 j
sable) et fibres de riz, du blé et		chambre humide	7 ÷ 17
du maïs. [ <b>Blanes J.C. et al.</b>		(100% d'HR)	
(2004)]			
Mortier composite avec		10 j dans l'eau	Après 10 j
Matrice de (ciment + sable) et	1440		4.77
fibres de Cocotier et de Durian.	959 864		2.46
[ <b>Khedari J. et al.</b> (2001)]	1456 1346 1315		3.29 0.86 0
Mortier composite avec		28 j dans l'eau	Après 28 j
Matrice de (ciment + sable) et	1950		34
fibres de déchets de papier.	1870 1700		17 10
[Bentchikou M. et al. (2007)].	1460 1150		7 3.5
Composite avec Matrice de		7 j dans eau	А7ј
ciment et des fibres	1800		59.2
cellulosiques de récupération	1650		34.5
[présente étude]	1500 1370 1270 1150		27 20 15.5 11.5
	1030		8.64

Pour plus de détails concernant E/C, la composition des matériaux, les dimensions des éprouvettes et la méthode de fabrication, consulter le tableau 1 donné en annexe 3.

# **IV – 6- TAUX D'HYDRATATION**

Comme vu au § IV. 5. 4, la cure du matériau a un impact sur la résistance mécanique, autrement dit, il existe une relation de cause à effet entre ces deux facteurs. L'introduction de la notion du taux d'hydratation (TH) de la matrice cimentaire pourra expliquer certains de ces phénomènes.

Le taux d'hydratation est défini comme le rapport entre la quantité de ciment qui a réagi et la quantité initiale de ciment utilisée pour préparer le composite.

La technique utilisée pour calculer le taux d'hydratation (évalué en %) est celle d'analyse d'image prise par microscope électronique à balayage (MEB) développée dans le § III. 5. 1.

Un théorème de base de la stériologie indique que la fraction surfacique d'un objet dans une image (2D) est égale à la fraction volumique de cet objet dans l'échantillon (3D) [Scrivener K. L. et al. (1987), Scrivener K. L. (2004)]. La proportion de la phase anhydre mesurée dans les images BSE (§ III. 5. 1) est donc relative à la quantité des anhydres dans l'échantillon massif.

En se basant sur pas moins de 50 images prises d'un même échantillon et en utilisant un grossissement de 400 fois, la segmentation de l'histogramme de niveaux de gris correspondant aux grains anhydres (AN) après filtration permet de déterminer la fraction volumique  $F_a$  des grains de ciment non réagis (AN) par :

$$F_a = \frac{V_a}{V_{Tot}}$$
(IV.7)

Avec  $V_a$ : volume des grains de ciment non réagis,

 $V_{Tot}$ : volume total du mélange.

$$V_{Tot} = \left(\frac{1}{\rho_c} + \frac{E}{M_c} + \frac{M_f}{\rho_f}\right)$$
(IV.8)

La fraction volumique du ciment dans le mélange se calcule d'après :

$$F_c = \frac{V_c}{V_{T_{ot}}}$$
(IV.9)

Avec  $V_c$ : Volume du ciment.

En se référant à la définition donnée plus haut, le taux d'hydratation s'obtient par :

$$TH(\%) = \frac{100(F_c - F_a)}{F_c}$$
(IV.10)

Le taux d'hydratation pourra aussi être calculé en accord avec la Norme **ASTM C 1084** (1997) comme décrit par **Adnan A. B. et al.** (1999). La méthode se base sur l'analyse thermogravimétrique (ATG/ATD). Dans cette méthode qui utilise un four pouvant atteindre 1000°C, la perte de masse provenant d'une déshydratation, peut être déterminé grâce à une thermo-balance dont la précision de mesure est de l'ordre de 0.001mg.

La proportion de l'eau non évaporée  $W_n$  d'un échantillon ignifugé est utilisée pour évaluer le taux d'hydratation selon la formule :

$$TH = \frac{W_n}{W_{nu}}$$
(IV.11)

Avec :

 $W_{nu}$ : proportion d'eau non évaporée pour une hydratation complète, elle est prise égale à 0.23 g/g de ciment [**Zhang S. et al.** (2006)].

 $W_n$  est calculé d'après **Zhang S. et al.** (2006) par :

$$W_n = \frac{\left(W_1 - W_2\right)}{\left(W_2 \times C_{cim}\right)} \tag{IV.12}$$

Avec :

 $W_1$ : masse de l'échantillon séché à 105 ± 1°C,

 $W_2$ : masse de l'échantillon après ignification à 520 ± 5°C pendant 3 heures,

 $C_{\rm cim}$  : pourcentage massique du ciment dans la pâte de ciment ou dans le béton.

En dressant un tableau comparatif entre les valeurs du taux d'hydratation déterminé selon les deux méthodes, pour une pâte de ciment préparée avec 5 valeurs différentes du rapport E/C (0.25 à 0.65) et 3 températures de cure (5, 20 et 38 °C), **Castro Gomes J. P. et al.** (1998), arrivent à la conclusion que la méthode utilisant le MEB donne un taux d'hydratation très proche de celui calculé en se basant sur la fraction d'eau non évaporée  $W_n$  de l'équation IV. 11, évaluée par la technique d'ATG/ATD ; l'écart ne dépasse 4%.

Il est intéressant d'étudier l'influence de la teneur et du type de fibres ainsi que le milieu de cure sur l'évolution de TH.

#### IV- 6- 1- Taux d'Hydratation en fonction de la teneur en fibres

En essayant de tracer le taux d'hydratation en fonction de la teneur en fibres fines et grosses pour des éprouvettes conservées après démoulage dans un milieu à 20°C et 100% d'HR pendant 7 jours, on obtient les graphes de la figure IV. 21.

Les éprouvettes étant saturées en eau, le TH est pratiquement constant quelque soit le type de fibres utilisées pour préparer le composite (fines ou grosses), et aussi quelque soit la teneur en fibres. Il se situe autour de 70 %, valeur comparable à celle trouvée par **Lam. L et al.** (2000) pour une pâte de ciment préparée avec E/C = 0.35.



**Figure IV. 21 :** Taux d'hydratation en fonction de la teneur en fibres pour une cure à 20°C et 100% d'HR.

En changeant le milieu de cure et dans une ambiance à 20°C et 50% d'HR, l'évolution de l'hydratation des grains de ciment est différente comme il est montré sur la figure IV. 22.

En tenant compte des valeurs moyennes de TH, et indépendamment de la nature des fibres, l'allure générale des courbes montre que le taux d'hydratation décroît avec l'augmentation de la teneur en fibres.



**Figure IV. 22 :** Taux d'hydratation en fonction de la teneur en fibres pour une cure à 20°C et 50% d'HR.

Lame L. et al. (2000) ont montré que la présence prolongée de l'humidité (l'eau) est la seule

responsable de l'augmentation du TH pour le cas de la pâte de ciment combinée à de la cendre volante à différents pourcentage de substitution. On peut donc dire dans le cadre de notre étude que dans les conditions de stockage en milieu sec, le séchage est accéléré par la présence des fibres qui développent dans la matrice un réseau poreux permettant de communiquer avec l'extérieur ce qui entraîne la diminution de TH en cas de cure dans ce milieu.

### IV- 6- 2- Taux d'Hydratation en fonction du type de fibres

L'examen des résultats représentés sur la figure IV. 22 montre en général qu'avec les fibres grosses, le composite ayant subi une cure dans un milieu sec, a un taux d'hydratation meilleur que celui fabriqué avec des fibres fines.

La microstructure du matériau fabriqué avec l'un ou l'autre type de fibres pourra nous aider à interpréter cette différence. En effet, pour une même teneur en fibres, avec les grosses qui sont agglomérées sous forme d'amas, la répartition dans la matrice n'est pas uniforme, des endroits peuvent ne pas contenir des fibres et ainsi la porosité dans ce cas est fermée. La quantité d'eau qui reste dans le cœur du composite après démoulage, ne communiquant pas avec l'extérieur continuerait à diffuser dans la matrice en hydratant les grains anhydres avoisinantes.

On peut imaginer pour le cas du composite fabriqué avec des fines qui favorisent un mélange homogène, que ces dernières assurent une continuité du faisceau, du cœur à la surface permettant de communiquer avec l'extérieur. L'équilibre entre le matériau et le milieu environnant est rapidement établi et l'hydratation sera relativement retardée ou stoppée.

En revanche, dans le cas de cure dans le milieu humide (100 % d'HR), le type de fibres n'a pas d'influence sur le TH puisque la saturation est garantie partout dans le matériau.

Dans ce qui suit, les résultats de la résistance en fonction de la teneur et du type de fibres sont confrontés avec ceux du taux d'hydratation.

# IV- 6- 3- Taux d'Hydratation et résistance en compression en fonction de la teneur et du type de fibres

Les courbes des résistances en compression en fonction de la teneur et du type de fibres d'éprouvettes conservées après démoulage pendant 41 jours dans un milieu sec (20°C et 50% d'HR) sont représentées sur la figure IV. 23. Avec les fibres fines, la valeur moyenne de la résistance du composite est relativement supérieure que celui préparé avec les fibres grosses et cela quelque soit la teneur en fibres.



Figure IV. 23 : Résistance en compression en fonction de la teneur en fibres fines et grosses pour une cure à 20°C et 50% d'HR.

Un résultat paradoxal, qui n'est pas en accord avec celui trouvé pour le taux d'hydratation (figure IV. 22) où on retient que le TH du composite avec les grosses fibres est supérieur à celui du composite avec les fibres fines.

Il ressort donc que pour le cas d'un composite à matrice cimentaire (de classe déterminée) et fibres végétales, l'explication que seul le taux d'hydratation est responsable du développement de la résistance n'est pas suffisante pour interpréter ces résultats.

Le composite avec les grosses fibres développe une résistance inférieure à celle avec les fibres fines à cause probablement de l'existence de zones du matériau qui sont affaiblies par l'agglomération de fibres sous forme d'amas que constituent les grosses fibres. Ceci ne pourrait compenser l'apport positif des grosses en ce qui concerne l'hydratation montrée plus haut.

Sur les figures IV. 24 et IV. 25 on trace les courbes de la résistance en compression en fonction du taux d'hydratation respectivement pour les cas de composites avec des fibres fines et grosses conservés dans un milieu sec (20°C et 50% d'HR).

Pour le cas du composite avec des fibres fines, l'évolution de la résistance  $R_c$  (MPa) en fonction du taux d'hydratation TH (%) est linéaire d'équation IV.13 :

$$R_c = 2.147.TH - 79.404 \tag{IV.13}$$

Avec un coefficient de corrélation de 0.9994.



**Figure IV. 24 :** Résistance en compression en fonction du taux d'hydratation pour un composite avec des fibres fines conservé à 20°C et 50% d'HR.

La linéarité entre  $R_c$  et TH pour le cas du composite avec des fibres grosses n'est valable que pour le matériau chargé de fibres à 4, 6 et 8%. La référence (0%) ne suit pas cette loi.



**Figure IV. 25 :** Résistance en compression en fonction du taux d'hydratation pour composite avec des fibres grosses conservé à 20°C et 50% d'HR.

Dans une ambiance sèche, la résistance de la pâte de ciment varie proportionnellement avec le TH comme pour le composite avec des fibres fines alors qu'elle est différente pour celui avec des fibres grosses. Bien que pour ce dernier cas, le TH est relativement élevé, la résistance n'augmente pas avec la même proportion à cause des lacunes présentes dans le matériau dues à l'agglomération des fibres comme expliqué auparavant.

# IV- 6- 4- Taux d'Hydratation en fonction du degré de saturation en eau des fibres avant mélange

Comme il a été fait au § IV. 5. 2, lorsqu'on a étudié l'effet du degré de saturation en eau des fibres sur la résistance en compression, dans le présent paragraphe on examine la variation de TH en fonction du même paramètre pour un composite à 4% en fibres.



**Figure IV. 26 :** Taux d'hydratation en fonction du degré de saturation des fibres dans l'eau pour le composite à 4% en fibres.

Sur la figure IV. 26, on remarque qu'avec les fibres fines, le matériau s'hydrate moins qu'avec les grosses dans une ambiance sèche quelque soit le temps de séjour des fibres dans l'eau avant mélange. Par contre pour le cas des éprouvettes conservées en milieu humide, quelque soit la durée de séjour des fibres dans l'eau, le TH reste constant. Ce dernier résultat vient encore appuyer celui discuté au § IV. 6. 1.

Il est à remarquer aussi que le temps de séjour des fibres dans l'eau avant mélange n'a pas d'influence sur le taux d'hydratation quelque soit la cure qu'à subi le matériau et aussi quelque soit la nature des fibres utilisées.

# IV- 6- 5- Taux d'Hydratation et milieux de stockage des éprouvettes

Si on regroupe sur un même graphique les deux courbes de variation du TH en fonction de la teneur en fibres d'un composite fabriqué avec des fibres fines et stocké à différentes ambiances sèche et humide, on obtient les graphes de la figure IV. 27.



Figure IV. 27 : Comparaison du taux d'hydratation des composites fabriqués avec des fibres fines, conservés pendant 7 jours dans deux milieux : sec et humide respectivement.

Comme dit plus haut, on remarque bien, que le taux d'hydratation reste pratiquement constant dans le cas de stockage en milieu humide et diminue avec la teneur en fibres si le matériau est conservé en milieu sec.

Par rapport à l'étude de **Zhang S. et al.** (2006) de variations de TH d'un béton conservé dans des milieux différents et pendant des périodes variées et qui arrivent à conclure qu'à TH élevé correspond une résistance élevé, l'analyse de la première courbe (stockage à 100% d'HR) qui montre la constance de TH quelle que soit la teneur en fibres ne peut expliquer la chute de résistance avec l'augmentation de cette dernière. Ce qui nous amène à penser que c'est la porosité examinée dans le paragraphe IV. 7 qui contrôle la résistance.

## IV- 6- 6- Taux d'Hydratation en fonction de la durée de cure

La variation de TH en fonction de la durée de la cure pour un matériau cimentaire a été l'objet de plusieurs études [Zhang S. et al. (2006), Adnan A. B. et al. (1999), Castro Gomes J. P. et al.

(1998), **Lam L. et al.** (2000)] qui montrent que le TH connaît une évolution croissante avec le temps comme c'est le cas du composite étudié avec différentes concentrations en fibres. Le tableau IV.9 résume pour quelques teneurs en fibres du composite, les valeurs de TH en fonction de la durée de la cure.

**Tableau IV.9 :** Taux d'hydratation TH (%) du composite à différentes teneurs en fibres grosses en fonction de la durée de cure.

Teneur en fibres	1 jour à 100 % d'HR +	Milieu à 20 °C et 100 % d'HR			
(%)	7 jours à 50 % d'HR	Pendant 7 jours	Pendant 110 jours		
0	61.1	70.4	77.4		
4	60.7	70.8	78		
6	54	69	77.6		
8	50	70.6	77		

Le même travail a été conduit pour le composite avec des fibres fines et les valeurs de TH sont groupées dans le tableau IV.10.

**Tableau IV.10 :** Taux d'hydratation TH (%) du composite à différentes teneurs en fibres fines en fonction de la durée de cure.

Teneur en fibres	1 jour à 100 % d'HR +	Milieu à 20 °C e	et 100 % d'HR
(%)	7 jours à 50 % d'HR	Pendant 7 jours	Pendant 110 jours
0	61.1	70.4	77.4
4	52.1	70.9	76.2
6	48.5	67.5	76.3
8	47.3	69.6	76

Il est à noter que les composites étudiés sont préparés en respectant les valeurs de E/C données dans le tableau II. 3 du § II. 4.

Deux informations importantes peuvent être tirées de ces tableaux :

Mis à part la cure en milieu sec, le TH pour une période de cure déterminée en milieu humide reste constant quelque soit le chargement en fibres. On retient des valeurs moyennes de TH égales à 70 % après 7 jours de cure à 100 % d'HR et de 76 % après 110 jours de cure à 100 %

#### d'HR

La lecture en ligne des tableaux permet de voir que pour toutes les concentrations en fibres du composite, le TH augmente selon la durée de séjour du matériau dans le milieu humide.

# IV- 6- 7- Taux d'Hydratation en fonction de E/C

On étudie la variation de TH en fonction du rapport E/C pour deux compositions, l'une à 8 % de fibres et l'autre à 16 %. Les échantillons sont tous mis pendant 110 jours dans une ambiance à 20°C et 100% d'HR. Les valeurs de TH calculées sont reportées sur la figure IV. 28.



Eprouvettes avec E/C non optimal.



On remarque que dans un même milieu et durant la même période de cure, si on change le rapport E/C pour une composition donnée, le taux d'hydratation varie, il augmente avec l'augmentation de E/C. Pour le cas du composite à 8% de fibres avec E/C = 0.52, la valeur de TH = 82.4% est de 7% fois supérieure à celle du composite avec E/C = 0.48, alors que pour le composite à 16 % de fibres avec E/C = 0.72, son TH = 89.4% est supérieur de 15% par rapport à celui du composite avec E/C = 0.68.

Dans une ambiance humide, la présence de fibres en grande quantité dans le mélange favorise donc l'hydratation des grains de ciments.

## **IV-7-MICROSTRUCTURE ET POROSITE DU COMPOSITE**

Dans cette partie de l'étude on explore la microstructure du composite élaboré car pour ce genre de matériau la plupart des propriétés sont liées à la structure. On s'intéresse alors beaucoup plus à la contribution des fibres au changement de microstructure de la pâte de ciment prise comme référence. Deux volets sont examinés dans ce cadre : l'identification des composants avec leurs distributions dans le volume et la porosité du composite.

# IV- 7- 1- Analyse microscopique

L'observation microscopique par le MEB révèle qu'en présence de fibres, les produits d'hydratation du composite sont les mêmes que dans une pâte de ciment portland pure (0% de fibres) comme cité dans la littérature [**Francis Y. J. et al.** (1985) ; **Hewlett P. C. et al.** (1998)] avec des proportions en composants minéralogiques très proches du ciment que nous avons utilisé (§ II. 1).



Figure IV. 29 : Microstructure d'un composite à 4% de fibres, identification des principaux éléments. (grossissement G = 3000).

On retrouve pour un échantillon d'un composite à 4 % de fibres fines conservé 7 jours après démoulage dans une enceinte à 20 °C et 100% d'HR, des grains de ciment anhydres entourés de l'Inner C-S-H et plus loin de la portlandite  $Ca(OH)_2$  et du outer C-S-H comme le montre la figure IV. 29.

En plus de la distinction des éléments par niveau de gris, la microanalyse élémentaire par

Spectroscopie à dispersion d'énergie EDS associée au MEB est utilisée afin de connaître de façon qualitative la composition chimique des régions observées de l'échantillon.

Il est à remarquer sur cette même photo que la portlandite se forme là où il y a de l'espace libre dans la matrice ; on la retrouve même à l'intérieur des fibres comme cela a aussi été observé par **Savastano J. H. et al.** (1999) qui ont étudié un composite à fibres d'eucalyptus, de cocotier et de sisal avec matrice en laitier de haut fourneau, et aussi par **Jauberthie R. et al.** (2003) qui ont étudié un composite à fibres de balles de riz.

Dans le cas de la composition étudiée par **Bederina M.** (2007) pour faire du béton de sable à base de déchets de bois, il remarque que quels que soient le sable utilisé et la quantité de bois présente (sous forme de granulats) dans le composite, la matrice (le produit d'hydratation) ne pénètre pas dans les alvéoles du bois contrairement à ce qui se passe pour notre matériau.

D'autre part et à grossissement élevé, on remarque que l'adhérence entre les fibres et la matrice de notre matériau est bonne.

#### IV- 7- 1- 1- Changement de microstructure avec le dosage en fibres

En faisant varier la teneur en fibres et pour des échantillons ayant subi une cure pendant 105 jours dans un milieu à 20°C et 100% d'HR, la microstructure du composite varie comme il est montré sur les figures IV. 30 a, b, c, d, e, f.





Figure IV. 30 a) : pâte de ciment (0%)

Figure IV. 30 b) : Composite à 2% de fibres

Les photos sont prises avec un grossissement de 400 X.

L'observation microscopique comme l'analyse EDS de plusieurs points des échantillons présentée plus loin, révèlent la présence des mêmes produits d'hydratation quelle que soit la teneur en fibres. Le changement de la microstructure n'est affecté que par la présence de ces



dernières dans la matrice comme le montrent aussi les figures IV. 30 c, d, e et f.

Figure IV. 30 c) : Composite à 8% de fibres

Figure IV. 30 d) : Composite à 10% de fibres



Figure IV. 30 e) : Composite à 14% de fibres Figure IV. 30 f) : Composite à 16% de fibres

Figure IV. 30 : Comparaison des microstructures entre : une pâte de ciment (0%) a) et les composites à différentes teneurs en fibres b), c), d), e), f).

L'examen à plus grande échelle (agrandissement X 3000) des deux compositions extrêmes (0 et 16 % de fibres) associée à l'analyse EDS (figure IV. 31) permet après la lecture des diffractogrammes de deux points de chaque échantillon (point 1=Inner CSH, qui est proche du grain anhydre et point 2=outer CSH pris loin du grain) et calcul du rapport Ca/Si, de conclure que le CSH n'est pas modifié par la présence de fibres vu que ce rapport reste le même pour le point 1. Pour le point 2, on remarque que pour les deux compositions, il y'a du Ca, du Si, Al, et S car il s'agit d'un mélange de CSH (outer) et de monosulfate.



C'est la preuve que les mêmes mélanges d'hydrates sont conservés.



Eléments	Composition (%)			
	Point1	Point 2		
Ca	17.52	15.67		
Al	0.85	4.51		
Si	7.88	3.69		
0	71.63	73.65		
S	0.66	1.02		

**Figure IV. 31 a) :** Microstructure de la pâte de ciment (0%) et diffractogramme de 2 points de l'échantillon avec tableau donnant les fractions des éléments analysés.





Eléments	Composition (%)				
Licilicitis	Point1	Point 2			
Ca	17.87	18.11			
Al	0.88	0.79			
Si	8.88	8.92			
0	71.67	70.01			
S	0.23	0.49			

Figure IV. 31 b) : Microstructure du composite à 16% de fibres et diffractogramme de 2 points de l'échantillon avec tableau donnant les fractions des éléments analysés.

### IV- 7- 1- 2- Changement de microstructure avec l'ambiance de cure

L'effet des conditions de cure sur les propriétés mécaniques a été abordé précédemment.

Les résultats montrent l'apport positif que procure l'ambiance humide à l'augmentation des résistances. Pour plus d'illustration, l'effet de variation des conditions de cures sur le changement de microstructure est examiné dans cette section.

Les figures IV. 32 a-d présentent, pour chaque teneur en fibres, la variation de la microstructure des échantillons conservés à 20°C selon 3 conditions différentes : 1) 7 j à 50% d'HR, 2) 7 j à 100% d'HR et 3) 105 j à 100% d'HR.

Les photos sont prises avec un agrandissement de 400 fois.

L'observation de la microstructure des composites en parcourant horizontalement, de gauche à droite les photos de la figure IV. 32, montre que les grains anhydres sont de moins en moins nombreux lorsque la cure humide est prolongée. Ceci révèle l'importance de la cure pour les transformer en hydrates.

1): 7 jours dans milieu à 20°C et 50 % d'HR. 2): 7 jours dans milieu à 20°C et 100 % d'HR. 3): 105 jours dans milieu à 20°C et 100 % d'HR



Figure IV. 32 a) : pâte de ciment (0%)



Figure IV. 32 b) : Composite à 4% de fibres

1): 7 jours dans milieu à 20°C et 50 % d'HR. 2): 7 jours dans milieu à 20°C et 100 % d'HR. 3): 105 jours dans milieu à 20°C et 100 % d'HR



Figure IV. 32 c) : Composite à 6% de fibres





Figure IV. 32 : Comparaison des microstructures des composites étudiés, développées dans 3 ambiances de cure différentes.

# IV- 7- 2- Porosité du composite

Afin de montrer le rôle des fibres et leurs tailles (granulométrie) dans la formation des pores et le contrôle de la distribution de la porosité, des mesures de la porosité par microscopie et à mercure ont été effectuées.

#### IV- 7- 2- 1- Porosité par microscopie

Pas moins de 50 photos sont prises pour chaque échantillon afin de calculer par imagerie analytique en microscopie électronique à balayage, la porosité exprimée en pourcentage.

La technique est la même que pour déterminer le taux d'hydratation, la segmentation de l'histogramme de niveaux de gris correspondant à la porosité visible en noir sur l'image et après filtration, permet de déterminer la fraction volumique des pores.

Il est à préciser que cette dernière correspond à la somme de la porosité capillaire et celle générée par les fibres qui ont pour constituant principal commun le carbone.

#### IV.7.2.1.1. Effet de la teneur en fibres

La figure IV. 33 donne cette porosité en fonction du pourcentage en fibres pour des échantillons qui ont observé 3 cures différentes à 20°C.



Figure IV. 33 : Porosité en fonction de la teneur en fibres pour différentes ambiances de cure.

Deux informations sont à tirer des graphes de la figure IV. 33 :

- Plus les fibres sont nombreuses dans la matrice, plus le nombre de pores propres aux fibres augmente à cause du caractère poreux de ces dernières [Navi P. et al. (2002), Degeimbre R. (2000)], et des vides laissés au départ pendant le séchage de l'eau, gorgeant initialement les fibres.
- Comme attendu et suivant l'ambiance et la durée de stockage des échantillons, la microstructure du matériau affiche une porosité développée dans un milieu sec et devient de plus en plus dense en milieu à 100% d'HR pour un temps plus long comme d'ailleurs cité dans la littérature [Dupain R. et al. (2000), De Larrard F. et al. (2000)].

La porosité de la pâte de ciment n'a pas été représentée sur le graphique car l'erreur de mesure est supérieure à 70%, mais par extrapolation, et pour le cas d'une conservation à sec, elle peut être estimée autour de 8%. En effet, avec un rapport E/C = 0.4 et pour une pâte de ciment conservée pendant 28 jours dans l'eau, **Diamond S.** (1998), en utilisant l'analyse par imagerie analytique du MEB a trouvé une distribution cumulée des pores égale à 0.05 cm<sup>3</sup>/g correspondant à une porosité totale de 8%. De même **Wong H. S. et al.** (2006) ont trouvé une porosité voisine de 8% d'un mortier (E/C = 0.35) ayant subit une cure pendant 28 jours dans un milieu sec (20°C et 55% d'HR) en utilisant la même technique du MEB.

#### IV.7.2.1.2. Effet de la granulométrie des fibres

Selon qu'on utilise une composition avec des fibres fines ou grosses, la porosité ne change que très faiblement comme on le constate sur la figure IV 34. Cette variation reste inférieure à l'erreur de mesure.



Figure IV. 34 : Porosité du composite à 4 et 6 % de fibres fines et grosses.

En conséquence, on pourra considérer que la porosité reste constante quelque soit le type de

fibres. Mais si on tient compte des valeurs moyennes, on pourra dire qu'avec les grosses fibres le composite est relativement moins poreux.



IV.7.2.1.3. Effet du degré de saturation des fibres

b) : Conservation des éprouvettes en milieu sec

**Figure IV. 35 :** Porosité du composite à 4 % de fibres pour différents types de granulométrie, en fonction du temps de séjour des fibres dans l'eau.

Pour étudier l'effet du taux de saturation en eau des fibres sur la porosité du composite comme il a été fait au § IV 5. 2 avec la résistance en compression, on trace sur la figure IV. 35 a et b, la

porosité en fonction du temps de séjour des fibres dans l'eau avant mélange (0, 1 et 13 jours) pour des composites à 4 % de fibres conservés pendant 7 jours dans deux milieux sec et humide et préparés avec des fibres fines et des grosses respectivement.

L'erreur de mesure est relativement élevée de sorte qu'on ne peut se prononcer sur l'effet du temps de séjours des fibres dans l'eau avant mélange, sur la porosité. Néanmoins et puisque les valeurs reportées (moyennes de plus de 40 valeurs) sont très proches de la médiane, on peut au moins dire qu'il y'a tendance pour les fibres fines à engendrer plus de pores que les grosses, résultat qui vient appuyer celui présenté dans le paragraphe IV.7.2.1.2.

Les hydrates se développent dans les vides. Ces derniers sont comblés en présence de l'humidité avec la progression de l'hydratation comme reporté par **Odler I.** et édité par **Hewlett P. C.** (1998).



**Figure IV. 36 :** Comparaison de microstructure d'un composite à 8% de fibres, stocké à 100% d'HR respectivement pendant 7 et 105 jours.

Avec le temps, l'hydratation se poursuit, les grains de ciment anhydres apparaissent de moins en moins avec les pores qui se bouchent avec les produits d'hydratation donnant au matériau sa structure plus compacte. Ceci est illustré par la figure IV. 36 qui montre le changement du à la durée de cure, de la microstructure d'un composite à 8% de fibres.

A coté de la technique du MEB qui donne des résultats avec une marge d'erreur relativement élevée, la porosimétrie à mercure a aussi été utilisé pour la détermination de la porosité. Le paragraphe qui suit présente les résultats de cette dernière en la comparant avec celle déterminée par le MEB.

#### IV- 7- 2- 2- Porosité par intrusion de mercure (MIP)

C'est la technique largement utilisée car elle est simple et conduit à déterminer la distribution de la taille des pores de l'échantillon à examiner [**Huet C.** (1993)].

La précision relativement meilleure par rapport à celle de la porosité déterminée par imagerie analytique est liée principalement à la reproductibilité de la mesure estimée dans ce cas à 1% et non à la mesure intrinsèque de la porosité du matériau dont plusieurs auteurs [Cook R. A. et al. (1999), Diamond S. (2000), Baroghel Bouny V. et al. (2000)] ont exposé la limitation. En effet, la méthode MIP sous-estime systématiquement le volume des pores les plus gros dus au phénomène de bouteille d'encre c'est-à-dire rétrécissement puis élargissement des pores, décrit par Metz F. et Knofel D. (1992). Le volume des pores envahis est dans ce cas attribué au diamètre d'entrée généralement de faible taille. Ceci a été aussi abordé profondément par Diamond S. (2000) en utilisant l'expression de délocalisation de la distribution de la taille des pores.

La discussion quant à la validité de la méthode reste ouverte comme reporté par Wild S. (2001).



IV.7.2.2.1. Effet de la teneur en fibres sur la porosité déterminée par MIP

Figure IV. 37 : Comparaison de la porosité en fonction de la teneur en fibres entre celle déterminée par le MEB et mesurée par MIP.

La variation de la porosité ( $\epsilon$ ) mesurée par MIP, en fonction de la teneur en fibres est représentée sur la figure IV. 37 et sur ce même graphique on reporte la porosité déterminée par microscopie

afin de les comparer.

Les points expérimentaux peuvent être corrélés aux droites d'équations :

 $\varepsilon = 0.858.X + 21.674$  avec R<sup>2</sup> = 0.98 pour la porosité déterminée par MIP et,

 $\varepsilon = 1.298.X + 2.717$  avec R<sup>2</sup> = 0.98 pour la porosité déterminée par MEB

Il est clair d'après cette figure que la porosité  $\varepsilon$  augmente avec la teneur en fibre. On constate par ailleurs que les valeurs de  $\varepsilon$  pour une même teneur en fibre sont très différentes. La raison est que la résolution des deux méthodes n'est pas la même ; par microscopie, le diamètre du plus petit pore observable est de 0.68 µm (dans les conditions microscopiques utilisées : grossissement de 400 fois) alors qu'avec la deuxième méthode en utilisant une pression de 200 MPa, on accède à des pores de rayon inférieur à 0.01µm.

Pour comparaison avec la littérature, **Diamond S.** (1998), en utilisant la MIP a trouvé pour la pâte de ciment à E/C = 0.4, ayant passée 28 jours dans l'eau, un volume cumulé de  $0.12 \text{ cm}^3/\text{g}$  alors que pour notre pâte (0% de fibres) préparée avec E/C = 0.36 et conservée pendant 7 jours à 100% d'HR a une porosité de 21% ce qui correspond à un volume cumulé de 0.107 cm<sup>3</sup>/g. On a donc une valeur du même ordre de grandeur si on tient compte de la différence du rapport E/C et de la période de cure. D'ailleurs **Cook R.A. et al.** (1999) en étudiant l'influence de ces paramètres ont trouvé une porosité de 20% et 30% pour une pâte de ciment conservée 7 jours dans l'eau avec E/C respectivement égaux à 0.3 et 0.4, ce qui montre que la porosité augmente avec E/C.

Il est intéressant de comparer la porosité du composite élaboré avec celle des matériaux destinés au même usage (isolation) tels les bétons allégés par des agents moussants, des agrégats légers minéraux ou organiques etc..., de masses volumiques voisines.

Le tableau IV.11 récapitule les valeurs de la porosité de quelques matériaux cités plus haut :

Il est à retenir de ce tableau que l'ordre de grandeur de la porosité qui correspond à une densité donnée est respecté pour certaines classes de matériaux comparées mais pour d'autres l'écart est important. A notre avis ceci revient à la nature de la matrice (mono ou poly composée) et de ses propriétés physiques, essentiellement sa masse volumique.

Pour plus de détails concernant la composition des matériaux, consulter le tableau 2 donné en annexe 3.

Identification et	t Masse volumique ρ (kg/m <sup>3</sup> )		
référence		ε (%)	
Béton argileux	1038 (composition A)	57.9	
cellulaire [Goual	962 (composition B)	59.4	
<b>M.S.</b> (2001), Goual			
<b>M. S. et al.</b> (2006)]			
Béton de sable	Béton de sable dunaire BSD Béton de sable alluvionnaire BSA	BSD BSA	
dunaire BSD et	2040 (B=0)    2100 (B=0)	0.19 0.15	
alluvionnaire	1/60 (B=40) $1820 (B=40)$	0.29 0.26	
BSA à base de	1530 (B=80)    1580 (B=80)    1222 (B=122)	0.36 0.35	
déchets de bois	1300 (B= 120)  1320 (B= 120)  1320 (B= 120)	0.45 0.45	
[Bederina M. et al.	1200 (B=160) $1220 (B=160)$	0.49 0.49	
(2005), <b>Bederina M.</b>	B : dosage en bois (kg/m <sup>3</sup> )		
Béton léger à	Selon le dosage en gros (CA) moyens (MA) et agrégats fins		
agrégats de	(TA) at la guantité de siment (250, 200, 250, su $400 \log(m^3)$	20 2 56	
diatomite [Ünal O.	(FA) et la quantité de ciment (250, 500, 550 ou 400 kg/m), p	38 a 30	
<b>et al.</b> (2007)]	varie de 900 à 1190		
Mortier léger	Avec un rapport sable/ciment = 2, $\rho$ varie de 1020 à 2200		
[Soliman I.A.N. et al. (1990)]	selon les valeurs de E/C (0.4 à 0.7) et la fraction de l'agent	12 à 55	
	moussant (0 à 1.5 %).		
Composite à	1170 (B=0)	54	
matrice argile-	1010 (B= 10)	58	
ciment et	870 (B= 20)	63	
particules de bois	700 (B=30)	68	
[Alrim K. et al.	490 (B=40)	78	
(1999)]	370 (B=50)	83	
~ · · · · ·	B : dosage en bois (% massique par rapport à la composition totale)		
Composite à base	1800	26.7	
de ciment et de	1710	28.0	
déchets de	1650	28.6	
papiers [Coutts R.	1550	29.1	
<b>S. P.</b> (1989)]	1450	33.0	
	1430	36.1	
	1340	36.7	
	1320	40.5	
Béton expansé	1751	29.8	
avec agent	1571	30.6	
chimique	1287	43.3	
[Kearsley E. P. et al.	1056	48.4	
(2001), (2001)]	1023	52.5	
	NB : -Jusqu'à /5 % de ciment est remplacé par de la cendre volante		
	- ε mesuree est celle de la porosité accesssible à l'eau		

 Tableau IV.11 : Porosités et masses volumiques de quelques matériaux cimentaires.

Composite à	1950	21
matrice minérale	1720	26
et fibres	1500	28
cellulosiques	1370	31
récupérées	1030	35
[présente étude]		

## IV.7.2.2.2.Effet de la granulométrie des fibres sur la porosité

Comme fait avec microscopie, l'effet de la granulométrie des fibres sur la microstructure est examiné par la détermination de la porosité par la technique MIP. Les résultats sont tracés sur les graphiques de la figure IV. 38.



Figure IV. 38 : Comparaison de la porosité en fonction de la teneur en fibres fines et grosses
a) Cure à 20 °C et 50 % d'HR
b) Cure à 20 °C et 100 % d'HR

Dans le cas de conservation en milieu humide la porosité du composite est la même quelle que soit la granulométrie des fibres utilisée pour sa fabrication.

Le cas de conservation à sec est différent car on remarque qu'avec les fines le matériau est plus poreux. La mesure par MIP de la porosité confirme donc le résultat trouvé par la technique du MEB exposé au § IV. 7.2.1.2.

Le fait qu'on ait avec les fines, une résistance mécanique relativement meilleure qu'avec les
grosses malgré une porosité élevée, peut s'expliquer par la répartition uniforme des fibres fines dans la matrice, c'est ce qui assure une homogénéité du matériau en tout point de son volume. D'autre part en traçant les courbes de porosité cumulée et de la distribution des pores en fonction des rayons de pores (figures IV. 39 et IV. 40) pour des composites conservés respectivement dans les deux milieux de cure (100 % et 50 % d'HR), certaines informations complémentaires peuvent être tirées.



**Figure IV. 39 :** Influence de la granulométrie des fibres sur la porosité d'un composite à 4% de fibres, conservé pendant 7 jours en milieu humide (100% d'HR).



Par rapport à la pâte de ciment (0% de fibres), on remarque une macroporosité nettement visible sur la distribution des tailles des pores qui ne modifie pas notablement le reste du réseau poreux. Un volume poreux supplémentaire (pic localisé autour de 8600 Å pour composite conservé en milieu humide préparé avec des fibres fines et autour de 10200 Å pour celui avec des grosses) apparaît dans une gamme de rayon de pores beaucoup plus grand que ceux correspondant à l'autre mode poreux existant dans ce composite avec ou sans fibres ( $\approx 650$  Å).



**Figure IV. 40 :** Influence de la granulométrie des fibres sur la porosité d'un composite à 4% de fibres, conservé pendant 7 jours en milieu sec (50% d'HR).



Il a été montré auparavant que l'ajout de fibres a des conséquences négatives sur les propriétés mécaniques du matériau, cet effet résulte des modifications de la microstructure du matériau mise en évidence encore ici.

Pour le cas de conservation en milieu sec (figure IV. 40), la même remarque quant à la présence d'un volume poreux supplémentaire est à signaler. Mais en plus, on constate que par rapport au témoin (pâte à 0% de fibres), le premier mode poreux (pic localisé autour de 970  $\stackrel{\circ}{A}$ ) s'est déplacé vers des rayons plus petits.

L'interprétation du résultat du § IV.5.3 suivant lequel on a trouvé que la résistance du composite avec des fibres fines est meilleure que celle du composite avec des grosses avec la remarque que la porosité de ce dernier est plus petite, est confirmée en remarquant d'après la figure IV. 39 b que la fréquence des pores de plus petites tailles pour le composite avec des fibres fines est plus grande qu'avec les grosses. Il est à rappeler que la taille des pores est corrélée directement aux propriétés des matériaux cimentaire comme rapporté par **Jennings H. M.** (1988), **Taylor H. F. W.** (1990) et signalé par **Silva D. A et al.** (2001) où on précise d'après une classification faite que la résistance est plus affectée si le diamètre des pores est supérieur à 1 µm.

#### IV.7.2.2.3. Effet du degré de saturation des fibres

Pour étudier l'effet du taux de saturation en eau des fibres sur la porosité du composite comme il a été fait au § IV 7.2.1.3 avec le MEB, on trace sur les figures IV. 41 et IV. 42 les courbes de volume cumulé et de la distribution volumique des pores en fonction du rayon des pores pour des composites à 4 % de fibres fines respectivement introduites sèches et mises 13 jours dans l'eau avant mélange et conservées pendant 7 jours dans un milieu sec.



Figure IV. 41 : Influence de la durée de séjour des fibres dans l'eau avant mélange sur la porosité d'un composite à 4% de fibres fines, conservé pendant 7 jours en milieu sec (50% d'HR).

a) Courbes de volume cumuléb) Distribution des tailles de pores

Il est clair d'après les courbes de porosité cumulée qu'avec des fibres mises 13 jours dans l'eau avant mélange, la porosité totale est plus faible comparativement aux composites avec des fibres introduites sèches. Ce résultat vient appuyer celui présenté au § IV. 5. 2 où on a trouvé que la résistance du composite préparé avec des fibres préalablement mises 13 jours dans l'eau est meilleure que celle du composite avec des fibres introduites sèches.

L'effet de la pré saturation des fibres sur la diminution de la porosité pourra s'expliquer par la capacité de la fibre à stocker l'eau en la conservant pour hydrater dans le futur les grains de

ciment environnants et former de nouveaux hydrates qui viennent prendre place dans les pores existants dans le volume.

Il est à noter que l'effet du degré de saturation des fibres sur la porosité étudiée par la technique du MEB au § IV.7.2.1.3 n'est visiblement pas assez discriminante pour enregistrer cet effet.

### IV.7.2.2.4. Effet de l'ambiance de cure

L'importance du milieu de cure pour développer la résistance des matériaux cimentaires qui est étroitement liée à la porosité, a été révélée à maintes reprises. Il est intéressant d'examiner la variation de la porosité cumulée et de la distribution volumique des pores en fonction du rayon des pores présentées respectivement sur les figures IV.42 a) et b).





a) Courbes de volume cumulé

**b**) Distribution des tailles de pores.

La figure IV. 42 a) indique clairement que la porosité du matériau qui a connu une cure dans un milieu humide (26%) est bien inférieure à celle du matériau de même composition mais laissé dans un milieu sec (33%) avec une différence de 7% représentant un écart de près de 27% par rapport au cas de conservation en milieu humide.

D'autre part, les courbes de la distribution de la taille des pores montrent que le réseau macroporeux (pics localisés vers 0.8µm) est identique pour les deux modes de cure correspondant probablement à la porosité induite par les fibres comme a aussi été remarqué par **Bouguerra A.** et al. (1998) en étudiant un béton léger à base d'argile, ciment et d'agrégats de bois où les auteurs en déterminant la porosité par MIP et en se servant des images prises par le MEB arrivent à conclure que la structure poreuse du béton étudié est complexe et dont la macroporosité est générée par les agrégats de bois.

Une concentration relativement élevée de micropores est enregistrée pour la cure humide. Elle est liée essentiellement à une meilleure hydratation des grains de ciment anhydres comme il a été montré par **Vallée F.** (1999) lorsqu'il a fait varier le taux d'humidité des échantillons de composites polymères/ciment en les plaçant dans des milieux différents. L'auteur a obtenu une corrélation linéaire entre le taux d'hydratation et le taux d'humidité du matériau étudié.

#### IV.7.2.2.5.Porosité et résistance

La quantification du taux de porosité qui est une caractéristique déterminante des propriétés mécaniques des bétons en général et des composites à matrice cimentaire en particulier, a servi à tirer des relations mathématiques liant la résistance en compression  $R_c$  à la porosité  $\varepsilon$ , en utilisant les modèles les plus connus et validés dans le cas du plâtre, du ciment et du béton cellulaire autoclavé [Laurent J.P. (1990)]. Il s'agit des modèles de Bal'shin, Schiller, Hasselmann, ryshkewitch et dont les relations sont données dans le tableau IV. 12 avec les coefficients déterminés par régression sur les points expérimentaux ( $R_c = f(\varepsilon)$ ).

Madàlag	Relation		Coefficient				
Modeles	mathématique	R <sub>0</sub>	m, n	Eø	ψ	corrélation	
Bal'shin	$R_{c}=R_{0}\left(1-\varepsilon\right)^{m}$	760	9.67	-	-	0.9915	
Schiller	$R_{c} = \psi R_{0} \ln(\frac{\varepsilon_{0}}{\varepsilon})$	760	-	0.364	0.178	0.9887	
Hasselmann	$R_{c} = R_{0} - n\varepsilon$	760	491,36	-	-	0.9658	
Ryshkevitch	$R_{c}=R_{0}e^{-m\varepsilon}$	1202	13.5	-	-	0.9875	

 Tableau IV.12 : Modèles théoriques utilisés simulant le nuage de points expérimentaux et leurs

 Coefficients.

On représente sur la figure IV. 43 les points expérimentaux reliant la résistance en compression à la porosité d'un composite qui a subi pendant 7 jours une cure à 100% d'HR et 20 °C.

Par rapport à l'erreur de mesure de la résistance évaluée au maximum à 14%, on remarque que les valeurs obtenues expérimentalement sont très proches de celles obtenues avec les modèles théoriques. On peut donc dire que les résistances en compression du composite étudié suivent avec une bonne approximation les modèles proposés.



Figure IV. 43 : Résistance en fonction de la porosité : comparaison entre valeurs expérimentales et modèles théoriques.

### **IV-8-CONCLUSION**

Ce chapitre a été consacré à présenter les résultats de la caractérisation physico mécanique, et micro structurelle d'un matériau composite binaire à matrice cimentaire et fibres cellulosiques de récupération en utilisant les techniques présentées au chapitre précédent.

Avec l'augmentation du dosage en fibres dans la matrice, le matériau devient de plus en plus léger, sa chaleur spécifique augmente et sa capacité thermique volumique diminue mais reste supérieure à certains matériaux dit légers tels que le plâtre ou béton cellulaire autoclavé, etc. La conductivité thermique diminue avec l'augmentation de la concentration en fibres selon une régression linéaire, traduisant le gain en pouvoir isolant qui est l'objectif visé par la présente étude.

La caractérisation mécanique montre une perte considérable de la résistance en compression avec l'augmentation de la concentration en fibres. La résistance en traction par flexion par contre augmente au début jusqu'à une la teneur en fibres de 4% et au-delà elle chute. Le degré de saturation des fibres avant mélange avec la pâte, n'a pas une grande influence sur la résistance du composite et de même en testant le matériau avec des granulométries de fibres différentes.

Le calcul du taux d'hydratation (TH) a permis de démontrer qu'en milieu sec, TH diminue avec l'augmentation de la teneur en fibres, laissant à dire que la présence de fibres dans la matrice favorise l'assèchement grâce au réseau poreux, et perturbe l'hydratation.

Il a été montré que l'ambiance de cure joue un rôle déterminant sur le développement de la résistance, on s'attend à une résistance meilleure pour des échantillons conservés en milieu humide qu'en milieu sec et l'examen des courbes de résistance en fonction de TH permet de constater une chute de résistance en fonction de la teneur en fibre qui est le résultat combiné de la nature même des fibres qui ne sont pas rigides d'une part et du faible taux d'hydratation occasionné par la présence de ces fibres comme développé plus haut d'autre part.

La valeur de TH reste constante quelque soit le degré de saturation des fibres avant mélange avec la pâte. Le pré-mouillage des fibres ne modifie en rien le mécanisme d'hydratation des grains de ciment. Seule une augmentation du rapport E/C permet d'améliorer l'hydratation ainsi que la maniabilité. Cette dernière doit etre maximisée afin de permetre un bon malaxage dans le but d'éviter la formation de pelotes de fibres et favoriser la bonne répartition de ces dernières dans la matrice

La porosité déterminée en utilisant les deux techniques d'imagerie analytique par MEB et par intrusion de mercure a permis de voir que cette dernière augmente avec l'augmentation de la teneur en fibres et diminue lorsque les échantillons ont subi une cure prolongée en milieu humide. Cette dernière permet une meilleure hydratation grâce à laquelle la matrice est plus dense et les pores moins nombreux.

Dans un milieu sec, la granulométrie semble avoir une influence sur la porosité du composite. On remarque qu'avec les grosses fibres, la porosité totale du composite à teneur en fibre déterminée, est inférieure à celle du composite préparé avec des fibres fines ; mais si on revient aux résultats de la résistance, il semble qu'il y a contradiction par le fait qu'on a trouvé que la résistance avec des fines est relativement meilleure qu'avec les grosses. On peut expliquer ceci par l'existence de zones fragiles dans le composite avec les grosses fibres dues au regroupement des fibres sous

forme d'amas donnant lieu à des pores de grandes tailles affectant défavorablement la résistance mécanique.

La résistance en compression évaluée a été décrite moyennant des modèles théoriques en fonction de la porosité du matériau. Ces modèles qui reproduisent avec une bonne approximation les valeurs expérimentales, ont été proposés pour des raisons pratiques pour l'évaluation de cette grandeur lors d'une éventuelle mise en œuvre d'un matériau à matrice minérale et fibres cellulosiques.

# ETUDE D'UN COMPOSITE TERNAIRE

chapitre -V

# V- ETUDE D'UN COMPOSITE TERNAIRE

### **V-1-INTRODUCTION**

En utilisant une composition binaire (ciment + fibres), on a obtenu pour le composite à 16 % de fibres un matériau de construction avec de bonnes propriétés thermiques et une résistance acceptable selon les normes et différentes recommandations.

Pour diminuer le coût du produit on a jugé pertinent d'ajouter au mélange précédent un troisième composant : du sable de terre cuite concassée.

On donne en premier lieu la composition chimique et la courbe granulométrique des granulats avant de passer aux résultats de mesure des propriétés physiques et mécaniques du composite ternaire.

# **V- 2- MATERIAUX DE BASE UTILISES ET MODE OPERATOIRE**

En plus des composants utilisés pour préparer le binaire, on rajoute à ce dernier du concassé de brique en terre cuite dont la composition chimique est donnée ci après.

# V-2-1- Composition chimique des granulats

L'analyse par rayon X d'un échantillon de la brique utilisé pour concassage a donné les constituants suivants :

Composé	(masse %)
Silice (SiO <sub>2</sub> )	55.7
Oxyde de fer (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	7.2
Oxyde d'aluminium (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	14.0
Chaux totale (Ca O)	16.8

Tableau V.1 : Composition minéralogique de la brique concassée.

Magnésie (Mg O)	2.6
Anhydride sulfurique(SO <sub>3</sub> )	2.5
Perte au feu à 1050° c (PF)	0.8
Carbonates (Ca O <sub>3</sub> )	0.8
Anhydride carbonique (CO <sub>2</sub> )	0.3
Chlorure (Na cl)	0.1



# V-2-2-Courbe granulométrique

Figure V. 2 : Courbe de distribution granulométrique du concassé de brique de terre cuite.

Le concassage de la brique de terre cuite est réalisé en utilisant une machine de marque FRIYSCH (concasseur à mâchoires dont la photo n° 4 est donnée en annexe 2). On règle à 6 mm l'écartement entre les mâchoires du concasseur.

Les courbes de répartition granulométrique et de distribution des agrégats de brique sont données respectivement sur les figures V. 1 et V. 2. Pour nos préparations on utilisera la gamme inférieure à 5 mm.

# V-2-3-Préparation

On utilise pour la préparation de cette composition à 3 constituants (ternaire), une part pondérale de ciment, une autre part d'agrégats de briques et des fibres (d<5mm) à différents pourcentages en masse du ciment.

Les agrégats sont poreux, on détermine la quantité d'eau qu'on doit rajouter au mélange ternaire correspondant à ce que les agrégats absorberaient en présence de l'eau. Les agrégats absorbent une quantité d'eau qui correspond à 15% de leurs masses. On reporte dans le tableau V.2 le rapport E/C en fonction de la teneur en fibres du composite ternaire. Le mode de préparation de ce composite est décrit au paragraphe II.4.

**Tableau V.2 :** Rapport E/C en fonction de la teneur en fibres.

Teneur en fibres (%)	0	4	10	16
Rapport E/C (-)	0.51	0.59	0.83	0.99

Les propriétés physiques et mécaniques sont déterminées par des essais effectués sur ce composite.

# **V- 3- RESULTATS ET INTERPRETATION**

# V- 3- 1- Masse volumique apparente

Le tableau V. 2 regroupe la masse volumique apparente en fonction de la teneur en fibres, déterminée en suivant le mode opératoire décrit au § III.1.

Tableau V.2 : Masses volumiques apparentes sèches du composite.

Concentration en fibres (%)	0	4	10	16
Masse volumique $\rho$ (kg.m <sup>-3</sup> )	1834	1696	1446	1260

La variation de la masse volumique en fonction de la concentration en fibres X est linéaire suivant l'équation V.1 :  $\rho = -36.5X + 1833$  (V.1)

Avec un coefficient de corrélation  $R^2 = 0.996$ 



Figure V. 3 : Densité des deux types de composite.

En traçant sur un même graphique la densité des deux compositions (binaire et ternaire), comme représenté sur la figure V. 3, on remarque que l'évolution en fonction de la teneur en fibres de la densité est presque identique pour des concentrations variant entre 4 et 10 % alors que pour les très faibles et fortes concentrations elle est différente.

Pour les forts taux de charge en fibres, le composite ternaire est plus dense que le binaire.

Dans ce qui suit on examine les propriétés thermiques de ce matériau.

# V- 3- 2- Chaleur spécifique et capacité thermique volumique

Le tableau V.3 regroupe les valeurs de la chaleur spécifique et de la capacité thermique volumique en fonction de la teneur en fibre.

Tablea	au V	V.3	<b>;</b>	Cha	leur	spéci	fique	et capac	ité t	thermique	vol	umique	du	compo	site	;.
--------	------	-----	----------	-----	------	-------	-------	----------	-------	-----------	-----	--------	----	-------	------	----

Concentration en fibres (%)	0	4	10	16
Chaleur spécifique (J.kg <sup>-1</sup> °C <sup>-1</sup> )	970	990	1020	1041
Capacité thermique volumique $\zeta$ (MJ.m <sup>-3</sup> °C <sup>-1</sup> )	1.778	1.679	1.475	1.310

La valeur de  $\zeta = 1.310 \text{ MJ.m}^{-3} \text{C}^{-1}$ , pour le ternaire à 16% de fibres correspond à celle du binaire

à 13% en fibres avec une densité presque équivalente (1.26 pour 16% et 1.21 pour 13%).

La quantité d'énergie que peut stocker une composition ternaire à 16% de fibres est donc plus élevée que celle du composite binaire de même concentration.

# V- 3- 3- Conductivité thermique

Sur les figures V.4 et V.5 on reporte les valeurs mesurées de la conductivité thermique et de la densité en fonction de la teneur en fibres.

En même temps que la conductivité thermique  $\lambda$  diminue la densité baisse. On remarque qu'à 16 %, le composite ternaire est 30% moins dense que le mortier sans fibres (référence) et présente une conductivité thermique inférieure de 36% par rapport à cette référence.



**Figure V.4 :** Conductivité thermique en fonction de la teneur en fibres.

**Figure V.5 :** Densité en fonction de la teneur en fibres.

# V- 3- 4- Résistance mécanique

### V- 3- 4- 1- Effet de la teneur en fibres

De la même manière que pour le composite binaire, on trace sur les figures V.6 et V.7 les résistances en compression et en traction en fonction de la teneur en fibres.



**Figure V.6 :** Résistance en compression en fonction de la concentration en fibres.



**Figure V.7 :** Résistance à la traction en fonction de la concentration en fibres.

Pour des échantillons laissés 7 jours en milieu humide (à 100% RH), on remarque qu'en compression, la résistance diminue rapidement jusqu'à la concentration de 10% et au-delà, la pente est moins prononcée. Quant à la traction par flexion et par rapport à la référence, le même phénomène d'augmentation de la résistance comme pour le cas du binaire est constaté et ce jusqu'à une teneur de 4% en fibres si on tient compte des valeurs moyennes de la résistance. Notons que l'erreur de mesure est importante.

#### V- 3- 4- 2- Effet de la durée de cure

L'influence de la durée de cure dans un milieu humide sur le développement de la résistance du composite ternaire est montrée sur les graphes de la figure V.8.



Figure V.8 : Résistance en compression en fonction de la teneur en fibres pour différentes durées de cure.

La résistance augmente avec le temps de conservation des échantillons dans ce milieu.

La résistance en compression du composite à 16 % de fibres, évaluée pour une cure de 7 jours dans une ambiance humide (100% d'HR) est de 8.7 MPa. Elle est donc au dessus de la valeur minimale autorisée par la norme ASTM C 109/C 109M-98 régissant les matériaux de construction non porteurs.

# V- 3- 5- Comparaison des résistances avec le composite binaire

Si on compare les résistances entre les deux types de composites (binaire et ternaire), comme



**Figure V.9 :** Résistance à la traction par flexion en fonction de la teneur en fibres.

**Figure V.10 :** Résistance à la compression en fonction de la teneur en fibres.

montré sur les figures V.9 et V.10, on constate que pour le composite binaire, la résistance est meilleure surtout pour les teneurs faibles en fibres.

# **V-4-CONCLUSION**

La composition ternaire testée en résistance mécanique révèle un comportement presque identique à celui de la composition binaire surtout pour les taux de concentration les plus élevés.

L'étude a montré qu'à une concentration de 16 % en fibres, le ternaire a une capacité thermique volumique plus grande que son analogue binaire mais son pouvoir isolant devient 3 fois moins efficace que celui de ce dernier.

Il ne faut pas perdre de vue que par rapport à la composition binaire, on a réduit presque de moitié la consommation du ciment par mètre cube du composite ternaire en utilisant dans le mélange une part massique de ciment et la même part de sable de terre cuite concassée, d'où le double intérêt économique et écologique d'utiliser ce matériau en construction.

La résistance en compression du ternaire à 16 % de fibres est encore au dessus de la limite autorisée par les normes. Il serait donc intéressant de charger plus en fibres le ternaire dans le but

de diminuer beaucoup plus le coefficient de conductivité thermique  $\lambda$  et voir si on ne perd pas trop en résistance puisque la figure V.10 montre une chute de résistance moins prononcée pour les concentrations élevées en fibres.

# chapitre -VL

QUELQUES ASPECTS DE DURABILITE

# VI - QUELQUES ASPECTS DE DURABILITE

### **VI-1-INTRODUCTION**

Le producteur et l'utilisateur d'un élément de construction souhaitent en connaître le comportement au vieillissement dans des conditions d'utilisation bien déterminées.

Les études de vieillissement sont assez complexes. Schématiquement, les difficultés ont trois origines : la multiplicité des paramètres, des espèces chimiques en présence, et des interactions possibles. Ainsi, pour les matériaux cimentaires et en particulier les composites à matrice minérale et fibres végétales, leurs comportements à long terme vis-à-vis des agents chimiques, des sollicitations cycliques comme gel – dégel, mouillage – séchage et vieillissement hygrothermique, ont fait l'objet de nombreuses études [Akers S. A. S. et al. (1989), Qijun Y. et al. (1999), Savastano Jr. H. et al. (1999), Tolêdo Filho R. D. et al. (2000, 2003), etc.]. Par le présent travail, on a étudié la carbonatation et les variations dimensionnelles (retrait et gonflement) du composite élaboré.

# **VI-2-CARBONATATION**

La carbonatation est un phénomène de vieillissement naturel qui concerne tous les bétons. Elle correspond à une transformation progressive d'un des composés du béton durci, la portlandite, en calcite au contact du dioxyde de carbone contenu dans l'air et en présence d'humidité [**Bin** Shafique M. S. et al. (1998), Garrabrants A. C. et al. (2004), Van Gerven T. et al. (2004)]. Cette transformation s'accompagne d'une diminution du PH (le béton sain a un PH d'environ 13).

La carbonatation est dommageable au béton armé car elle provoque la destruction du film passif autour des armatures qui a pour conséquence la corrosion de l'acier, lorsque le front de carbonatation les atteint [**Dreux G. et al.** (1995), **Chi Jack et al.** (2002), **Chi J. et al.** (2002)].

Le matériau faisant l'objet de notre étude n'est pas un matériau de structure et n'est pas utilisé avec des armatures métalliques. Il n'est donc pas concerné par le problème cité plus haut ; bien au contraire, la carbonatation pourra être profitable dans notre cas et cela par une amélioration de la résistance grâce à la portlandite transformée en calcite [Mac Vicar. R. et al. (1999), Tolêdo Filho, R. D. et al. (2003).

L'effet de la carbonatation (accélérée) sur les propriétés thermo-mécaniques du matériau élaboré est examiné dans ce chapitre.

# VI- 2- 1- Mesures qualitatives

On procède à une carbonatation accélérée en mettant des échantillons dans un dessicateur sous flux de  $CO_2$  (100%) et une ambiance saturée en humidité (100% RH), durant un temps variable de 0 à 13 heures. La photo n° 6 de l'annexe 2 représente le montage utilisé pour l'essai de carbonatation.





**Figure VI. 1 :** Evolution du front de carbonatation en fonction de la concentration en fibres et de la durée d'exposition des échantillons au flux de CO<sub>2</sub>.

Pour mettre en évidence qualitativement le front de carbonatation, on pulvérise de la phénolphtaléine (indicateur coloré virant au rose vif lorsque le PH est basique comme c'est le cas pour un béton non carbonaté. La couleur rose disparaît lorsque le PH diminue pour atteindre 9 en cas de carbonatation de l'échantillon. Sur la figure VI.1, on représente l'évolution du front de carbonatation des échantillons en fonction du taux de fibres et de la durée passée sous flux de CO<sub>2</sub>.



Figure VI. 2 : Microstructure d'un composite à 16 % de fibres : a) Non-carbonaté

**b**) Carbonaté

D'après la figure VI. 1, il y a deux paramètres importants qui interviennent dans la carbonatation : d'une part la durée d'exposition tel qu'on le voit si on fait un balayage horizontal des photos et d'autre part le taux de fibres en regardant de haut en bas cette figure.

Pour les composites à 10 et 16%, la carbonatation est totale à 13 heures de flux continu de  $CO_2$ . tandis qu'à 4 % et 0% ce phénomène est loin d'être achevé pour la même durée.

La présence de fibres favorise la carbonatation grâce à l'accroissement de porosité qu'elle provoque. Ainsi, on constate visuellement que les zones voisines des flocons de fibres sont plus rapidement carbonatées.

### VI- 2- 2- Microstructure

La carbonatation se fait suivant la réaction [Mollah M. Y. A. et al. (1993)] ; [Gervais C. et al. (2004)].

La calcite issue de la transformation de la portlandite occupe plus de volume que cette dernière (augmentation volumique de 11%). Par conséquent la porosité diminue et le matériau se densifie. Sur la figure VI.2, on représente la différence de microstructure entre un composite carbonaté et non-carbonaté. On voit clairement que l'échantillon carbonaté est plus dense et moins poreux que le non-carbonaté. Les zones grises sont plus importantes avec moins de pores.

### VI- 2- 3- Résistance mécanique

Pour étudier l'incidence de cette transformation de la microstructure sur la résistance mécanique, des tests de résistance à la compression sont effectués sur des éprouvettes carbonatées et le résultat est comparé avec la résistance des non-carbonatées. La figure VI. 3 donne la résistance en compression des échantillons carbonatés et non-carbonatés en fonction du dosage en fibres.

Le gain en résistance est remarquable sur les échantillons carbonatés par rapport aux noncarbonatés. Pour la teneur de 16 % par exemple, l'augmentation de la résistance suite à la carbonatation est de plus de 45 %.

La matrice s'est densifiée après carbonatation comme il a été montré sur les photos de la figure VI. 2 et le composite ainsi carbonaté offre une meilleure résistance.



Figure VI. 3 : Résistance en compression en fonction de la concentration en fibres.

La courbe de variation relative de la résistance entre le carbonaté et le non carbonaté par rapport au non carbonaté en fonction de la teneur en fibres tracée sur le graphe de la figure VI. 4 montre qu'il y'a un maximum entre 8 et 10% de fibres où le gain de résistance dépasse 50 % par rapport au non carbonaté.



**Figure VI. 4 :** Variation relative de la résistance entre le composite carbonaté et le non carbonaté en fonction de la teneur en fibres.

L'expansion due à l'apparition de la calcite ne peut se produire que dans les espaces vides de la matrice que sont les pores capillaires. Ces derniers se caractérisent par un rayon qui varie entre 0.01 et 10 µm d'après la classification donnée par **Silva D. A. et al.** (2001), **Hewlett P. C. et al.** 

(1998), **Kumar R. et al.** (2003) et **Van Gerven T. et al.** (2007). Ces mêmes auteurs s'accordent à dire que les pores capillaires sont responsables de la réduction de la résistance et de l'élasticité des matériaux cimentaires. La carbonatation induit donc l'obturation des pores par la calcite (densification) et donc l'amélioration de la résistance du composite.

La diminution de la variation de la résistance au delà de 9% de fibres comme montré sur la figure VI. 4 pourra s'expliquer par le fait qu'au delà de ce taux de chargement, la porosité s'élève au point où la calcite produite ne suffit pas pour obturer tous les pores.

Si on revient aux courbes donnant la résistance en compression de la figure VI.3, on remarque qu'à 16%, la résistance du matériau égale à 13 MPa, est encore loin de la limite (2 MPa) autorisée par les normes pour les matériaux non porteurs **ASTM C109/C 109M-98** (1998), ainsi on pourra incorporer davantage de fibres.

### VI- 2- 4- Conductivité thermique

Pour étudier l'effet de la carbonatation sur la conductivité thermique  $\lambda$ , on trace les graphes de  $\lambda$  en fonction de la concentration en fibres pour les deux cas, carbonaté et non carbonaté tel que présenté en figure VI. 5.

On remarque qu'avec l'augmentation du taux de fibres,  $\lambda$  diminue pour le composite carbonaté de la même manière que pour le non-carbonaté. Toutefois la carbonatation a induit une augmentation de la conductivité thermique. Celle-ci est due à la disparition des pores et à la densification du composite.



Figure VI. 5 : Conductivité thermique des composites carbonatés et non carbonatés en fonction de la teneur en fibres.

Le nuage de point de  $\lambda$  pour le composite carbonaté peut être assimilé linéairement à la droite d'équation VI.1 :  $\lambda = -0.0725 X + 1.6988$  avec R<sup>2</sup> = 0.99. (VI.1)

X est la concentration en fibres.

Moyennant les erreurs de mesure, les deux droites corrélant les points expérimentaux des matériaux carbonaté et non carbonaté, peuvent être considérées de même pente. Ainsi on peut admettre que quelque soit la teneur en fibres, après carbonatation, la conductivité du composite augmente en moyenne de prés de 0.30 W/m°C.

# **VI- 3- VARIATIONS DIMENSIONNELLES**

Le retrait et gonflement du composite sont examinés dans cette section. Les mesures sont effectuées selon la norme NFP 15-433 (1994) avec le matériel décri au chapitre III.

### VI- 3- 1- Retrait

En règle générale, les mortiers et bétons subissent une diminution de volume apparent appelé retrait qui engendre l'apparition de fissures plus ou moins importantes affectant la durabilité des matériaux de construction en général.



Figure VI. 6 : Retrait du composite en fonction de : a) la concentration en fibresb) de l'age

Le retrait est dû essentiellement au comportement du ciment lors de son hydratation, autrement

dit quand l'eau de gâchage se trouve en quantité supérieure au volume nécessaire pour l'hydratation du ciment, la partie excédentaire s'évapore lors de la cure, cette évaporation provoque un serrage du squelette se traduisant par un retrait.

On représente sur les figures VI. 6 a) et b) l'évolution du retrait en fonction respectivement de la teneur en fibres et de l'age du composite.

Il est bien connu dans la littérature [**Arnould M. et al.** (1986), **Cormon P.** (1973)] que le retrait des bétons et mortiers légers est plus important que celui du béton et mortier ordinaire et les auteurs attribuent ce fait à la plus grande porosité des premiers. Ainsi le retrait augmente avec la diminution de la masse volumique des bétons légers (bétons mousses, bétons cellulaires autoclavés, bétons de granulats de bois, etc. [**Astrand J. et al.** (1994)]. Nous remarquons d'après les figures VI. 6 a) et b) que le retrait augmente avec la teneur en fibres et avec l'age. Pour toutes les concentrations en fibres on note un écart de retrait presque constant entre les deux durées de séjours (28 et 120 jours) des éprouvettes dans l'air à 20 °C et 50 % d'HR

Si on compare le retrait de ce composite à celui du mortier composite (à matrice sable + ciment) de mêmes fibres cellulosiques étudié par **Bentchikou M.** (2000), on constate que les valeurs extrêmes correspondant à 16% de fibres et après 120 jours de séchage, sont comparables (6 mm/m) par contre c'est la cinétique d'évolution du retrait qui change : le mortier avec sable et fibres se rétrécit plus rapidement que le composite à matrice de pâte cimentaire pure. Ce phénomène peut être attribué à la porosité ouverte, plus grande du premier (45%) [**Bentchikou M. et al.** (2007)], comparativement à celle de la pâte de fibres.

On remarque aussi contrairement au mortier avec sable où le retrait est totale à partir de 28 jours que pour le composite sans sable, le retrait est total au-delà de 120 jours.

# VI- 3- 2- Gonflement

Tout comme le retrait, on trace sur les figures VI. 7 a) et b) l'évolution du gonflement en fonction de la teneur en fibres et avec l'age respectivement.

En s'approchant de 28 jours, les courbes s'aplatissent et tendent vers la valeur limite du gonflement. On remarque que pour des teneurs inférieures à 10%, le gonflement limite est égal environ à 0.5 mm/m, mais pour 16 %, il est légèrement supérieur.

Les valeurs du gonflement du composite étudié est aussi comparable à celles du mortier composite étudié par **Bentchikou M.** (2000).



Figure VI. 7 : Gonflement du composite en fonction de : a) la concentration en fibresb) de l'age

Si on additionne le retrait et gonflement pour avoir les variations dimensionnelles, simulant l'écart de situation le plus extrême que peut subir le matériau : passage d'un climat très sec et chaud à un contact accidentel avec l'eau liquide, les variations dimensionnelles extrêmes trouvées sont similaires aux valeurs obtenues par **Pimienta**, **P. et al.** (1994), **Benmalek M. L.** (1999) pour les bétons de bois à matrice cimentaire de même masse volumique.

# **VI- 4- CONCLUSION**

Notre étude sur la durabilité s'est limitée à la carbonatation et aux variations dimensionnelles (retrait et gonflement). Elle a montré qu'après carbonatation un gain de résistance en compression de plus de 50 % peut être atteint pour des teneurs entre 8 et 10% de fibres. toutefois ce phénomène entraîne la densification du matériau en diminuant la porosité. Cette dernière étant plus faible, le matériau carbonaté devient moins isolant thermiquement avec un coefficient de conductivité thermique plus élevé par rapport au non carbonaté de même concentration en fibres. Le gain en résistance suite à la carbonatation semble donc être favorable à l'incorporation de plus de fibres de manière à diminuer le coefficient de conductivité thermique. Le taux de chargement maximal correspondra donc à une résistance qui devrait être au dessus de la limite autorisée par

D'un autre coté et à cause du grand pouvoir hydrophile des fibres qui, par leur incorporation en quantités importantes dans la matrice augmenteraient le taux de pores saturés en eau, le départ de cette dernière au moment du séchage induira un retrait plus important. En effet, il a été aussi montré que le retrait augmente avec la concentration en fibres.

Par contre le gonflement varie assez peu en fonction de la concentration. Il n'augmente au maximum que de 0.04 mm/m si l'on passe de 0 à 16 % de fibres.

# Conclusion Générale et perspectives

# **CONCLUSION GENERALE**

Le travail présenté dans cette thèse concerne l'élaboration et l'étude d'un matériau composite à fibres cellulosiques et matrice minérale (ciment Portland). Ce matériau a subi des tests mécaniques et thermiques pour évaluer l'influence des différents paramètres étudiés comme la teneur en fibres, la quantité d'eau dans le mélange (E/C), la granulométrie des fibres, le degré de saturation des fibres, l'ambiance et la durée de conservation des éprouvettes.

Les fibres utilisées sont issues de cartons et papiers recyclés. Trois granulométries des agglomérats de fibres ont été analysées.

Une composition binaire formée de ciment et de fibres est étudiée en premier lieu. Dans une seconde phase, on a introduit au mélange précédent, un troisième élément, des granulats issus du recyclage de débris de terre cuite concassés, dans le but de réduire le coût du produit final.

Par microscopie électronique à balayage, la microstructure est examinée et quelques essais de porosité sont réalisés.

La durabilité du matériau est étudiée en examinant les variations dimensionnelles et le vieillissement accéléré sous flux continu de gaz carbonique en fonction de l'age et de la concentration en fibres.

Les principaux résultats de la recherche se résument aux points suivants :

L'incorporation des fibres dans la matrice cimentaire diminue la conductivité thermique du composite avec des teneurs élevées de fibres, ce qui a encouragé la poursuite de cette étude par l'examen de sa résistance mécanique afin de voir si ce matériau répond aux exigences des normes pour les matériaux de construction.

Il ressort de ce travail que pour une teneur allant jusqu'à 16%, quel que soit le type de composite (binaire ou ternaire), la résistance en compression reste au dessus de la valeur requise par la norme ASTM C 109/C 109M-98.

Parmi les trois granulométries des agglomérats de fibres, celle qui est de diamètre inférieur à 5 mm donne la meilleure résistance mécanique.

Comme pour le béton ordinaire, les éprouvettes stockées à l'air ambiant (20°C et 50% d'HR), développent moins de résistance que les éprouvettes stockés dans le milieu humide (100% d'HR). Il en ressort que l'hydratation du composite est améliorée grâce à une cure en milieu saturé.

Le composite ternaire est moins résistant que le binaire pour des teneurs faibles en fibres mais dans le cas des teneurs élevées, il n'y a presque pas de différence, par contre le ternaire est moins efficace du point de vue isolation vu que pour 16% de fibres, la valeur de  $\lambda = 0.82$  W/m<sup>-1</sup>°C<sup>-1</sup> est 3 fois plus grande que celle du binaire.

Il est à noter que par rapport au mélange binaire, on réduit de moitié la quantité de ciment utilisée pour fabriquer le ternaire et en plus, comme on est encore loin de la limite de résistance autorisée par la norme citée précédemment, on pourra aller au delà de 16 % en fibres pour avoir un  $\lambda$  encore plus faible.

Cette étude a aussi montré que les fibres participent à accélérer la carbonatation du composite. Le matériau étudié n'étant pas destiné à recevoir des armatures, le problème de corrosion de ces dernières ne se pose pas. Bien au contraire, un gain de résistance important est apporté suite à la transformation de la microstructure procurée par l'intrusion du CO<sub>2</sub>.

D'autre part et suite à l'augmentation de la porosité avec la teneur en fibres, le retrait augmente. Par contre le gonflement varie assez peu en fonction de la concentration en fibres.

D'une manière globale, la présente thèse démontre la faisabilité et l'intérêt d'un apport de fibres cellulosiques à un matériau à matrice cimentaire ou (ciment + sable concassé de terre cuite). Les résistances mécaniques sont certes affaiblies par la présence des fibres cellulosiques qui perturbent directement ou indirectement l'hydratation du ciment. De plus celles-ci apportent un allègement du matériau grâce à un accroissement de la porosité. Ceci entraîne une amélioration du comportement thermique : augmentation de la chaleur spécifique et diminution du coefficient de conductivité thermique. Par contre cette porosité accrue engendre une plus grande sensibilité à l'humidité et partant provoque des perturbations dans le mécanisme de durcissement. Néanmoins il a été aussi démontré que pour de faibles concentrations en fibres (jusqu'à 4 % de fibres), ces dernières apportent une amélioration de la résistance en traction.

Les objectifs tracés pour cette thèse en l'occurrence la mise au point d'un matériau de construction et d'isolation thermique fabriqué en utilisant des produits recyclés, semblent être atteints. Des améliorations restent toujours à apporter en perspectives.

# PERSPECTIVES

Cette étude pourra être complétée par des essais sur le composite à teneur en fibres au delà de 16 %. Aussi le composite ternaire pourra être amélioré par l'optimisation du squelette granulaire.

D'autre part, le comportement à long terme sera mieux maîtrisé si l'on envisage d'autres essais de durabilité.

Comme en général les bétons légers sont de bons isolants thermiques et de bons isolants phoniques, on pourra prévoir pour notre composite des essais de caractérisation acoustique afin d'apprécier dans ce domaine les potentialités de ce dernier.

Il est aussi intéressant de passer à la production à grande échelle de ce matériau, en pensant à la conception d'une chaîne de production industrielle.

Enfin, avec la maîtrise des formulations, on pourra développer un matériau qui respectera le cahier des charges et ouvrira même des perspectives vers de nouvelles applications dans le domaine de construction et autres.

# Bibliographie

# BIBLIOGRAPHIE

[1] Adnan A. B, Samer A. B, Salim A. O (1999): Predication of cement degree of hydration using artificial neural networks, ACI Materials Journal 96 (2) March-April 167-172.

[2] **Agrawal L.K** (1992): Studies on cement bonded coir fibre boards, cement and concrete composites. 14. pp. 63-69.

[3] **Agrawal L.K** (1995): Bagass reinforced cement composite. Cement & Concrete Composites N°17: 107–112.

[4] **Akers S. A. S** et Studinka J. B (1989): Ageing behaviour of cellulose fibre cement composites in natural weathering and accelerated tests, The international journal of cement composites and lightweight concrete. Vol 11 N° 2, 93-97.

[5] **Alduaij J**, Alshaleh K, Haque M.N & Ellaithy K (1999): Lightweight concrete in hot coastal areas. Cement & concrete composites N°21, pp 453-458.

[6] **Alkire B.D** et Newton S.M (1975): Using paper mill sludge as concrete admixture. Journal of the environmental engineering division, proceedings of the American society of civil engineers,  $N^{\circ}$  EE3, June.

[7] **Alrim K**, Ledhem A, Douzane O, Dheilly R.M, Queneudec M (1999): Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites. Cement & concrete composites N°21, pp 269 - 276.

[8] Anderson M. E. (1994): Le froid, questions et réponses, 5<sup>ème</sup> édition, Eyrolles, 191p.

[9] **Aouadja-Mimoune F.Z**, Mimoune M and Laquerbe M (1995): Etude expérimentale sur les bétons à base de résidus de bois. Algérie Equipement. N°18, Mars/Avril : 24-27.

[10] **Arnould M** et Virlogeux M (1986): Granulats et bétons légers. Presses de l'école nationale des ponts et chaussées, Paris : 384-385.

[11] **ASTM C109/C 109M-98** (1998): Standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars, Annual Book of ASTM Standards.

[12] **ASTM C-1084** (2000) Concrete and aggregates, manual of concrete testing, Annual book of ASTM standards. 04.02.ASTM. West Conshhocken. PA.

[13] **Astrand J**, Bessadi L, Johansson E, Laïd S, Teggour H, Toumi N (1994) : Matériaux thermiquement isolants : béton mousse, panneaux en laine de bois. CNERIB (Algérie) et LCHS de Lund (Suède), 111p.

[14] **Bailly M** (1971) : Thermodynamique technique, 2a. Production et transfert de la chaleur, écoulements, Bordas, Paris – Montréal, 464p.

[15] **Bara K** et Nachir A (1993): Etude du comportement mécanique du béton de fibres métalliques. Rev. Mar. G. Civil Algérie, 46 (aout septembre) : 7-12.

[16] **Baroghel Bouny V**, Ammouche A, Hornain H, Gawsewitch J (2000): Vieillissement des bétons, en milieu naturel : une expérimentation pour le XXIe siècle. II – Caractérisation microstructurale sur éprouvettes de bétons de résistance 25 à 120 Mpa, Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 228, septembre-octobre, pp. 71-86.

[17] **Baron C** et Dostert M (1988): Produits pour l'isolation thermique. Institut technique du bâtiment, centre d'assistance technique et de documentation CATED N° 64 mai France.

[18] **Bederina M** (2007): Caractérisation mécanique et physique des bétons de sables à base de déchets de bois thèse Doctorat soutenue en Avril 2007 à l'ENP d'Alger, 164p.

[19] **Bederina M**, Khenfer M. M, Dheilly R. M, Quéneudec M (2005): Reuse of local sand: effect of lime stone filler proportion on the rheological and mechanical properties of different concrete sand, Cement & Concrete Research, 35, July 1170-1179.

[20] **Benmalek M. L**, Bouguerra A, Ledhem A, Dheilly R. M et Queneudec M (1999) : Caractéristiques de bétons légers à base de résidus d'exploitation de carrières et de bois. Can. J. Civ. Eng. 26: 374- 377.

[21] **Benmalek M.L**, Bali A, Queneudec M (2000): les performances thermiques d'un béton d'isolation à base de déchets industriels solides, Journées internationales de thermique (JITH 2000) Tunis, CD Rom

[22] **Benmalek M.L**, Bougerra A, Ledhem A, Dheilly R.M, Queneudec M (1999): Caractéristiques de bétons légers à base de résidus d'exploitation de carrières et de bois. Can. J. Civ. Eng. 26: 374- 377.

[23] **Bentchikou M** (2000): Elaboration et étude de deux matériaux composites à fibres cellulosiques et matrice minérale et organique. Application à l'isolation thermique. Mémoire de Magister, Centre Universitaire de Médéa, Algerie, Octobre, 102p.

[24] **Bentchikou M**, Hanini S, Silhadi K, Guidoum A (2007) : Elaboration et étude d'un mortier composite à matrice minérale et fibres cellulosiques : application à l'isolation thermique en bâtiment. Can. J. Civ. Eng. 34: 37-45.

[25] **Bin Shafique M. S**, Walton J. C, Gutierrez N, Smith R. W, Tarquin, A. J (1998): Influence of carbonation on leaching of cementitious wasteforms, Journal of environmental engineering. 124 (5), 463-467.

[26] **Blanes J.C**, Ramonich E.V, Bizinoto. M.B, Saladrigas P.C (2004): study of the applicable low-cost previous treatments to the vegetable fibers for their incorporation in the Portland cement mortars. RILEM Conference on the use of recycled materials in building and structures ID 339, Barcelona, Spain, 8-11 Novembre 2004. RILEM Publications. Bagneux, France.

[27] **Bouguerra A** (1997): Contribution à l'étude d'un procédé de valorisation de déchets argileux : comportement hygrothermique des matériaux élaborés. Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon, N° d'ordre 97 ISAL 002.

[28] **Bouguerra A**, Ledhem A, De Barquin F, Dheilly R. M, Quéneudec M (1998): Effect of microstructure on the mechanical and thermal properties of lightweight concrete prepared from clay, cement and wood aggregates, Cement & Concrete Research Vol. 28, N°8 pp.1179-1190.

[29] **Bourzam A** (1999): Effet des fibres de palmier et d'Alfa sur les performances mécaniques des bétons, thèse de Magistèr soutenue le 07 juillet 1999 à l'ENP d'Alger, 66p.

[30] **Brach J**, Cllin R, Pallage P, Saive R, Depauw M.C (1979): Récupération des bouts de papetries pour l'industrie de la construction, compte rendu d'étude et de recherche du centre scientifique et technique de la construction. Bruxelles. N° 24.

[31] **Bütschi P.Y**, Deschenaux C, Miao B et Srivastava N.K (2004) : Caractérisation d'une maçonnerie composée d'éléments en aggloméré de chanvre. Can. J. Civ. Eng. 31: 526-529.

[32] **Carslaw H.S** et Jaeger J.C (1973): Conduction of heat in solids, Clarendon, Oxford, pp. 146.

[33] Carvalho M.G, Ferreira P.J, Martins A.A, Figueiredo M.M (1997): A comparative study of two automated techniques for measuring fiber length. Tappi Journal. N° 80(2), pp. 137-142.
[34] Castro Gomes J. P, Cabrera J. and Jalali S. (1998): The degree of cement hydration determined by backscattered electron imaging, special volume of Proceeding of Sidney Diamond symposium held in Honolulu, Hawaii, August 30-september 3.

[35] **Chatveera B**, Nimityongskul P (1992): Mechanical properties of sisal fiber – mortar composites containing rice husk ash in fibre reinforced cement and concrete (Proceeding 17 of the fourth RILEM international Symposium) N°91, pp. 1056 - 1072.

[36] **Chi J**, Huang R, and Yang. C. C (2002) : Effect of carbonation on mechanical properties and durability of concrete using accelerated testing method, Journal of marine science and technology, Vol 10,  $N^{\circ}$  1 pp 14-20.

[37] **CNERIB.** (1998): Règlement thermique des bâtiments d'habitation et règles de calcul des déperditions calorifiques. DTR.C 3-2, Janvier.

[38] **Cook R. A**, Hover K. C. (1999): Mercury porosimetry of hardened cement pastes, Cement & Concrete Research. 29, 933-943.

[39] **Cormon P** (1973): Bétons légers d'aujourd'hui. Collection U.T.I, Editions Eyrolles, Paris, 391p.

[40] **Coutts R.S.P** (1995): Autoclaved bamboo pulp fibre reinforced cement, cement and concrete composites. 17. pp. 99-106.

[41] **Coutts R.S.P** and Warden P.G (1987): Air-cured Abaca reinforced cement composites. Int. Jou. Cement Compos. And light. Conc. Vol. 9, N° 2, 69-73.

[42] **Coutts R. S. P** (1989): Wastepaper fibres in cement products, the international journal of cement composites and lightweight concrete, Vol. 11, N° 3, pp143-147.

[43] **Degeimbre R** (2000): matériaux de construction non métalliques. Note de cours, faculté des sciences appliquées, université de Liège.

[44] **De Larrard F**, Baroghel Bouny V (2000): Vieillissement des bétons, en milieu naturel : une expérimentation pour le XXIe siècle. I – Généralités et caractéristiques mécaniques initiales des bétons, Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 225, mars-avril, pp. 51-65.

[45] Dreux G et Festa J. (1995): Nouveau guide du béton. Eyrolles. p. 318.

[46] **Diamond S** (1998): Concrete porosity revisited, special volume of Proceeding of Sidney Diamond symposium held in Honolulu, Hawaii, August 30-september 3.

[47] **Diamond S** (2000): Mercury porosimetry - an inappropriate method for measurement of pore size distributions in cement-based materials, Cement & Concrete Research. 30, 1517-1525.

[48] **Dupain R**, Lanchon R, Saint-Arroman J.C (2000): Granulats, sols, ciments et bétons, caractérisation des matériaux de génie civil par les essais de laboratoire. Editions Castella, Paris 237p.

[49] **Dutruel F**, Dran F (1979) : les blocs en béton de granulats légers et l'isolation thermique, publication technique du CERIB. N°40 Mars, 61p.

[50] **Egmond B.V** et Hermann K (1999): La cure du béton. Bulletin du ciment, TFB. 67e année N°10 : 3-7.

[51] **Francis Young J**, Taylor H. F. W, Della M. R and Regourd M (1985) :Instructional modules in cement science, Journal of materials education, edited by Della M. Roy, the Pennsylvania state university, 111p.

[52] **Garrabrants A. C,** Sanchez F, Gervais C, Moszkowicz P, Kosson D. S (2004): Changes in constituent leaching and pore water characteristics of a portland cement mortar as a result of carbonation, waste management. 24, 19-36.

[53] **Gervais C**, Garrabrants A. C, Sanchez F, Barna R, Moszkowicz P, Kosson D. S (2004) : The effects of carbonation and drying during intermittent leaching on the release of inorganic constituents from a cement-based matrix, Cement & Concrete Research. 34, 119-131.

[54] Goual M. S (2001): Contribution à l'élaboration d'un procédé de valorisation d'un co-
produit argileux. Cas du béton argileux cellulaireobtenu par réaction avec l'aluminium pulvérulent : caractérisation et comportement thermique, thèse Doctorat d'Etat soutenue le 28 fevrier à l'ENP d'Alger, 148p.

[55] **Goual M. S**, Bali A, Barquin F. de, Dheilly R. M, Quéneudec M (2006): Isothermal moisture properties of clayey cellular concretes elaborated from clayey waste, cement and alumimium powder, Cement & Concrete Research. 36, Issue 9 pp. 1768-1776.

[56] **Guerin**, **D**, Morin, V, Chaussy, D, et Auriault, J. L (2001): Thermal conductivity of hand sheets, papers and model coating layers, Transaction 12 th Fundamental Research Symposium, Oxford, R.-U. Vol. 2, pp.927-945.

[57] **Gustafsson S. E** (1991): Transient plane source techniques for thermal diffusivity mesurement of solid materials, Review Scientific Instruments, Vol. 62, N° 3 pp. 777-804.

[58] Hermann K (1998): Bétonnage à de basses températures. Bulletin du ciment, TFB. 66e année  $N^{\circ}1$ : 3-7.

[59] **Hermann K** (1999): Bétonnage à de hautes températures. Bulletin du ciment, TFB. 67e année  $N^{\circ}4$  : 3-7.

[60] **Hewlett P. C**, Bensted J, Blezard R.G, Lawrence C.D, Lewis R, Macphee D.E, Massazza F, Moanville-regourd M, Odler I, Scrivener K.L and Sims I (1998): Lea's chemistry of cement and concrete, fourth Edition, edited by Peter C. Hewlett published by Arnold, 1053p.

[61] **Huet C** (1993): cours de matériaux de construction I, II et III, Fascicule A, département de Matériaux de L'école polytechnique fédérale de Lausanne.

[61'] **ISO 7730** (1994): Moderate thermal environments – determination of the PMV and PPD indices and specification of the conditions for thermal confort.

[62] **Jauberthie R**, Rendell F, Tamba S, Cissé I.K (2003): Properties of cement – rice husk mixture, Construction and Building Materials, 17, 239-243.

[63] **Jennings H. M** (1988): Design of high strength cement based materials: part 2 microstructure, material science technology, Vol. 4, 285-290.

[64] **Junod A**, Roulet C (1984): Heat capacity and thermal conductivity of Bismuth Germanate ( $Bi_4Ge_3O_{12}$ ). Journal of Crystal Growth. N° 69 pp. 138-140.

[65] **Kass J.L** and Campbell-Allen D (1972): Functional classification of lightweight concrete. Matériaux et constructions, vol. 5, N° 27, pp. 171-172.

[66] **Kearsley E. P**, Wainwright P. J (2001): Porosity and permeability of foamed concrete, Cement & Concrete Research, 31, 805-812.

[67] **Kearsley E. P**, Wainwright P. J (2001): The effect of high fly ash content on the compressive strength of foamed concrete, Cement & Concrete Research, 31 (1), 105-112.

[68] **Khedari J**, Suttisonk B, Pratinthong N and Hirunlabh J (2001): Newlightweight composite construction materials with low thermal conductivity, Cement & Concrete Composites. 23, 65-70.

[69] **Khedari J**, Nankongnab N, Hirunlabh J and Teekasap S (2004): New low-cost insulation particleboards from mixture of durian peel and coconut coir. Building and Environment. 39, 59-65.

[70] **Khenfer M.M** et Morlier P (1999): Caractérisation et microstructure des ciments renforcés de fibres de cellulose. Colloque Maghrebin de génie civil C.M.C.G. 99 Annaba, Algérie pp. 127-133.

[71] **Komar A** (1973): matériaux et éléments de construction. Edition Mir. Moscou. pp. 520. Dans la page 94 durabilité

[72] **Kumar R**, Bhattacharjee B (2003) : Porosity, pore size distribution and in situ strength of concrete, Cement & Concrete Research. 33, 155-164.

[73] Lam L, Wong Y. L, Poon C. S. (2000): Degree of hydration and gel/space ratio of high-volume fly ash/cement systems, Cement & Concrete Research. 30, 747-756.

[74] **Laurent J. P** (1991): la conductivité thermique à sec des bétons cellulaires autoclavés. Materials and structures, Vol. 24, pp.221-226.

[75] **Mac Vicar. R**, Matuana. L. M and Balatinecz. J. J (1999): Aging mechanisms in cellulose fiber reinforced cement composite. Cement and concrete composite. 21. pp 189-196.

[76] **Marmoret L** (1998): Utilisation d'un matériau poreux dans une paroi thermorégulatrice. Thèse de Doctorat de l'INSA de Lyon, N° d'ordre 98.

[77] **M. E. M.** Ministere de l'énergie et des mines (1998): Atelier National spécialisé sur la réglementation thermique et le bioclimatique, Alger.

[78] **Metz F** et Knofel D (1992): Systematic mercury porosimetry investigation on sandstones. Materials and structures, Vol. 25, pp.127-136.

[79] **Morabito P** (1989) : Measurement of the thermal properties of different concretes. High temperatures-high pressures, 21, pp. 51-59.

[80] **Mourtada A,** Bloch. A, Menguy. G, Laurent M (1984) : Conductivité thermique des mortiers d'isolation extérieure du bâtiment, revue générale de thermique N° 267, mars, pp. 219-231.

[81] **Navi P**, Heger F (2002): Technologie et hygromécanique du bois, cours destiné aux étudiants en sciences des matériaux 2 ème cycle de l'école polytechnique fédérale de Lausanne 212p.

[82] **Neville A.M** (2000): Propriétés des bétons. Traduction 4<sup>ème</sup> édition : Longman, Eyrolles, Angleterre. 669-684.

[83] **Norme SIA V 162.051** (1994): Société Suisse des ingénieurs. Béton – performances, production, mise en oeuvre et critères de conformité. Zürich.

[84] **Norme SIA V 177** (1995): Société Suisse des ingénieurs. Maçonnerie. Recommandation. Zürich.

[85] **Norme ENV 206** (1990): Béton – performance, production, mise en oeuvre et contrôle de la qualité. Bruxelles.

[86] Norme NF P 75-101 (1983) : Isolants thermiques destinés au bâtiment. Définition. AFNOR, Paris Octobre.

[87] **Norme NF P 15-433** (1994) : Méthode d'essais des ciments – détermination du retrait et gonflement. AFNOR, Paris Fevrier 1994, 5p.

[88] **Pimienta P**, Chandellier J, Rubaud M, Dutruel F, et Nicole H (1994) : Étude de faisabilité des procédés de construction à base de béton de bois. Cahier du Centre scientifique et technique du bâtiment No 2703. Centre scientifique et technique du bâtiment, Paris.

[89] **Pires sobrinho C.W. de A** (1992): Coconut and sisal fibre reinforced cement and gypsum matrices. In Fibre reinforced cement and concrete. Proceeding 17 of the fourth RILEM international Symposium. N°91, pp. 1140-1151.

[90] **Quenard D,** Sallee H (1999): Determination of thermal conductivity – dynamic methode, revue du CSTB le future en construction, 27 septembre, pp. 1-7.

[91] **Ramirez-Coretti** A (1992): Physical-Mechanical properties of fiber cement elements made of rice straw, sugar cane, Bagasse, banana Racquis and Coconut husk fibres in fibre reinforced cement and concrete (Proceeding 17 of the fourth RILEM International Symposium) N°91, pp. 1203 - 1215.

[92] **Règles Th** – **K 77** (1977) : règles de calcul des caractéristiques thermiques utiles des parois de construction. (Modifiées par l'erratum juin 1978) cahiers du C.S.T.B. DTU, nov. pp. 50-702.

[93] **RILEM** (1970): Commission des bétons légers, terminologies et définitions. Matériaux et constructions. 13 : 60-69.

[94] **RILEM** (1974): méthodes d'essais des bétons cellulaires. Matériaux et constructions. Vol. 8, N° 45, p. 224.

[95] **Saradhi Babu D**, Ganesh Babu K, Tiong-Huan W (2006): Effect of polystyrene aggregate size on strength and moisture migration characteristics of lightweight concrete, cement and concrete composites. 28. pp. 520-527.

[96] **Savastano Jr. H,** Agopyan V (1999): Transition zone studies of vegetable fibre-cement paste composites, Cement & Concrete composites. 21, 49-57.

[97] **Savastano H.Jr**, Agopyan V, Nolasco A.M, Pimentel L (1999): Plant fibre reinforced cement components for roofing, Construction and building materials 13, pp. 433-438.

[98] **Searl A** (1994) : A review of the durability of inhaled fibres and options for the design of safer fibres. Annals of occupational hygiene 38, 6, pp. 839-855.

[99] **Silva D. A,** John V. M, Ribeiro J. L. D, Roman H. R (2001): Pore size distribution of hydrated cement pastes modified whith polymers, Cement & Concrete Research, 31, 1177-1184.

[100] **Scrivener K. L**, Pratt P. L (1987) : The characterization and quantification of cement and concrete microstructures. Proceedings First International RILEM Congress, Vol. 1, Chapman and Hall, pp. 61-68.

[101] **Scrivener K. L** (2004) : Backscattered electron imaging of cementitious microstructures : understanding and quantification. Cement and Concrete Composites. 26. pp. 935-945.

[102] **Soderhjelm L** (1976): Possible uses for fibrous sludges from the pulp and paper industry. Tapiola, The Finnish pulp and paper Research Institute.

[103] **Soliman I.A-N**, Wajahat H and Shamsul H (1990): Density and strength characteristics of lightweight mortar, Cement & Concrete Composites. 12, 79-86.

[104] **Soroushian P**, Shah Z, Won J-p and Hsu J-W (1994): Durability and moisture sensitivity of recycled wastepaper-fibre-cement composites. Cement & Concrete Composites. 16, 115-128.

[105] **Swamy R.N** (1990): Vegetable fibre reinforced cement composites-a false dream or potential reality? 2<sup>nd</sup> International RILEM Symposium on vegetable plants and their fibres as building materials. Ed. HS Sobral, Brazil, pp. 3-8.

[106] Taylor H. E. W (1990): Cement chemistry, Academic press, New York.

[107] **Tolêdo Filho, R. D**, Ghavami. K, England G. L and Scrivener. K (2003) : Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability, Cement & Concrete Composites. 25, 185-196.

[108]**Tolêdo Filho R. D**, Scrivener K, England G. L, Ghavami. K (2000) : Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites, Cement & Concrete Composites. 22, 127-143.

[109] **Torrenti R** et Gilles R (1988): Habitats climatiques, programme Rexcoop, SIGMA consultants, France.

[110] **Ünal O**, Uygunoglu T, Yildiz A (2007): Investigation of properties of low-strength lightweight concrete for thermal insulation. Building and Environment. Vol. 42, Issue 2 pp. 584-590.

[111] **Vallee Fr** (1999): Durabilité des composites polymères/ciment : Application au cas des enduits minces sur isolants, thèse Doctorat soutenue le 29 octobre à l'Institut national polytechnique de Grenoble, France, 209 p.

[112] **Van Gerven T**, Cornelis G, Vandoren E and Vandecasteele C (2007): Effects of carbonation and leaching on porosity in cement-bound waste, Waste management. Vol 27 issu 7, 977-985.

[113] **Van Gerven T**, Van Baelen D, Dutré V, Vandecasteele C (2004): Influence on carbonation and carbonation methods on leaching from mortars, Cement & Concrete Research. 34, 149-156.

[114] **Wild S** (2001): A discussion of the paper "Mercury porosimetry - an inappropriate method for measurement of pore size distributions in cement-based materials" by S. Diamond, Cement & Concrete Research. 31, 1653-1654.

[115] **Wong. H.S**, Buenfeld N.R, Head M.K (2006): Estimating transport properties of mortars using image analysis on backscattered electron images, Cement & Concrete Research.

[116] **Youjiang Wang H.C. Wu** and Victor C. Li (2000): Concrete reinforcement with recycled fibres, journal of material in civil engineering, November 314-319.

[117] **Yu Q,** Sawayama K, Sugita S, Shoya M, Isojima Y (1999): The reaction between rice husk ash and  $Ca(OH)_2$  solution and the nature of its product, Cement & Concrete Research. 29, 37-43.

[118] **Zhang S** et Zhang M (2006): Hydration of cement and pore structure of concrete cured in tropical environment, Cement & Concrete Research. 36, 1947-1953.





**Photo**  $N^{\circ}1$  : Appareillage réalisé pour la mesure de la conductivité thermique.

Ce montage réalisé au LMC de L'EPFL nous a permis de déterminer la conductivité thermique des matériaux élaborés après résolution de l'équation différentielle III.1 qui régit le transfert thermique dans le barreau prismatique du matériau étudié. On présente dans ce qui suit le détail de la résolution.

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{\lambda}{\rho C} \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} - \frac{h p}{\rho C S} (\theta - \theta_0)$$
(III. 1)

Avec:

- $P = 6.4 \ 10^{-2} \text{ m}$  : périmètre de la section de l'éprouvette,
- $S = 2.56 \text{ m}^2$ : section du barreau,
- $\rho$  (Kgm<sup>-3</sup>): masse volumique,
- C  $(Jkg^{-1} \circ C^{-1})$ : la chaleur spécifique,
- h ( $Wm^{-2\circ}C^{-1}$ ) : le coefficient d'échange,

L (m) : la longueur de l'échantillon (barreau prismatique),

et les conditions aux limites :

A l'extrémité A, x=0,  $\theta = \theta_1$  pour  $2\mathbf{rT} < t < (2\mathbf{r} + 1)\mathbf{T}$ et  $\theta = \theta_2$  pour  $(2\mathbf{r} + 1)\mathbf{T} < t < (2\mathbf{r} + 2)\mathbf{T}$ 

A l'extrémité B, x=L=12 cm,  $\theta = \theta_2$  pour  $(2\mathbf{r})\mathbf{T} < \mathbf{t} < (2\mathbf{r}+1)\mathbf{T}$  et

$$\theta = \theta_1 \text{ pour } (2\mathbf{r} + 1)\mathbf{T} < t < (2\mathbf{r} + 2)\mathbf{T}$$

r = 0, 1, ...n, n: entier quelconque.

 $\theta_0$ , température du milieu où se trouve le barreau.

On pourra homogénéiser en prenant  $\theta_0 = 0$ .

Ainsi, l'équation (III. 1) devient :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = a \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} - \nu \theta$$
(III. 2)
  
Avec  $a = \frac{\lambda}{\rho C}$  et
  
 $v = \frac{hp}{\rho CS}$ .

L'équation III. 2 se simplifie en utilisant le changement de variable :  $\theta = Ze^{-vt}$  (III. 3) Ce qui conduit à l'équation :

$$\frac{\partial Z}{\partial t} = a \frac{\partial^2 Z}{\partial x^2}$$
(III. 4)

En utilisant le théorème de Duhamel et après un temps t assez long d'oscillation de température aux extrémités A et B, la solution est donnée par les expressions suivantes : Pour la période paire :

$$\theta = \frac{4\pi a}{L^2} (\theta_1 - \theta_2) \sum_{n=1}^{\infty} \frac{n}{P_{2n}} \sin \frac{2n\pi x}{L} + \frac{2\pi a}{L^2} (\theta_1 + \theta_2) \sum_{n=0}^{\infty} \frac{2n+1}{P_{2n+1}} \sin \frac{(2n+1)\pi x}{L} - \frac{8\pi a}{L^2} (\theta_1 - \theta_2) \sum_{n=1}^{\infty} \frac{n}{P_{2n}} \sin \frac{2n\pi x}{L} \frac{e^{-p_{2n}t}}{1 + e^{-p_{2n}T}}$$
(III. 5)

Pour la période impaire :

Annexe 1: Montage réalisé pour l'essai thermique et détails de résolution de l'équation III.1.

$$\theta = -\frac{4\pi a}{L^2} (\theta_1 - \theta_2) \sum_{n=1}^{\infty} \frac{n}{P_{2n}} \sin \frac{2n\pi x}{L} + \frac{2\pi a}{L^2} (\theta_1 + \theta_2) \sum_{n=0}^{\infty} \frac{2n+1}{P_{2n+1}} \sin \frac{(2n+1)\pi x}{L} + \frac{8\pi a}{L^2} (\theta_1 - \theta_2) \sum_{n=1}^{\infty} \frac{n}{P_{2n}} \sin \frac{2n\pi x}{L} \frac{e^{-p_{2n}t}}{1 + e^{-p_{2n}T}}$$
(III. 6)  
Avec  $P_n = \frac{a\pi^2 n^2}{L^2} + v$ 

En utilisant les séries de Fourier, on remarque bien que.

$$\frac{4\pi a}{L^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{n}{P_{2n}} \sin \frac{2n\pi x}{L} = \frac{\sinh \mu (L-x) - \sinh \mu x}{2\sinh \mu L} = U \quad \text{et,}$$

$$\frac{2\pi a}{L^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(2n+1)}{P_{2n+1}} \sin \frac{(2n+1)\pi x}{L} = \frac{\sinh \mu (L-x) + \sinh \mu x}{2\sinh \mu L} = V$$
Avec 
$$\mu^2 = \frac{V}{a}$$

En remplaçant dans (III. 5) et (III. 6), on obtient :

Pour la période paire :

$$\theta = (\theta_1 - \theta_2) \mathbf{U} + (\theta_1 + \theta_2) \mathbf{V} - \frac{8\pi a}{L^2} (\theta_1 - \theta_2) \sum_{n=1}^{\infty} \frac{n}{\mathbf{P}_{2n}} \sin \frac{2n\pi x}{L} \frac{e^{-p_{2n}t}}{1 + e^{-p_{2n}T}}$$
(III. 7)

et

Pour la période impaire :

$$\theta = -(\theta_1 - \theta_2)\mathbf{U} + (\theta_1 + \theta_2)\mathbf{V} + \frac{8\pi a}{L^2}(\theta_1 - \theta_2)\sum_{n=1}^{\infty} \frac{n}{\mathbf{P}_{2n}}\sin\frac{2n\pi x}{L}\frac{e^{-p_{2n}t}}{1 + e^{-p_{2n}T}}$$
(III. 8)

D'après III. 7 et III. 8, on remarque que la température  $\theta_{\frac{L}{2}}$  au milieu de la barre a une valeur

constante :

$$\theta_{\frac{L}{2}} = \frac{\theta_1 + \theta_2}{2\cosh\frac{\mu L}{2}}$$
(III. 9)

L'équation III. 9 permet de calculer le rapport  $\frac{v}{a}$ 

Une autre relation est nécessaire pour trouver v et a, il suffit de prendre la différence de

température à un instant quelconque entre deux points situés à x=L/6 et x=2L/3.

Pour ces points les termes des séries dont n est un multiple de 2 ou 3 disparaissent et ces séries convergent rapidement de sorte qu'on néglige les termes pour n = 5 et ceux qui suivent.

Avec cette approximation la différence de température d, après un temps t quelconque est de la forme :

$$d = M - N e^{-Rt}$$
(III. 10)

Avec 
$$R = \nu + \frac{4a\pi^2}{L^2} = \frac{hp}{\rho CS} + \frac{4\lambda\pi^2}{\rho CL^2}$$
 (III. 11)

M et N ne dépendent pas du temps.

Si on choisit  $d_1$ ,  $d_2$ ,  $d'_1$ ,  $d'_2$  des valeurs de d pour des temps  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_1+\beta$ ,  $t_2+\beta$ , alors il vient :

$$\frac{d_1 - d_2}{d_1 - d_2} = e^{R\beta}$$
(III. 12)

Le rapport  $A = \frac{d_1 - d_2}{d_1 - d_2}$  déterminé suite aux mesures effectuées sur l'échantillon pour un temps

 $\beta$  choisie, permet de calculer R par la relation :

$$R = \frac{\ln A}{\beta}$$
(III. 13)

De l'équation III. 9 et en tenant compte des valeurs de :  $\mu = \sqrt{\frac{\nu}{a}}$ ,  $a = \frac{\lambda}{\rho C}$  et de  $\nu = \frac{hp}{\rho CS}$  on

tire le rapport 
$$B = \frac{h}{\lambda} = \frac{4S}{L^2 P} \left( ar \cosh \frac{\theta_1 - \theta_2}{2\theta_{\frac{L}{2}}} \right)^2$$
 (III. 14)

Par combinaison avec la relation III. 11 et III. 13, on tire  $\lambda$ 

$$\lambda = \frac{\rho CR}{\frac{BP}{S} + \frac{4\pi^2}{L^2}}$$
(III. 15)

et

$$h = B\lambda = \frac{4S}{L^2 P} \left( ar \cosh \frac{\theta_1 - \theta_2}{2\theta_{\frac{L}{2}}} \right)^2 \lambda$$
(III. 16)

NB : Les formules III. 15 et III. 16 sont l'équivalent des formules III. 2 et III. 3 du chapitre III.

Annexe 2 : Machines utilisées pour les essais.



**Photo N°1** : Machine Walter + bai ag CH- 8224 Löhningen type D–300–D utilisée pour les essais mécaniques.



Photo N°2 : Scie diamantée de marque Accutom-2.



**Photo**  $N^{\circ}3$ : Polisseuse de marque Struers RotoPol-25.



Photo  $N^{\circ}4$ : Mini concasseur de marque FRIYSCH.



Photo N°5 : Montage de l'essai de carbonatation.

Identification du	E/C	Masse	Composition en Kg/m <sup>3</sup>	Dimensions	Mode de cure	Méthode de	Résistance en compression
béton léger	ou	Volumique (Kg/m <sup>3</sup> )	C : ciment, S : sable, E : eau,	des		fabrication	(MPa)
(Référence)	Slump ou		F : élément générateur de pores ,	éprouvettes			
	autre rapport		fibres ou agrégats	(cm <sup>3</sup> )			
LWM :	0.4		F: Sealocrete : agent moussant	5.1x5.1x5.1	28 jours dans	0.5 min, S + C	Après 28 j
Matrice de	0.45		C + S + E + F.		l'eau	1.5 min, E + F	1 à 27
(ciment + sable)	0.50		S/C = 2				
moussant	0.55	1020 - 1900	F/C = 0 - 0.3 - 0.5 - 1.0 - 1.5.				
(Sealocrete)	0.60						
[Soliman I.A.N. et al. (1990)]	0.65						
	0.70 80-100 mm	Avec Leca $(\mathbf{I}) \cdot 1470_{-}$	C + S + F + (L  on  BC)	Cube	50 + 3% d' HR	$\Lambda \operatorname{gr}{}_{\operatorname{dgat}}(\Lambda) 24h$	Après 28 i
Live:	00-100 mm	1400 1520	C + 250 = 200 = 250	(15x15x15)	50 ± 570 u TIK	dans oou event	$1 \cdot 155 = 105 = 20 \text{ (subs)}$
(ciment + sable)		1490-1320	C = 230 - 300 - 330	$(13 \times 13 \times 13)$			$12 \cdot 13.3 = 19.3 = 29$ (cube)
et agrégat de			E: 120 - 140 - 160	Cylindre	$23 \pm 2^{\circ}C$	malaxage	13 - 15 - 22 (cylindre)
Leca ou de la brique concassée		Avec Brique	S: 500 - 500 - 500 Leca	(15x30)		0.5min, A+C+S	BC : $13 - 14.5 - 21$ (cube)
[Alduaij J. et al.		Concassée (BC) :	L: 310 – 300 – 290			2 min avec E	10.5 - 12 - 15 (cylindre)
(1999)].		1560-1600-1670	S: 160 - 140 - 120 BC				
			BC : 320 – 300 - 280				
LWC : Matrice	Ε		$\mathbf{C} + \mathbf{F} + \mathbf{S} + \mathbf{G} + \mathbf{E} + \mathbf{P}.$	10 x10x10			Après 28 j
de (ciment + cendre volante +	$\frac{1}{C + F} = 0.355$	1050 - 1820	F : Cendre volante				7 ÷ 18
sable + granulat			G : Gros granulats ( $\Phi$ <8mm)				
normal) et agrégat de	Etalement		P : polystyrène				
polystyrène	(ASTM)C		$C = 394 \text{ Kg/m}^3$				
[Saradhi Babu D. et al. (2006)]	124 - 1973 :		$F = 169 \text{ Kg/m}^3$				
<b>2000</b> )].	de 49 à 60.5		$S = 14 \div 24 \%$				
	cm		G = 26 et 42 %				
			$P = 20 \div 35$ % en volume				

Tableau 1	: Résistance et	n compression d	e quelques	bétons légers.
-----------	-----------------	-----------------	------------	----------------

Annexe 3	:	Table	eaux	de	comparaison

LWC :	0.15	900 ÷ 1190	C + D + E.	10 x 10 x 10	Dans le	Pré mouillage des	Après 28 j
Matrice de	(agrégats pré		D : agrégats de diatomite de		laboratoire à	agrégats et	3.5 ÷ 5.8
ciment et	mouillés)		différentes granulométries		$18 \pm 2^{\circ}$ C et	mélange des	
diatomite [Ünal			Dosage en ciment de 250 à 400		pendant 7, 28	composants	
<b>O. et al.</b> (2007)].			Kg/m <sup>3</sup>		et 56 j	pendant 3 min	
LWM :	0.5 + 50% F		C + S + F + E.	4 x 4 x 16	28 j dans une	Suivant UNE EN	Après 28 j
Matrice de	+ 10g		F : Résidu de la récolte de riz,		chambre	196 – 1 : 1996.	7 ÷ 17
(ciment + sable)			du blé et du maïs		humide (100%		
du blé et du maïs			S/C = 3		d'HR)		
[ <b>Blanes J.C. et</b> <b>al.</b> (2004)].			F/C = 1%				
LWM:	0.48		L + Ch + S + F + E.	Cylindre	7 j dans l'eau	-	Après 28 j
Matrice de laitier			L : laitier de haut fourneau	(5x10)	puis sortie		
de haut fourneau (BFS) et fibres de			Ch : chaux ;		jusqu'au jour		
pulpe		2041	G : Gypse		de l'essai (28j)		31.1
d'eucalyptus, de			F <sub>e, e+s, c</sub> : fibres de pulpe				
cocotier		2077	d'eucalyptus,				25.3
[Savastano H.Jr.		2142	(sisal + eucalyptus (1%+1%))				21
et al. (1999)]			de cocotier.				
			C/S = 1/1.5				
			2% (en volume) de fibre =				
			0.9% en masse.				
Mortier	1.5		C + S + F + E.	5x5x5	10 j dans l'eau	Suivant la norme	Après 10 j
<b>composite :</b> Matrice de			$F_{C_{i}} F_{D}$ : fibres de cocotier et de			ASTM C 109/C	
(ciment + sable)			durian			109 - 95	
et fibres de		1440	$C: S: F_C/C = 1: 1: 10\%$				4.77
Durian [Khedari		959	1:1:20%				2.46
<b>J. et al.</b> (2001)].		864	1:1:30%				1.81
		1456	$C: S: F_D/C = 1: 1: 10\%$ 1 · 1 · 20%				3.29
		1315	1:1:30%				0

Annexe 3 : Tableaux de comparaison

Mortier			C + S + F + E.	4x4x16	28 i dans l'eau	Suivant la norme	Après 28 j
composite :			F : fibres de déchet de papier		2	NFP 15 - 411	1 5
Matrice de						111 15 - 411	
(ciment + sable)			C/S = 1/3				
déchet de papier	0.56	1950	F = 1%				34
Bentchikou M.	0.75	1870	F = 3%				17
et al. (2007)].	0.95	1700	F = 6%				10
	1.30	1460	F = 10% F = 15%				/ 3.5
Composite :	E = 0.35 C +	1150	C + M + B + E	4x4x16	28 i en salle		Après 28 i
Matrice de	E 0.55 C 1			IX IXIO			ripres 20 j
(ciment + des	(0.45 ou		M : fines minerales (Granite,		numide (20°C	-	
fines minérales)	0.70) M +	Granite (770)	Grés, Schiste, Argile1, Argile2)		et 90% d'HR)		3.3
et des granulats de bois	0.8 B	Grés (730)	B : granulats de bois				4.6
[Benmalek M.L.		Schiste (920)	25% C + 50% M + 25% B				4.8
<b>et al.</b> (1999)].		Argile 1 (740)	(% pondérale).				2.0
		Argile 2 (700)					2.0
Aggloméré de	E/(C+Ch) =		$C + Ch. + B + A_1 + A_2 + E.$	Proportion :	6 j dans la hall	Procces	
chanvre à matrice de ciment	1.41		Ch : chaux aérienne	longueur :	à 15 °C et 50%	industriel,	
et chaux aérienne		730	B : copeau de bois de chanvre	largeur :	d'HR ; au 7 <sup>ème</sup>	démoulage après	A 28 j ; 1.85
[Bútschi P.Y. et al. (2004)]			(chènevotte)	hauteur =	jour mettre les	30 s	A 58 j ; 2.04
			$C : Ch. : B : A_1 : A_2 : E = 1.67 :$	1.5 : 1 : 5	échantillons à		
			1:1:0.19:0.28:2.82.		19 °C et 60 %		
					d'HR.		
Composite :			C + F + E.	2x2x12	7 j dans eau	Voir § II. 4	А7 ј
Matrice de	E/C =	1000	F : fibres cellulosiques				
ciment et des	0.32	1800	2% de fibres				59.2
nores	0.41	1/20	4% de fibres				44
récupération	0.49	1500	8% de fibres				27
[Présente étude]	0.66	1370	10% de fibres				20
	0.75	1270	12% de fibres				15.5
	0.83	1150	14% de fibres				11.5
	0.92	1030	16% de fibres				8.64

3

Identification et	Masse volumique $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> ) et composition						Por	osité
référence							ε(	%)
Béton cellulaire	400						55	
autoclavé	500						51	
[Laurent J. P.	600						45	
(1991)].	650						40	
Béton argileux	% massique en :	Arg	gile	Ciment	Eau	Aluminium		
cellulaire [Goual M S (2001) Coual	1038 (composition A)	75		25	65	0	57.9	
<b>M. S. et al.</b> (2006)]	962 (composition B)	75		25	65	0.20	59.4	
	953 (composition C)	75		25	65	0.40	61.9	
	903 (composition D)	75		25	65	0.60	63.5	
	876 (composition E)	75		25	65	0.80	66.3	
	843 (composition F)	75		25	65	1.00	67.5	
Béton de sable	Béton de sable dunaire BS	D	Béte	on de sabl	e alluv	ionnaire BSA	BSD	BSA
dunaire BSD et	2040 (B=0)			2100 (B= 0)			0.19	0.15
alluvionnaire	1760 (B=40)		1820 (B=40) 1580 (D=80)					0.26
BSA a base de	1330 (B - 80) 1300 (B - 120)		1580 (B=80) 1320 (B=120)				0.36	0.35
Bedering M et al	1200 (B = 120) 1200 (B = 160)		1220 (B = 160)			0.45	0.45 0.49	
[2005), <b>Bederina M.</b> (2007)]	B : dosage en bois $(kg/m^3)$						0.17	0.17
Béton léger à	Selon le dosage en gros (CA), moyens (MA) et agrégats fins							
agrégats de diatomite [Ünal O.	(FA) et la quantité de ciment (250, 300, 350 ou 400 kg/m <sup>3</sup> ), $\rho$						38 à :	56
<b>et al.</b> (2007)]	varie de 900 à 1190							
Mortier léger	Avec un rapport sable/ciment = 2, $\rho$ varie de 1020 à 2200							
[Soliman I.A.N. et al. (1990)]	selon les valeurs de E/C (0.4 à 0.7) et la fraction de l'agent						12 à :	55
	moussant (0 à 1.5 %).							
Composite à	1170 (B= 0)						54	
matrice argile-	1010 (B= 10)						58	
ciment et	870 (B=20)						63	
particules de bois	700 (B=30)						68 79	
$\begin{bmatrix} \mathbf{A} \mathbf{I} \mathbf{T} \mathbf{I} \mathbf{M} & \mathbf{K} \mathbf{K} \mathbf{K} \mathbf{K} \mathbf{K} \mathbf{K} \mathbf{K} \mathbf{K}$	450 (D - 40) 370 (B= 50)						/0	
	B: dosage en bois (% n	nassi	iaue	par rann	ort à 1	a composition	05	
	totale)							

<b>Tableau 2</b> : Porosité ε et	t masses volumio	ues o de auela	ues matériaux	cimentaires.
				•

Composite à base	1800	26.7
de ciment et de	1710	28.0
déchets de	1650	28.6
papiers [Coutts R.	1550	29.1
<b>S. P.</b> (1989)].	1450	33.0
	1430	36.1
	1340	36.7
	1320	40.5
Béton expansé	1751	29.8
avec agent	1571	30.6
chimique	1287	43.3
[Kearsley E.P. et al.	1056	48.4
(2001), Kearsley	1023	52.5
<b>E.P. et al.</b> (2001)]	NB : -jusqu'à 75 % de ciment est remplacé par de la cendre volante	
	- ε mesurée est celle de la porosité accessible à l'eau	
Composite à	1950	21
matrice minérale	1720	26
et fibres	1500	28
cellulosiques	1370	31
récupérées	1030	35
[Présente étude]		