

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université du 08 Mai 1945 - Guelma -
Faculté des Sciences et de la Technologie



جامعة 08 ماي 1945 قالمة
كلية العلوم والتكنولوجيا

Département de : Génie Civil et Hydraulique

Spécialité : Génie Civil

Option : Matériaux en génie civil

THÈSE

En vue de l'obtention d'un diplôme du DOCTORAT 3^{eme} cyclé

Présentée par : **KHELIFI Abdelhamid**

Elaboration et caractérisation de nouveaux bio composites verts à base de déchets naturels : Applications en écoconstruction

Soutenue le 09 Janvier 2025, Devant le jury

Pr. NAFA Zahreddine	Université du 08 mai 1945 de Guelma	Président
Dr. BOUMAAZA Messaouda	Université du 08 mai 1945 de Guelma	Directrice de thèse
Dr. DIEDID Tarek	Université Hamma Lakhdar El-Oued	Co-directeur de thèse
Pr. OUCIEF Hocine	Université Badji Mokhtar d'Annaba	Examineur
Dr. BENZANNACHE Naziha	Université du 08 mai 1945 de Guelma	Examineur

Janvier 2025

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

Louange et merci à Dieu, par la grâce duquel les bonnes actions sont accomplies.

Ces quatre années de thèse ont été une expérience intense, durant laquelle je n'ai cessé d'apprendre, de rencontrer et de découvrir. J'ai eu la grande chance d'avoir un sujet de recherche sous la direction du Dr **Messaouda Boumaaza**. Ses compétences scientifiques et sa vision critique m'ont aidée à atteindre les objectifs fixés. J'exprime également ma gratitude à mon co-directeur de thèse, le Dr **Tarek Djedid**, pour avoir guidé mes travaux de recherche. Tous ceux qui ont contribué directement ou indirectement à la réalisation de ce travail trouveront ici l'expression de mes sincères remerciements et appréciations.

Je voudrais tout d'abord remercier tous les professeurs et adresser mes sincères remerciements à Monsieur **Nouaouria Mohamed Salah**, Directeur du Laboratoire de Génie Civil à l'Université du 8 Mai 1945, Guelma (LGCH), les Professeurs **Nafaa Zahreddine**, **Belaadi Ahmed**, **Abdelaziz Azeb Ahmed**, et le Professeur **Halim Benouis**, Dr **Assia Aidoud** et Mr **Dr Tahar Zerig** pour leur soutien scientifique et psychologique illimité.

J'adresse mes remerciements à Monsieur le président et les membres du jury pour avoir accepté de discuter de ma thèse. J'exprime mes sincères remerciements au Professeur **Ali Ghomri** de l'Université Hama Lakhdar d'El Oued. Ce travail n'aurait pas été possible sans leurs précieux conseils et leur aimable orientation.

Je profite également de cette occasion pour remercier tout le personnel du laboratoire pédagogique pour son accueil chaleureux et son aide dans l'utilisation des outils et équipements disponibles.

Je remercie avant tout ceux qui ont eu la première influence sur moi, mes généreux parents. Enfin, je remercie chaleureusement mon épouse et ma famille pour leur soutien inconditionnel dans les moments difficiles.

Je termine mes paroles en exprimant ma miséricorde envers mon père. Il était un amoureux du savoir et des gens bien informés.

Dédicaces

Je dédie ce travail à ma famille, en particulier à mes parents, pour leur amour inconditionnel, leur soutien indéfectible, et leurs conseils avisés.

À mes frères et sœurs, pour leur présence et leur humour qui m'ont aidé à traverser les moments difficiles.

Et à mon épouse, pour sa patience, sa compréhension et son amour qui m'ont soutenu tout au long de cette aventure.

A tous mes enfants et Katkouta Assinet

A. Khelifi

Publications liées aux Recherches Doctorales

Publications internationales :

Abdelhamid KHELIFI, Messaouda Boumaaza, Ahmed Belaadi, Djedid Tarek, Afonso Rangel Garcez de Azevedo, Mostefa Bourchak, Mohammad Jawaid, Effects of alkaline treatment of Washingtonia mesh waste on the mechanical and physical properties of bio-mortar: experimental and prediction models

DOI : 10.1007/s13399-023-04221-w

Communications internationales:

1. **KHELIFI Abdelhamid, BOUMAAZA Messaouda, DJEDID Tarek, ZERIG Tahar, BELAADI Ahmed**, Influence de l'incorporation de fibres naturelles Washingtonia Filifera sur les propriétés mécaniques du mortier. International Pluridisciplinart PhD Meeting IPPM2023, Decembre 2023 El Oued.

Abdelhamid Khelifi, Messaouda Boumaaza, Tarek djedid, Ahmed Belaadi , Tahar Zerig MECHANICAL CHARACTERIZATION OF REINFORCED CEMENT MORTARS WITH NATURA FIBRES. 2nd INTERNATIONAL SEMINAR ON INDUSTRIAL ENGINEERING AND APPLID MATHEMATICS (ISIEAM'22) IN SKIKDA (ALGERIA), OCTOBER 23 et 24,2022.

2. **Abdelhamid Khelifi, Messaouda Boumaaza, Tarek djedid, Tahar Zerig, Ahmed Belaadi**, Effet de l'incorporation de fibres naturelles (WF) sur la caractérisation mécanique du mortier 3rd International Symposium on Construction Management and Civil Engineering (ISCMCE-2022) SKIKDA November 27-28,2022
3. **ABDELHAMID KHELIFI, Tarek Djedid, Taha Zerig, Abdelhamid Guettala**. Effect of varying silica-limestone sand fines on the physical-mechanical performance of concrete .first international conference held at Biskra university,Algeria,on 05-07 December 2021

Communication nationale:

Abdelhamid KHELIFI, Messaouda BOUMAAZA, Tarek DJEDID, Ahmed BELAADI, Tahar ZERIG, Chemical treatment of natural fibers: Impact on the microstructure and durability of cementitious materials. Conges Nationale de Genie Civil et Hydraulique CNGCH 2023 le 12-13 Novembre 2023, Guelma

Résumé

Face aux défis économiques engendrés par l'augmentation du coût des sources naturelles, leur épuisement et l'impact environnemental de leur production et de leur utilisation, l'industrie de la construction se tourne vers les biomatériaux. Les biomasses, notamment celles d'origine agricole comme les fibres du palmier (WFW), prennent ainsi une place prépondérante. Parmi ces fibres, les déchets de *Washingtonia Filifera* se distinguent par leurs propriétés mécaniques acceptables, leur légèreté et leur forte abondance en Algérie. Le but de cette recherche consiste à concevoir un nouveau matériau composite combinant des fibres végétales avec une matrice cimentaire, en vue de son application dans divers processus de construction.

Pour cela, un procédé à trois variables a été mis en œuvre, dont une teneur en WFW de 1% à 3%, traitée avec une concentration alcaline (NaOH) de 1% à 5% pendant une durée de 4 à 24 heures. Les réseaux de neurones artificiels (ANN) et la méthodologie de la surface de réponse (RSM) ont été exploités à des fins d'optimisation. L'objectif de la présente étude est de déterminer et d'optimiser les facteurs influençant les caractéristiques des bio- mortiers renforcés avec du WFW. Les résultats ont mis en évidence l'influence de la quantité de WFW, du pourcentage de NaOH et de la durée d'immersion sur les caractéristiques physiques et mécaniques. En outre, le remplacement de 1 % de ciment par l'équivalent de WFW immergé dans 2,5 % de NaOH pendant 4 heures s'est révélé être une bonne combinaison permettant d'améliorer la résistance en flexion et en compression. De plus, les modèles ANN et RSM étaient fortement corrélés aux données expérimentales, avec une plus grande précision pour les réseaux neuronaux artificiels. Les modèles mathématiques développés pour estimer les propriétés des bio-mortiers renforcés par WFW se sont révélés très pertinents, avec une grande précision, montrant moins de 7 % d'erreurs selon les calculs RMSE, MSE, et MAPE.

Mots-clés : Déchets de *Washingtonia*, Résistance mécanique, Propriétés physiques, Réseaux de neurones, Méthodologie de surface de réponse.

Abstract

Faced with the economic challenges posed by the increasing cost of natural sources, their depletion and the ecological impact of their production and utilisation, the construction industry is turning to biomaterials. Biomass, particularly that of agricultural origin such as palm fibre (WFW), is thus taking on a predominant role. Among these fibres, *Washingtonia Filifera* waste stands out for its acceptable mechanical properties, its lightness and its abundance in Algeria. The aim of this research is to design a new composite material combining plant fibres with a cementitious matrix, with a view to its application in various construction processes.

To achieve this, a three-variable process was implemented, including a WFW content of 1% to 3%, treated with an alkaline concentration (NaOH) of 1% to 5% for a period of 4 to 24 hours. Artificial neural networks (ANN) and response surface methodology (RSM) were used for optimisation. The aim of the present study was to determine and optimise the factors influencing the characteristics of bio-mortars reinforced with WFW. The results highlighted the influence of the quantity of WFW, the percentage of NaOH and the immersion time on the physical and mechanical characteristics. Additionally, the ANN and RSM models were highly correlated with the experiments, with greater accuracy for the ANNs. The developed computational models for estimating the properties of WFW-reinforced bio-mortars proved highly relevant, with high precision, showing less 7% errors according to RMSE, MSE and MAPE measurements.

Keywords: Waste from *Washingtonia*, Physical characteristics, Mechanical behaviour, Neural networks, Response surface methodology.

الملخص

إن التحديات الاقتصادية المرتبطة بارتفاع تكاليف الموارد الطبيعية، واستنزافها، والآثار البيئية المرتبطة بإنتاجها واستخدامها، تدفع أصحاب المصلحة في مجال البناء إلى التحول إلى المواد ذات المصادر الحيوية. وبالتالي فإن موارد الكتلة الحيوية، وخاصة تلك ذات الأصل الزراعي مثل ألياف شجرة النخيل (WFW)، تحتل مكانة بارزة. ومن بين هذه الألياف، تبرز نفايات *Washingtonia Filifera* بسبب خواصها الميكانيكية المقبولة، وكثافتها المنخفضة، وتوافرها في الجزائر. الهدف من هذه الدراسة هو تطوير مادة مركبة مبتكرة من خلال الجمع بين الألياف النباتية ومصفوفة إسمنتية لاستخدامها في عمليات البناء المختلفة.

ولتحقيق هذه الغاية، تم تنفيذ عملية ثلاثية المتغيرات، بما في ذلك محتوى WFW من 1% إلى 3%، ومعالجته بتركيز قلوي (NaOH) من 1% إلى 5% لمدة تتراوح من 4 إلى 24 ساعة. تم استخدام تقنيات الشبكات العصبية الاصطناعية (ANN) ومنهجية سطح الاستجابة (RSM) للتحسين. الهدف من هذه الدراسة هو تقدير وتحسين العوامل المؤثرة على خصائص الملاط الحيوي المدعم بـ WFW. أظهرت النتائج أن كمية WFW ونسبة NaOH ومدة الغمر لها تأثير على الخواص الميكانيكية والفيزيائية. علاوة على ذلك، فقد ثبت أن استبدال 1% من الإسمنت بما يعادله من WFW مغمور في 2.5% NaOH لمدة 4 ساعات يوفر مزيماً جيداً يوفر قوة انثناء وضغط محسنة. بالإضافة إلى ذلك، ارتبطت نماذج ANN و RSM بشكل كبير بالبيانات التجريبية، مع دقة أعلى للشبكات العصبية الاصطناعية. تم العثور على النماذج الرياضية التي تم تطويرها لتقدير سمات الملاط الحيوي المقوى بـ WFW ذات أهمية كبيرة، وبدقة عالية، وتظهر أخطاء أقل من 7% وفقاً لحسابات MSE، و RMSE، و MAPE.

الكلمات المفتاحية: نفايات الواشنطنونيا، المقاومة الميكانيكية، الخواص الفيزيائية، منهجية سطح الاستجابة، الشبكات العصبية الاصطناعية..

Table des matières

Remerciements.....
Dédicaces
Publications liées aux Recherches Doctorales	I
Résumé.....	II
Abstract	III
المُلخَص	IV
Table des matières.....	V
Liste des Figures	IX
Liste des Tableaux.....	XII
INTRODUCTION GENERALE	2

CHAPITRE I: Etude bibliographique

I.1 INTRODUCTION	8
I.2 INFORMATIONS GÉNÉRALES SUR LES FIBRES	8
1.2.1 Fibres naturelles	8
1.2.2 Structure chimique des fibres végétales	11
1.2.2.1 Cellulose :	11
1.2.2.2 Hémicellulose :	11
1.2.2.3 Lignine :	12
1.2.2.4 Lipides :	12
1.2.2.5 Pectine :	12
1.2.2.6 Protéines :	12
1.2.2.7 Sucres :	12
1.2.3. Composition de la fibre végétale	13
1.2.4 Propriétés physiques, chimiques, et mécaniques des fibres végétales	15
1.2.5. Présence des fibres végétales en Algérie	17
1.2.6. Techniques d'extraction des fibres végétales.....	17
1.2.7. Procédés de traitement des fibres végétales	19
1.2.8. Les fibres végétales des palmiers <i>Washingtonia filifera</i>	22
1.2.9 Bénéfices et désavantages des fibres végétales	23
1.2.9.1. Avantages	23

1.2.9.2 Inconvénients	23
I.3. Impact du secteur de la construction sur la maîtrise de la consommation d'énergie	24
I.4 CARACTERISTIQUES DES COMPOSITES CIMENTAIRES FIBRES	24
1.4.1. Le rôle des fibres comme renfort dans la construction	24
1.4.2. Influence de la présence de fibres sur les caractéristiques rhéologiques	25
1.4.3.1. Caractéristiques dans la phase de fabrication	27
1.4.3.1.1. Maniabilité des composites à l'état frais	27
1.4.3.1.2. Comptabilité Ciment-fibres végétales lors de l'hydratation de ciment.....	27
1.5. DURABILITE DES COMPOSITES CIMENTAIRES A FIBRES VEGETALES ..	36
1.6. CONCLUSION.....	38

CHAPITRE II : CARACTERISATION DES MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

II.1 INTRODUCTION.....	40
II.2 CARACTERISATION DES MATERIAUX	40
II.2.1 Eau.....	40
II.2.2 Sable	40
II.2.3 Ciment.....	41
II.2.4 Fibre <i>Washingtonia filifera</i>	42
II.2.5 Caractérisation de la fibre <i>Washingtonia filifera</i>	43
II.2.5.1 Traitement de la fibre WFW.....	43
II.2.5.2 Traction de fibre	44
II.3 Formulation du bio-mortier	45
II.3.1 Formulation adoptée dans le cadre de la présente étude.....	46
II.3.2 Processus de malaxage	48
II.4 Techniques expérimentales	49
II.4.1 Caractérisation à l'état frais	49
II.4.1.1 Essai d'étalement	49
II.4.1.2 Mesure de la masse volumique.....	50
II.4.1.3 Mesure de l'air occlus.....	51
II.4.2 Caractérisation à l'état durci	52
II.4.2.1 Essai de flexion 3 points.....	52
II.4.2.2 Essai de compression	53

II.4.2.3 Essai d'auscultation dynamique.....	54
II.4.2.4 Absorption d'eau par capillarité.....	55
II.4.2.5 Porosité accessible à l'eau.....	57
II.4.2.6 Essais d'attaque par l'acide sulfurique	58
II.5 Diagnostic de fibres WF par différentes techniques : DRX, FTTIR et MEB.....	60
II.5.1 Analyse de fibres WF par DRX :	60
II.5.2 Analyse de fibres WF par FTIR :	61
II.2.5.3 Analyse microstructurale de la fibre par MEB.....	63
II.2.5.4 Analyse thermogravimétrique de mortier contenant la fibre WF	64
II.6 CONCLUSION.....	64

CHAPITRE III : ANALYSE ET DISCUSSION DES RESULTATS

III.1 INTRODUCTION	67
III.2 Caractérisation des mortiers à l'état frais	67
III.2.1 Ouvrabilité.....	67
III.2.2 Densité apparente.....	68
III.2.3 Air occlus	69
III.3 Caractérisation des mortiers à l'état durci.....	70
III.3.1 Propriétés mécaniques	70
III.3.1.1 Résistance à la compression	70
III.3.1.2 Résistance à la flexion	71
III.3.1.3 Déplacement flexionnel	72
III.3.2 Propriétés physiques	74
III.3.2.1 Porosité accessible à l'eau	74
III.3.2.2 Absorption capillaire.....	75
III.3.2.3 Vitesse des ondes ultrasonores (UPV)	76
III.3.3 Propriété de durabilité.....	79
III.3.3.1 Perte de masse.....	79
III.3.3.3 Analyse thermogravimétrique de mortier	82
III.6 CONCLUSION	83

Chapitre IV: MODELISATION ET ANALYSE STATISTIQUE DES RÉSULTATS

IV.1 INTRODUCTION	86
-------------------------	----

IV.2 Conception d'expériences fondées sur des statistiques	87
IV.3 Réseaux de neurones artificiels (ANN)	87
IV.4 Développement et validation du modèle mathématique des propriétés physiques	88
IV.5 Modélisation à l'aide de la méthode RSM	91
IV.5.1 Propriétés mécaniques	91
IV.5.2 Analyse de la variance	93
IV.5.3 Influences principales et diagrammes de surface de réponse des mortiers	97
IV.5.4 Modélisation des propriétés de flexion et de compression à l'aide ANN	100
IV.5.5 Comparaison des modèles RSM et ANN	105
IV.5.6 Optimisation	109
IV.6 CONCLUSION	111
CONCLUSION GÉNÉRALE ET PRESPECTIVES	113
Recommandations	115
ANNEXES	Erreur ! Signet non défini.

Liste des Figures

Figure I-1: Classement des divers genres de fibres végétales.	9
Figure I-2 : Classement relatif aux différentes fibres naturelles animales et végétales.	10
Figure I-3: Les principales composantes de la cellulose.	11
Figure I-4: Structure chimique des chaînes d'hémicellulose.	12
Figure I-5 : Composition et constitution d'une structure de la paroi des végétaux.....	13
Figure I-6 : La texture d'une fibre végétale.	14
Figure I-7 : Photos MEB (a, b) Fibres traitées par NaOH-12h à 0,5% et non traitées (c, d) Fibres traitées par NaOH-12h à 1% et 3%.	15
Figure I-8: Représentation schématique des techniques d'extraction des fibres des plantes...	18
Figure I-9 : Les palmiers <i>Washingtonia filifera</i> : a) déchets des palmiers <i>Washingtonia filifera</i> b) arbres palmiers <i>Washingtonia filifera</i>	22
Figure I-10: Energie grise employés dans les matériaux du secteur de la construction.....	25
Figure I-11: Applications novatrices des biocomposites à base de fibres de bambou au sein de l'aéroport de Madrid-Barajas.	27
Figure I-12 : Impact de la distribution du peuplier sur la chaleur dégagée pendant l'hydratation.	28
Figure I-13 : Liaison des ions calcium au niveau de deux chaînes de pectine	28
Figure I.14 : Comportement en flexion des composites renforcés avec : (a) 2% et (b) 4% de fibres végétales comparativement au mortier de contrôle	31
Figure I.15 : La résistance en flexion des échantillons à 28 jours	32
Figure I-16: L'impact de la longueur et de la quantité des fibres de lin sur la contrainte à la flexion des mortiers.	32
Figure I-17 : Etude de l'évolution de la contrainte en flexion du ciment renforcé par des fibres de chanvre.....	33
Figure I-18: Effet de la teneur en fibres de lin sur la contrainte de compression des mortiers.	34
Figure I.19 : Conductivité thermique des mortiers renforcés par des fibres de palmier dattier de 3 mm, 6 mm et le mélange de deux diamètres.....	35
Figure I.20 : Conductivité thermique des composites renforcés avec les fibres du palmier à huile et de la noix de coco.	35
Figure I-21 : Contrainte résiduelle sur des mortiers en jute et sisal.	36
Figure I-22 : Propriétés mécaniques des mortiers renforcés (a) solution de NaOH pendant 28 jours et (b) après 12 mois de vieillissement naturel.	37
Figure I-23: Contrainte-déformation d'un mortier renforcé de fibres de sisal soumises à un vieillissement alterné.	37
Figure II.3. (a) Faisceau de fibres, (b) Fibres lavées à l'eau distillée, (c) Fibres traitées au NaOH.....	43
Figure II-4. Hydroxyde de sodium NaOH.	44
Figure II-5. (a) traction de fibre, (b) courbe de traction de fibre.....	45
Figure II-7. (a) Malaxeur utilisé, (b) Table vibrante utilisée pour la confection des mortiers.	48

Figure II-8. (a) Moule utilisé, (b) Arasage du mortier et (c) Cure à l'air libre au laboratoire.	49
Figure II.9. Mesure d'étalement a table de choc.....	50
Figure II-10. Mesure de la masse volumique de bio-mortier.....	51
Figure II-11. Dispositif de mesure de l'air occlus.	51
Figure II-12. Préparation des échantillons pour les essais de flexion.	52
Figure II-13. Dispositif pour l'essai de flexion.	52
Figure II-14. La presse électromécanique de l'essai de flexion.	53
Figure II-15. Dispositif pour l'essai de compression.	53
Figure II-16. La presse électromécanique de l'essai de compression.....	54
Figure II-17. Appareil de mesure de propagation des ondes ultrasoniques.	55
Figure II-18 Photo de l'essai d'absorption par capillarité.....	56
Figure II-19 Dispositif de mesure de la porosité accessible à l'eau, (a) ébullition des éprouvettes, (b) four pour séchage, (c) Pesée hydrostatique.	58
Figure II. 20 Étapes de dégradation des mortiers par H ₂ SO ₄ : (a) état initial, (b) état après 90 jours	59
Figure II. 21 Traitement par DRX de fibre de WF non traitée.....	60
Figure II. 22 Traitement par DRX de fibre de WF traitée d'une durée de 4h.....	61
Figure II. 23 Traitement par FTIR de fibre de WFW à diffèrent de temps d'immersion en NaOH.....	62
Figure II. 24 Photos MEB de Fibre WFW.....	64
Figure III-1 Etalements des mortiers en fonction du % de la teneur de fibre et temps d'immersion.....	68
Figure III-2 Densité à l'état frais des bio-mortiers en fonction du pourcentage de la teneur de fibre et du temps d'immersion.....	69
Figure III-3 Teneur en air des mortiers témoins avec différents taux de fibres végétales.....	69
Figure III-4 Proportions volumiques des constituants des mortiers en fonction	70
Figure III-5 Résistances en compression des mortiers après 28 jours de cure à l'air libre.....	71
Figure III-6 Résistance en flexion des mortiers après 28 jours de cure à l'air libre.	72
Figure III-7 Courbe de comportement de flexion des différents mortiers étudiés.....	73
Figure III-8 Rupture en flexion de bio-mortiers renforcés avec (a) 1% de WFW, (b) 2% de WFW, et (c) 3% de WFW.	73
Figure III-9 Porosité accessible à l'eau des mortiers en fonction du pourcentage des fibres, %NaOH et du temps d'immersion.	74
Figure III-10 Cinétique d'absorption d'eau par capillarité des bio-mortiers ; a) bio-mortier témoin, b) bio-mortier de 1%WFW traitées, c) bio-mortier de 2%WFW traitées, d) bio-mortier de 3% WFW traitées.	75
Figure III-11 Vitesse de propagation des ultrasons dans les bio-mortiers.....	76
Figure III-12 Vitesse de propagation des ultrasons dans les bio-mortiers à base de 1% WFW traitées par NaOH.	77
Figure III-13 Vitesse de propagation des ultrasons dans les bio-mortiers à base de 2% WFW traitées par NaOH.	78
Figure III-14 Vitesse de propagation des ultrasons dans les bio-mortiers à base de 3% WFW traitées par NaOH.	78
Figure III-15 Perte de masse des bio-mortiers témoin non traitées.	79

Figure III-16 Perte de masse des bio-mortiers renforce par 1% WFW traitées.	80
Figure III-17 Perte de masse des bio-mortiers renforce par 2% WFW traitées.	80
Figure III-18 Perte de masse des bio-mortiers renforcés avec 3% WFW traitées.	81
Figure II. 20 Étapes de dégradation des mortiers par H ₂ SO ₄ : (a) état initial, (b) état après 90 jours et (c) état final après 175 jours.	82
Figure II. 21 Analyse thermogravimétrique ATG de mortier témoin.	82
Figure II. 22 Analyse thermogravimétrique ATG de mortier contenu de fibre.	83
Figure IV-1. Propriétés de flexion et de compression des mortiers renforcés par des WFW non traités et traités en fonction du pourcentage de WFW : (a) résistance à la flexion, (b) déplacement en flexion (c) résistance à la compression, et (d) déplacement en compression.	93
Figure IV-2. Graphiques normaux des résidus, des valeurs prédites en fonction des valeurs réelles et des résidus par rapport aux données d'exécution pour la résistance et le déplacement en flexion dans (a,b,c) et (d,e,f) ainsi que pour la résistance et le déplacement en compression dans (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.	98
Figure IV-3. Contours de surface des données WFW vs. NaOH, WFW vs. temps, et NaOH vs. temps de la résistance et du déplacement en flexion (a,b,c) et (d,e,f) ainsi que la résistance et le déplacement en compression (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.	99
Figure IV-4. Structure ANN des données sur les propriétés mécaniques des bio-mortiers à base de fibres de WFW : (a,b) Résistance et déplacement en flexion et (c,d) Résistance et déplacement en compression, respectivement.	100
Figure IV-8. Représentation 3D par RSM des données WFW vs NaOH, WFW vs. temps, et NaOH vs. temps de la résistance et du déplacement en flexion (a,b,c) et (d,e,f) ainsi que la résistance et le déplacement en compression (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.	106
Figure IV-9. Représentation 3D par ANN des données WFW vs NaOH, WFW vs. temps, et NaOH vs. temps de la résistance et du déplacement en flexion (a,b,c) et (d,e,f) ainsi que la résistance et le déplacement en compression (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.	107
Figure IV-10. Comparaison des valeurs réelles et prédites des bio-mortiers à base de WFWs : (a,b) résistance et déplacement en flexion et (c,d) résistance et déplacement en compression respectivement.	108
Figure IV-11. Meilleures caractéristiques pour les bio-mortiers fabriqués à base de WFW.	110
Figure IV-12. Les meilleures formulations des paramètres bio-mortiers produits et leurs résultats associés : (a,b) résistance et le déplacement en flexion et (c,d) résistance et le déplacement en compression respectivement.	111

Liste des Tableaux

Tableau I-1 : Les propriétés mécaniques des diverses fibres végétales.	15
Tableau I-2 : Structure chimique de diverses fibres végétales	16
Tableau I-3. Résultats des études sur les conséquences des traitements basiques sur les caractéristiques des fibres végétales.	21
Tableau II-1 Caractéristiques physico-mécaniques, minéralogiques et chimiques du ciment.	41
Tableau II-2 Propriétés physico-mécaniques des déchets bruts de WFW.	45
Tableau II-3 Composition chimique du NaOH utilisé dans cette recherche [3].	44
Tableau II-4 Composition des bio-mortiers en fonction du rapport Sable/Ciment g/cm ³	46
Tableau II-5 Formulation des différentes bio-mortiers.	47
Tableau II-6 classification de la qualité du béton en fonction des mesures de la vitesse d'impulsion ultrasonore.	55
Tableau IV-1. Elaboration des différents paramètres des tests avec leur niveau.	87
Tableau IV-2. Résultats des propriétés mécaniques et physiques des bio-mortiers.	90
Tableau IV-3. Plan expérimental et réponses prédites par ANN et RSM pour les essais de flexion et de compression des bio-mortiers.	92
Tableau IV-4. Résumé des modèles statistiques des réponses de résistance et du déplacement en flexion et de la résistance du déplacement en compression.	94
Tableau IV-5. Modèles mathématiques des propriétés mécaniques obtenues par la méthode RSM.	95
Tableau IV-6. Analyse de la variance des réponses de résistance et de déplacement en flexion, et de résistance et de déplacement en compression pour les bio-mortiers développés.	96
Table IV-7. Informations sur les performances des données pour les ANNs.	101
Tableau IV-8. Modèles mathématiques pour la résistance et le déplacement en compression et en flexion de divers matériaux bio composites générés avec la méthode ANN.	102
Figure IV-5. Comparaison des valeurs expérimentales et prédictives des données de formation, de validation et d'ensemble pour la résistance et le déplacement en flexion (a,b,c) et (d,e,f) et la résistance et le déplacement en compression (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.	103
Figure IV-6. Illustration graphique des erreurs ANN à l'aide d'un histogramme des bio-mortiers à base de WFW : (a,b) résistance et déplacement en flexion et (c,d) résistance et déplacement en compression, respectivement.	104
Figure IV-7. Variations de l'erreur quadratique moyenne en fonction des périodes pour les bio-mortiers à base de WFW : (a,b) résistance et déplacement en flexion et (c,d) résistance et déplacement en compression, respectivement.	105
Tableau IV-9. Les résultats statistiques pour le R^2 , MSE , $RMSE$ and $MAPE$ acquis pour les modèles de propriétés mécaniques par RSM et ANN.	108
Tableau IV-10. Contraintes des variables des bio-mortiers et leurs réponses.	109
Tableau IV-11. Solutions optimales des paramètres pour la fabrication des bio-mortiers avec leurs réponses.	110

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Au cours des récentes années, de nombreux secteurs industriels ont mis l'accent portant sur la durabilité et la prise de conscience de la préservation de l'environnement, incluant la science et l'ingénierie des matériaux. Un secteur d'intérêt spécifique est le développement de biocomposites verts dérivés de déchets naturels. Ces biocomposites offrent une voie prometteuse afin de diminuer les conséquences sur l'environnement, il est recommandé d'utiliser des ressources renouvelables et de créer une valeur ajoutée à partir de ce qui serait considéré comme un déchet. Les biocomposites sont constitués principalement d'une structure renforcée par des fibres ou des particules naturelles. Ils ont attiré l'attention en tant qu'alternatives aux composites traditionnels à cause de leur biodégradabilité, leur bas coût et leurs performances mécaniques potentiellement supérieures. En incorporant des déchets naturels comme renfort, les chercheurs explorent de nouvelles approches pour non seulement atténuer les problèmes liés à l'élimination des déchets, mais aussi créer des matériaux à valeur ajoutée dotés de propriétés souhaitables.

Le développement et la réalisation de biocomposites verts impliquent plusieurs étapes clés. Tout d'abord, les chercheurs doivent identifier les déchets naturels appropriés qui peuvent constituer des renforcements intéressants. Ces produits peuvent être des déchets agricoles, des sous-produits de la sylviculture, de déchets alimentaires et d'autres matériaux organiques. En réutilisant ces déchets, la production de biocomposites permet de contribuer à la diminution des déchets et de promouvoir des concepts économiques durables. Après avoir sélectionné les matériaux bruts, elles sont traitées pour en extraire des fibres, des particules ou d'autres formes adaptées au renforcement. Diverses techniques telles que l'extraction mécanique, les traitements chimiques et les processus enzymatiques peuvent être utilisées pour améliorer le maintien de l'adhésion des fibres à la matrice.

Pour la fabrication de composites écologiques, le choix d'un matériau de matrice appropriée, tel que le ciment, apporte une contribution essentielle à la performance globale et à la durabilité du composite. La sélection du type de ciment, sa composition et les circonstances de son durcissement ont une influence considérable sur les propriétés des mortiers produits. En outre, la cohérence entre les renforts naturels et la matrice est cruciale pour assurer une liaison optimale ainsi qu'une distribution uniforme des renforts dans la matrice du composite. Les biocomposites à base de ciment offrent plusieurs avantages, notamment une résistance élevée à la compression, une résistance au feu et une stabilité chimique. Ainsi, ils sont destinés à une large

gamme de travaux structuraux et non structuraux dans la construction.

La caractérisation des bio-matériaux cimentaires obtenus implique l'évaluation de leurs propriétés mécaniques, thermiques et morphologiques. Diverses méthodes, notamment les essais de traction et de flexion, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la microscopie électronique à balayage (MEB), et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), permettent d'obtenir des informations précieuses sur la composition et les caractéristiques de la matière. L'incorporation de fibres de *Washingtonia filifera*, également connues sous le nom de fibres de palmier du désert, dans les matériaux biocomposites cimentaires est un moyen prometteur d'améliorer la durabilité et les propriétés des matériaux de construction. Ces fibres, dérivées des feuilles du palmier du désert originaire du sud-ouest des États-Unis, offrent plusieurs avantages potentiels lorsqu'elles sont employées pour renforcer les composites cimentaires.

Tout d'abord, les fibres de *Washingtonia filifera* sont une ressource renouvelable et abondante, en particulier dans les régions où ces palmiers sont répandus. Le renforcement des mortiers à base ciment par les fibres naturelles réduit la dépendance à l'égard de ressources non renouvelables telles que l'acier ou les fibres synthétiques, ce qui favorise le développement durable et réduit les répercussions sur l'environnement. En deuxième temps, les fibres de *Washingtonia filifera* possèdent des propriétés mécaniques inhérentes qui peuvent améliorer les propriétés des mortiers cimentaires. Ces fibres sont caractérisées par leur capacité à résister à la traction et leur rigidité élevées, qui peuvent améliorer la résistance aux fissures et la ductilité du matériau composite. En comblant efficacement les microfissures qui se forment dans la matrice de ciment, ces fibres peuvent contribuer à atténuer la propagation des fissures et à améliorer la durabilité globale du bio-composite.

De ce fait, le recours aux fibres de *Washingtonia filifera* permet d'améliorer les propriétés d'isolation thermique et acoustique des matériaux cimentaires. La nature fibreuse de ces renforts crée des vides d'air dans le composite, ce qui améliore l'isolation thermique et l'absorption acoustique. Cela peut être particulièrement avantageux dans les applications où le confort thermique et la réduction du bruit sont des considérations importantes, comme dans la construction de bâtiments ou les projets d'infrastructure. Outre leurs propriétés mécaniques et thermiques, les fibres de *Washingtonia filifera* peuvent également offrir des avantages environnementaux lorsqu'elles sont incorporées dans des bio-composites à base de ciment. En tant que matériau naturel et biodégradable, ces fibres contribuent à l'économie circulaire en

réduisant les déchets et en favorisant l'utilisation de ressources durables. En outre, leur faible énergie intrinsèque et leur empreinte carbone en font une alternative respectueuse de l'environnement aux matériaux de renforcement traditionnels.

Néanmoins, pour intégrer avec succès les fibres de *Washingtonia filifera* dans les biocomposites à base de ciment, il est indispensable de tenir compte d'un certain nombre de facteurs, comme la densité des fibres et le traitement de leur surface. Une dispersion et une liaison correcte entre la matrice cimentaire et les fibres sont importantes pour garantir des propriétés mécaniques optimales et des performances à long terme du matériau composite. Traiter les fibres de *Washingtonia filifera* au moyen d'hydroxyde de sodium (NaOH) constitue par ailleurs une approche prometteuse pour améliorer leur aptitude à servir de renforts dans les bio-composites verts et durables. Ce traitement chimique, connu sous le nom de prétraitement alcalin, offre plusieurs avantages significatifs qui contribuent à la performance globale et à la durabilité environnementale des matériaux bio-composites obtenus.

Tout d'abord, le traitement au NaOH élimine efficacement les composants non celluloseux en particulier l'hémicellulose et la lignine présentes dans la fibre. Cette opération porte le nom de "délicéification", permet d'obtenir une structure de fibre plus purifiée et riche en cellulose. En conséquence, le traitement des fibres améliore les propriétés mécaniques, en particulier leur résistance et leur rigidité à la traction. Cette amélioration des propriétés s'est traduite par un renforcement plus important au sein de la matrice du bio-composite, ce qui améliore la solidité, la durabilité et la résistance aux fissures du matériau final.

De plus, le traitement alcalin modifie la chimie de surface des fibres de *Washingtonia filifera*, ce qui favorise une meilleure adhésion et une meilleure liaison avec la matrice cimentaire dans le bio-composite. L'élimination de la lignine et d'autres composants non celluloseux expose une plus grande proportion de liaisons hydroxyle sur la paroi des fibres, facilitant ainsi les interactions avec la matrice cimentaire hydrophile. Cette meilleure liaison interfaciale améliore le passage des charges entre la matrice et les fibres, permettant ainsi de produire un matériau bio-composite plus homogène et structurellement plus robuste.

Dans un autre point de vue, avec le traitement au NaOH, la cohésion de la matrice avec les fibres de *Washingtonia filifera* est assurée par une augmentation de la rugosité de la surface de ces fibres. Ces modifications structurelles créent une plus grande surface d'adhésion et d'imbrication mécanique entre les fibres et la matrice, ce qui renforce encore le lien entre les deux phases. Par conséquent, les fibres traitées sont mieux intégrées dans le bio-composite à base

de ciment, ce qui améliore les propriétés mécaniques et les performances globales du matériau.

En définitive, l'utilisation de fibres de *Washingtonia filifera* traitées au NaOH contribue à la durabilité et au respect de l'environnement du matériau bio-composite. En utilisant une ressource naturelle et renouvelable comme renfort et en recourant à un processus de traitement chimique respectueux de l'environnement, le bio-composite obtenu offre une alternative plus écologique aux matériaux de construction conventionnels. Cela correspond à la demande croissante de solutions de construction écologiques et durables qui minimisent l'impact sur l'environnement et favorisent l'efficacité des ressources.

Le travail que nous avons élaboré a mis en évidence un ensemble des caractérisations physico-mécaniques pour bien juger que le mortier renforcé par fibres de tronc de *Washingtonia filifera* a un rôle crucial dans l'ingénierie de construction moderne. Une analyse basée sur des méthodes statistiques ont été exploitée afin d'extraire le meilleur pourcentage des fibres et leurs concentrations alcalines favorisées avec le temps idéal d'immersion.

Le premier chapitre passe en revue la bibliographie sur les divers genres de fibres, notamment les fibres végétales, leurs processus de traitement et les caractéristiques des matériaux composites contenant des fibres.

Le second chapitre présente les divers matériaux et méthodes employés pour la réalisation des essais, ainsi que sur la description des tests réalisés. Dans ce chapitre, nous abordons la caractérisation des matériaux employés, en l'occurrence le traitement des fibres et la description des normes adoptées, en vue de l'élaboration d'un schéma synoptique des matériaux exploités dans le cadre de cette recherche.

Le troisième chapitre est consacré aux analyses et discussions détaillées des résultats expérimentaux obtenus dans le but de démontrer le succès de l'utilisation de *Washingtonia filifera* comme renforcement d'une matrice en ciment portland.

Le dernier chapitre est consacré à une analyse statistique sur la base de la méthodologie de surface de réponse et du réseau neuronal en vue de réaliser une prédiction afin d'optimiser les paramètres influençant les caractéristiques des nouveaux bio-composites à matrice cimentaire. Nos investigations ont conduit à sélectionner les meilleurs paramètres d'influence mentionnés sur les propriétés physiques et mécaniques des bio-composites.

Cette étude est terminée avec une conclusion générale résumant ainsi les principales observations recueillies au cours de la recherche et une recommandation spécifique portant sur la valorisation des travaux menés dans le cadre de cette étude.

CHAPITRE I:

Etude bibliographique

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 INTRODUCTION

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique, organisé en trois sections. La première section de notre étude consiste à définir les caractéristiques générales des fibres végétales. Ensuite, notre attention se porte sur la fibre *Washingtonia filifera*, qui est l'objet spécifique de cette étude, et nous procédons à un examen approfondi de ses caractéristiques distinctives.

Dans la seconde partie, nous nous intéressons aux propriétés des mortiers ciment-fibres. En premier lieu, nous elucidons l'utilisation des fibres synthétiques dans les bétons et mortiers renforcés de fibres utilisés aujourd'hui dans l'industrie de la construction. Par la suite, nous présentons les caractéristiques des composites qui ont recours à des matériaux cimentaires renforcés par des fibres d'origine végétale.

La dernière partie de ce chapitre est consacrée à la durabilité des composites à base de ciment et de fibres d'origine végétale. Cette facette revêt une importance primordiale dans l'avancement continu de ces matériaux. Pour améliorer le comportement de ces composites à long terme, nous examinons les méthodologies proposées dans la documentation existante, fondée sur les résultats expérimentaux des recherches ultérieures.

I.2 GÉNÉRALES SUR LES FIBRES

1.2.1 Les fibres naturelles

La fibre naturelle est un élément fondamental de notre vie quotidienne, dérivé des ressources offertes par la nature. Ces fibres, issues des règnes végétal et animal, ont été essentielles à l'évolution des civilisations humaines pendant des millénaires. Les fibres végétales, à l'instar du coton, du lin et du chanvre, apportent une durabilité et une polyvalence, les positionnant comme des composants clés dans la fabrication de textiles, de papier et de cordages. D'un autre côté, les fibres animales telles que la soie, la laine et le cachemire, offrent une combinaison incomparable de douceur, de chaleur et de luxe.

Les fibres naturelles se subdivisent en différentes catégories selon leur origine, qu'elles proviennent de minéraux d'animaux ou de végétaux. On qualifie souvent les fibres d'origine végétale du terme "cellulosique", car elles sont principalement composées de cellulose, substance présente au niveau des membranes cellulaires de la plante. Quant aux fibres d'origine animale, elles sont appelées "fibres protéiques" car elles se composent

essentiellement de protéines. Enfin, les fibres provenant de minéraux, telles que l'amiante, sont classées dans la catégorie minérale en raison de leur composition minérale distincte [1,2]. La **Figure I-1** présente la classification des principaux composants de la fibre végétale. En effet, les fibres végétales peuvent provenir de plusieurs composants d'une plante. Les sources de ces fibres sont constituées par les graines (poils), la tige (fibres du tronc), le fruit (enveloppe) ou le feuillage.

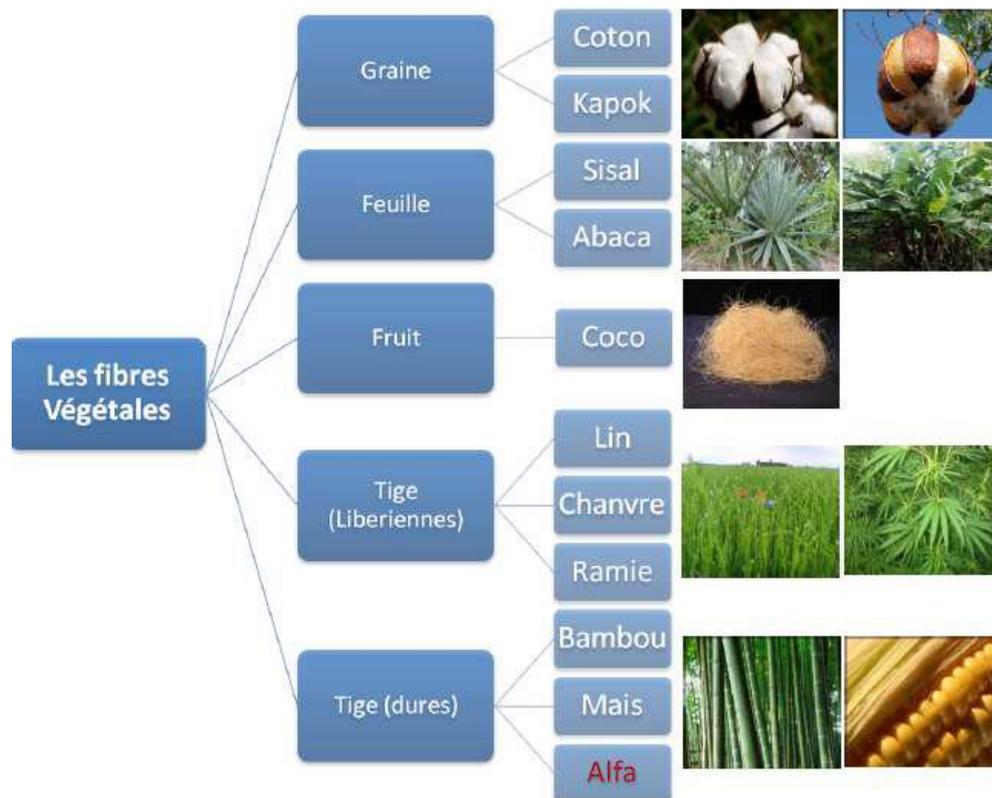


Figure I-1: Classement des divers genres de fibres végétales [3].

Aujourd'hui, les chercheurs s'efforcent de créer des matériaux pour la construction qui soient écologiques, souvent qualifiés de "respectueux de l'environnement", dans le contexte de la recherche de solutions durables. Les fibres végétales issues de la sylviculture ou de l'agriculture sont désormais une alternative intéressante aux fibres conventionnelles telles que l'amiante, le verre, l'aramide et le carbone. L'adoption des fibres végétales est en constante augmentation en raison de plusieurs avantages qu'elles offrent : leur basse densité comparée à celle des fibres de verre, leur caractère renouvelable, leur coût abordable, ainsi que leurs propriétés mécaniques élevées, notamment en termes de résistance en traction. En outre, la présence de végétaux fibreux des pays en développement garantit la production de fibres à partir d'une technologie minimale et d'une énergie grise peu élevée. La structure poreuse des fibres végétales leur confère en outre une grande efficacité en termes d'isolation thermique et

acoustique. Leur flexibilité facilite également leur manipulation, en particulier lorsque le taux de fibres incorporées à la matrice est important, à la différence d'autres variétés de fibres telles que celle d'acier. Elles peuvent être intégrées dans des matrices diverses en vue de créer des matériaux respectueux de l'environnement, de faible poids et d'un bon rapport coût/efficacité.

Une fibre végétale adopte la forme d'une structure cellulaire allongée, composée principalement de cellulose, lignines, pectines et hémicelluloses. Elle peut se présenter isolée ou groupée avec d'autres fibres. Quand elle est agencée aux autres fibres, une fibre individuelle participe à la constitution d'un faisceau de fibres, comme représenté dans la **Figure I-2**. Dans ce faisceau, la cohésion des fibres est principalement assurée par les hémicelluloses et les pectines, comme mis en évidence par [4]. Selon Olesen et Plackett en 1999 [5], les fibres végétales ont une longueur considérable par rapport à leur diamètre, souvent comprise entre 50 et 100.

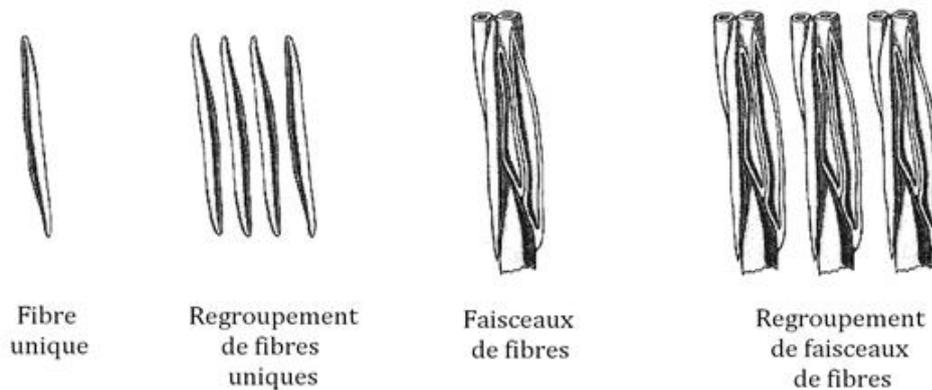


Figure I-2 : Classement relatif aux différentes fibres naturelles animales et végétales [6].

La fibre végétale offre des avantages environnementaux significatifs : elle est renouvelable chaque année, biodégradable, recyclable et ne générant pas d'empreinte carbone nette. Du point de vue écologique, son utilisation est justifiée, bien que divers traitements auxquels elles sont soumises puissent influencer leur taux de décomposition. Les propriétés mécaniques et physiques des fibres naturelles varient largement en fonction de leur source. Par exemple, la laine de mouton offre d'excellentes propriétés thermiques mais présente des performances mécaniques relativement modestes [7]. La croissance des plantes a un effet significatif sur leurs caractéristiques techniques et sur la variabilité de leurs fibres. Par conséquent, il est crucial de décrire autant que possible les conditions pédoclimatiques qui ont prévalu pendant toute la durée du cycle de croissance. En outre, il est crucial d'adapter le processus d'extraction à l'emplacement des fibres au sein de la plante et à l'usage prévu, afin d'utiliser pleinement le potentiel des fibres [8].

L'ajout de fibres végétales dans les matériaux composites offre un certain nombre d'avantages. Pour commencer, cela permettrait d'exploiter une ressource disponible à l'échelon local. De plus, ces fibres sont souvent disponibles à un prix inférieur à celui des fibres artificielles. Par ailleurs, l'ajout du végétal dans les composites, par rapport aux composites conventionnels, réduit l'impact environnemental parce qu'ils sont constitués de matériaux bruts recyclables, biodégradables, avec un bilan carbone neutre et nécessitent peu d'énergie [9].

1.2.2 Structure chimique des fibres végétales

La composition chimique des fibres végétales a une influence majeure sur leur durabilité, en particulier dans les environnements alcalins. La constitution chimique des fibres végétales est composée de différents composants organiques et ligno-cellulosiques dont les plus importants étant l'hémicellulose, la cellulose, la lignine, les lipides, la pectine, les protéines et les sucres :

1.2.2.1 Cellulose :

Le principal composant des membranes cellulaires des plantes est la cellulose. Il s'agit d'un polysaccharide linéaire formé de chaînes de glucose. Des liaisons glycosidiques relient les molécules de cellulose entre elle pour former des microfibrilles qui confèrent résistance et rigidité aux parois cellulaires (**Figure I-3**).

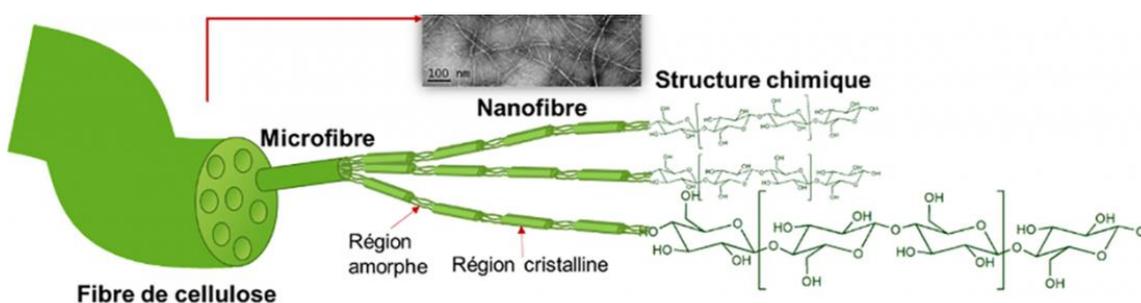


Figure I-3: Les principales composantes de la cellulose [10].

1.2.2.2 Hémicellulose :

On appelle hémicelluloses les polysaccharides complexes, contrairement à la cellulose, sont plus ramifiées et composées de divers monomères de sucres tels que le glucose, le xylose, l'arabinose, etc. Elles contribuent à la structure amorphe des parois cellulaires et jouent un rôle dans la liaison des fibres végétales (**Figure I-4**).

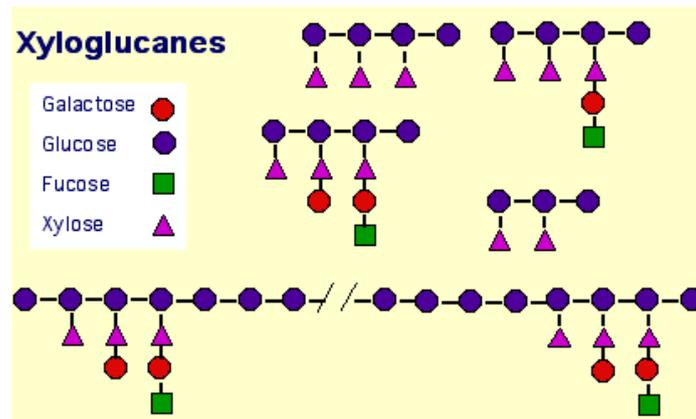


Figure I-4: Composition chimique de la chaîne de l'hémicellulose.

1.2.2.3 Lignine :

Ce polymère résistant et complexe assure la rigidité des parois cellulaires. Elle est composée de différents monomères phénoliques et offre une résistance aux micro-organismes décomposeurs. La lignine donne aux fibres végétales leur caractère fibreux et les rend plus rigides.

1.2.2.4 Lipides :

Les lipides présents dans les fibres végétales peuvent inclure des huiles, des graisses et d'autres composés lipidiques. Ces lipides peuvent contribuer à la résistance et à la flexibilité des fibres.

1.2.2.5 Pectine :

La pectine est une substance complexe formée de polysaccharides contenant des acides galacturoniques. Elle a des propriétés gélifiantes et est souvent présente dans les parties des plantes qui ont une texture gélatineuse, comme les fruits.

1.2.2.6 Protéines :

Les protéines peuvent également être présentes dans les fibres végétales, bien que leur concentration puisse varier. Elles peuvent contribuer à la structure et à d'autres propriétés des fibres.

1.2.2.7 Sucres :

Des molécules de sucre sont présentes dans toute la structure, représentées comme des petites unités sucrées dispersées à divers endroits.

Ces composants forment une structure fibreuse complexe, dont le composant central est

la cellulose, entourée d'autres éléments qui contribuent à la diversité des propriétés mécaniques et physiques de la fibre.

En effet, ce sont les fibrilles de cellulose, reliées entre elles par une matrice constituée essentiellement d'hémicellulose et de lignine, qui constituent la base des composites à base de fibres végétales (**Figure I-5**). L'angle de micro fibrille [2] est l'angle selon lequel les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice. Le climat, l'âge et le processus de digestion influencent la structure et la constitution chimique des fibres [1].

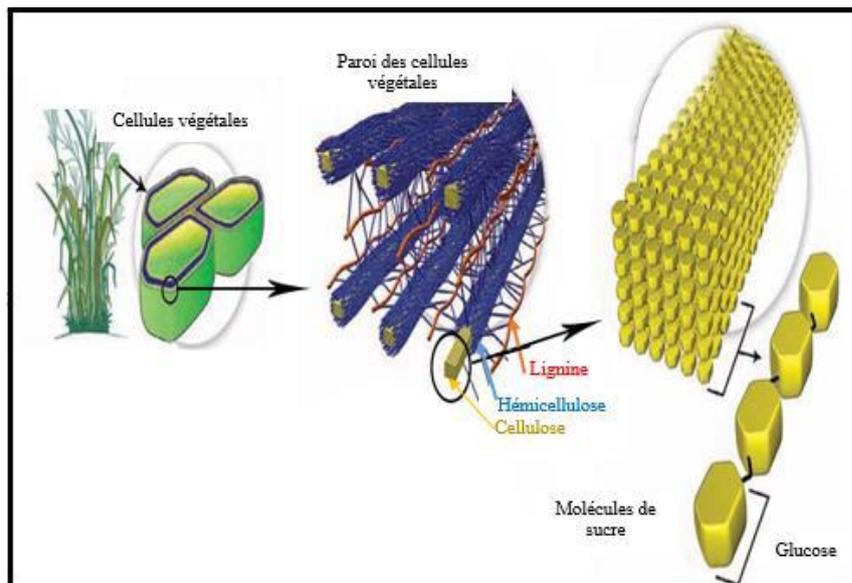


Figure I-5 : Composition et constitution d'une structure de la paroi des végétaux [11].

I.2.3. Composition de la fibre végétale

A l'intérieur d'une plante, les fibres sont typiquement disposées en agglomérats, ce qui leur donne une forme polygonale caractéristique [2]. La fibre naturelle est constituée, à l'échelle du microscope (**Figure I-6**), par une couche extérieure appelée paroi primaire, qui entoure une autre couche, appelée paroi secondaire, formée par trois épaisseurs S1, S2 et S3, la reliant ainsi au lumen [12]. Chaque paroi est composée de microfibrilles en cellulose cristalline reliées par de l'hémicellulose et de la lignine, substances à caractère amorphe, et par leur orientation, représentée par la valeur de l'angle hélicoïdal ou micro fibrillaire (θ) [1].

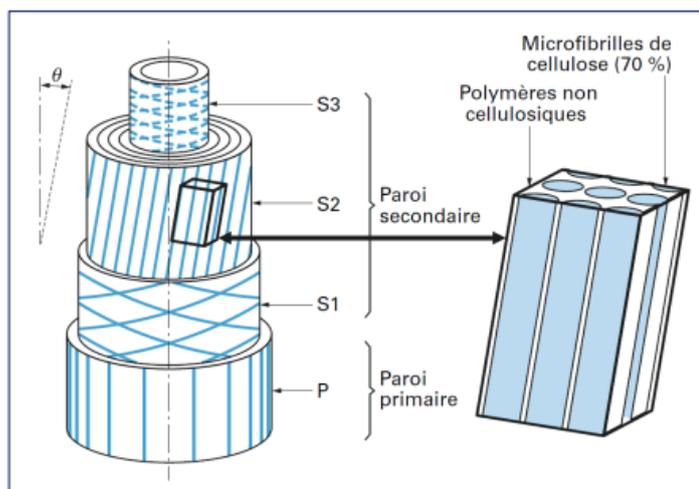


Figure I-6 : La texture d'une fibre végétale [2].

Pour examiner la microstructure des fibres, on recourt à des méthodes telles que la microscopie électronique à transmission (MET) et la microscopie électronique à balayage (MEB). La **Figure I.7** illustre un échantillon de fibres de palmier observé au MEB. Il est notable que la morphologie des fibres en surface diffère selon qu'elles ont été traitées ou non. En particulier, la **Figure I.7a** révèle qu'avant le traitement, les fibres sont largement recouvertes par une substance blanche organique (lignine), due en grande partie au processus dans lequel s'est déroulée l'extraction. Dans les **Figures I-7b** et **I-7c** les fibres sont traitées avec 0,5 % et 1 % au NaOH durant 12 heures, montrant des surfaces moins rugueuses par comparaison avec les fibres non traitées. En revanche, la **Figure I.7d** met en évidence la fibre traitée avec 3 % de NaOH pendant 12 heures, montrant clairement un effet distinct.

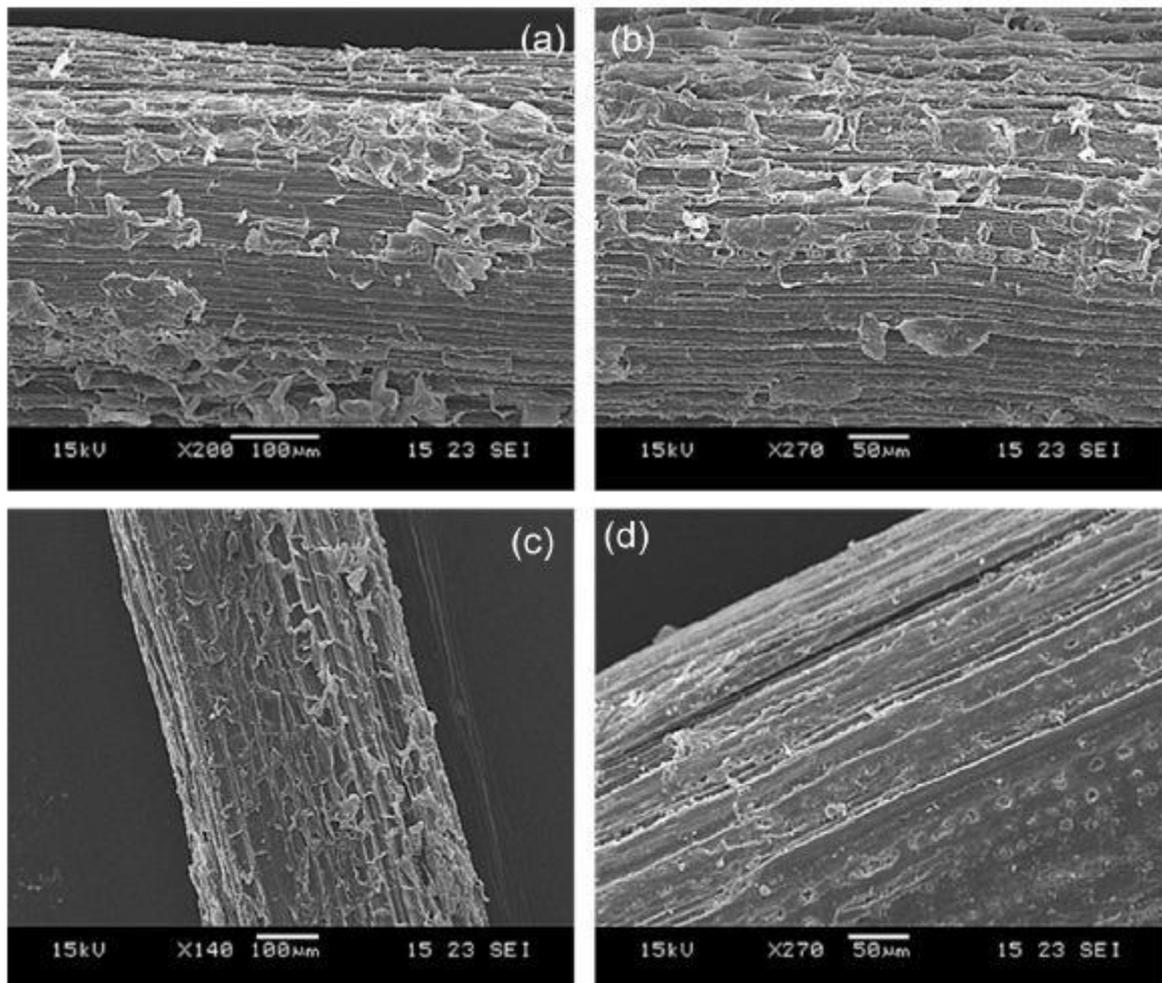


Figure I-7 : Photos MEB (a, b) Fibres traitées par NaOH-12h à 0,5% et non traitées (c, d) Fibres traitées par NaOH-12h à 1% et 3% [13].

1.2.4 Propriétés physiques, chimiques, et mécaniques des fibres végétales

La composition chimique et physique des fibres naturelles, comme la composition de la fibre, le taux de cellulose, la position des microfibrilles, la section transversale et le stade de polymérisation, détermine principalement les propriétés physiques des fibres naturelles. En outre, les fibres sont plus résistantes et plus rigides lorsque la teneur en cellulose augmente et que l'angle des microfibrilles diminue. Ainsi, la résistance à la traction des fibres naturelles à forte teneur en cellulose et à faible angle micro fibrillaire est plus élevée que celle des fibres à faible teneur en cellulose et à angle spiralé élevé **Tableaux I-1** et **I-2** illustrent les caractéristiques mécaniques et les compositions chimiques des diverses fibres végétales qui servent de renfort aux matériaux composites [14].

Tableau I-1 : Les propriétés mécaniques des diverses fibres végétales [14].

Type de fibre	Densité (g/cm ³)	Longueur (mm)	Résistance à la traction (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Allongement (%)
Abaca	1.5	–	400–980	6.2–20	1.0–10
Alfa	0.89	–	35	22	5.8
Bagasse	1.25	10–300	222–290	17–27.1	1.1
Bambou	0.6–1.1	1.5–4	140–800	11–32	2.5–3.7
Banane	1.35	300–900	500	12	1.5–9
Coir	1.15–1.46	20–150	95–230	2.8–6	15–51.4
Coton	1.5–1.6	10–60	287–800	5.5–12.6	3–10
Ananas	1.4	35	87–1150	11.8–96	1.3–4.9
Lin	1.4–1.5	5–900	343–2000	27.6–103	1.2–3.3
Chanvre	1.4–1.5	5–55	270–900	23.5–90	1–3.5
Agave	1.2	–	430–570	10.1–16.3	3.7–5.9
Isora	1.2–1.3	–	500–600	–	5–6
Jute	1.3–1.49	1.5–120	320–800	8–78	1–1.8
Kénafe	1.4	–	223–930	14.5–53	1.5–2.7
Ortie	–	–	650	38	1.7
Palmier à huile	0.7–1.55	–	80–248	0.5–3.2	17–25
Ramie	1.0–1.55	900–1200	400–1000	24.5–128	1.2–4.0
Sisal	1.33–1.5	900	363–700	9.0–38	2.0–7.0

Tableau I-2 : Structure chimique de diverses fibres végétales [14].

Type de fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Cires (%)	Angle microfibrillaire (°)
Abaca	56–63	20–25	7–13	1	3	–
Alfa	45.4	38.5	14.9	–	2	–
Bagasse	32–55.2	16.8	19–25.3	–	–	–
Bambou	26–65	30	5–31	–	–	–
Banane	63–67.6	10–19	5	–	–	–
Coir	32–43.8	0.15–20	40–45	3–4	–	30–49
Coton	82.7–90	5.7	< 2	0–1	0.6	–
Ananas	70.7–73.6	9.9	7.5–11.1	–	–	–
Lin	62–72	18.6–20.6	2–5	2.3	1.5–1.7	5–10
Chanvre	68–74.4	15–22.4	3.7–10	0.9	0.8	2–6.2
Agave	60–77.6	4–28	8–13.1	–	0.5	–
Isora	74	–	23	–	1.09	–
Jute	59–71.5	13.6–20.4	11.8–13	0.2–0.4	0.5	8.0
Kénafe	31–72	20.3–21.5	8–19	3–5	–	–
Ortie	86	10	–	–	4	–
Palmier à huile	60–65	–	11–29	–	–	42–46
Ramie	68.6–85	13–16.7	0.5–0.7	1.9	0.3	7.5
Sisal	60–78	10.0–14.2	8.0–14	10.0	2.0	10–22

1.2.5. Présence des fibres végétales en Algérie

La présence des fibres végétales en Algérie dépend de divers paramètres tels que le climat, la géographie et les pratiques agricoles. Parmi les exemples de fibres végétales potentiellement disponibles en Algérie, on peut citer l'alfa, le palmier dattier, le lin, le chanvre et le coton. L'Algérie est un pays du Maghreb dont les hauts plateaux, les collines et les régions sahariennes abritent une végétation abondante : pins, coton, lin, alfa, liège, palmier-dattier et doum. Voici quelques exemples de fibres végétales qui pourraient être disponibles en Algérie, bien que cela ne soit pas une liste exhaustive :

- **Fibres d'alfa (*Stipa tenacissima*)** : L'alfa, également connue sous le nom d'esparto, est une plante qui pousse dans les régions arides et semi-arides du pourtour méditerranéen, y compris en Algérie. Les fibres d'alfa sont traditionnellement utilisées pour la fabrication de cordes, de tapis et d'autres produits artisanaux.
- **Fibres de palmier** : Les palmiers, tels que le palmier dattier, sont répandus en Algérie. Les fibres provenant des feuilles de palmier peuvent être utilisées dans la production d'artisanat, de paniers et d'autres produits.
- **Fibres de cactus** : Certains types de cactus présents en Algérie peuvent fournir des fibres utilisées localement pour la fabrication d'articles artisanaux.
- **Fibres de lin et de chanvre** : Bien que ces cultures ne soient peut-être pas aussi répandues que dans d'autres régions, la culture du lin et du chanvre pourrait être réalisable en Algérie, fournissant ainsi des fibres pour des utilisations textiles.
- **Autres fibres locales** : En fonction de la végétation spécifique à certaines régions d'Algérie, d'autres fibres végétales pourraient également être disponibles, telles que celles provenant de plantes sauvages ou cultivées localement.

L'Algérie est le sixième producteur mondial de liège, avec une production annuelle d'environ 6 000 tonnes [12]. De plus, en Algérie, 4 millions d'hectares d'alfa sont cultivés. Les palmiers dattiers sont au nombre de dix millions en Algérie, ce qui constitue par ailleurs une donnée importante [15]. Il est important de noter que l'abondance des fibres végétales peut varier d'une région à l'autre en fonction des conditions environnementales et des pratiques agricoles locales. Les initiatives de recherche et de développement peuvent également jouer un rôle dans la promotion de l'utilisation durable des fibres végétales en Algérie.

1.2.6. Techniques d'extraction des fibres végétales

Dans le contexte présent, il est essentiel de mentionner les méthodes d'extraction propres à différentes fibres végétales, telles que celles du bambou et de l'alfa. Cette démarche

permettra une meilleure compréhension des techniques d'extraction. Les procédés actuellement prédominants pour la séparation des fibres sont représentés de manière schématique dans le diagramme de la **Figure I-8**.

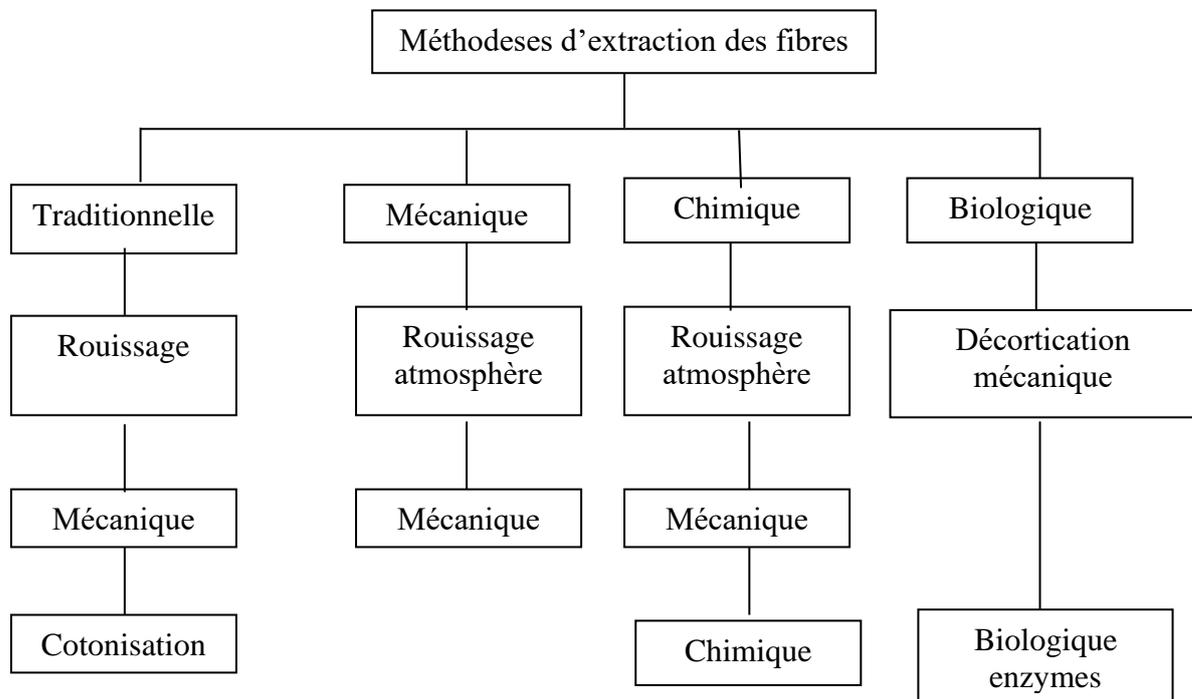


Figure I-8: Représentation schématique des techniques d'extraction des fibres des plantes [16].

Les procédés d'extraction des fibres des plantes dépendent de la provenance de ces dernières. Voici quelques-unes des méthodes généralement adoptées pour récupérer les fibres végétales des différentes plantes:

- **Défilage mécanique** : Ce procédé est très répandu pour les fibres telles que le chanvre, le lin et le jute. Cette méthode fait appel à des machines qui détachent les fibres des troncs de la plante par des opérations mécaniques comme le battage ou le peignage et le broyage.
- **Retting** : Le rouissage est une méthode utilisée pour retirer les fibres de plantes telles que le lin. Elle consiste à tremper les tiges dans l'eau afin de rompre le tissu qui entoure les fibres. Le retting peut être effectué à l'eau, au sol ou à l'eau courante.
- **Macération** : La macération est un processus similaire au retting, mais il implique souvent l'utilisation de solutions chimiques ou d'enzymes pour ramollir le tissu environnant les fibres. Ce procédé est notamment appliqué à des fibres telles que la ramie.
- **Peeling** : Certaines fibres, comme celles du bambou, peuvent être extraites en

épluchant la tige de la plante. Ce processus implique généralement le retrait des couches externes pour révéler les fibres internes.

- **Extraction à chaud** : Certains procédés utilisés pour l'extraction des fibres, comme ceux des fibres de coco, nécessitent de la chaleur pour séparer les fibres des autres éléments composant le végétal.
- **Cardage** : Le cardage est un processus qui implique le peignage des fibres pour les aligner dans une direction spécifique. C'est souvent utilisé après le défibrage mécanique pour améliorer la qualité des fibres.
- **Séparation manuelle** : Dans certains cas, La méthode de sélection manuelle des fibres est pratiquée, en particulier pour les plantes à fibres courtes. Les fibres sont séparées à la main de la tige des plantes.

Les méthodes spécifiques dépendent de la source végétale et des spécifications des fibres désirées, telles que la solidité, la finesse et la longueur . Les avancées techniques et les recherches ne cessent d'apporter de nouveaux progrès dans le processus de production des fibres végétales.

1.2.7. Procédés de traitement des fibres des plantes

Les fibres naturelles présentent des groupements de type hydroxyle libres en surface, issues de l'hémicellulose et de la pectine, ce qui les confère une nature hydrophile. En outre, la présence de pectine et de substances cireuses sur la fibre brute entraîne la formation d'une barrière qui recouvre les groupes fonctionnels réactifs, limitant ainsi l'adhérence entre la matrice et les fibres. Cela a un effet sur la transmission des sollicitations mécaniques au sein des composites.

Cependant, l'une des principales difficultés associées à leur utilisation comme renforcement dans une matrice de ciment réside dans leur capacité à capter l'eau. Ces difficultés risquent de nuire à la durabilité des composites fabriqués à partir de fibres végétales.

Imprégner les fibres d'agents hydrofuges est une solution permettant d'atténuer efficacement ces problèmes. Cette méthode consiste à traiter les fibres avec des substances hydrofuges, souvent des composés chimiques, qui réduisent la rétention d'eau des fibres. Ce traitement produit une barrière protectrice qui entoure les fibres, minimisant ainsi l'absorption d'eau et les impacts néfastes qui en découlent. Les bénéfices de cette imprégnation des fibres avec des agents hydrofuges sont les suivants :

- Diminution de la capacité d'absorption de l'eau : La présence d'agents hydrofuges

réduit la tendance des fibres à absorber de l'eau, ce qui contribue à stabiliser leurs dimensions et à prévenir la formation de microfissures.

- Amélioration de la durabilité : En réduisant l'instabilité dimensionnelle et en minimisant la ZTI poreuse, l'imprégnation hydrofuge contribue à améliorer la durabilité des composites fibres-ciment.
- Optimisation des caractéristiques mécaniques : En minimisant les effets néfastes de l'eau sur les fibres, le traitement hydrofuge permet de maintenir les propriétés mécaniques des fibres et d'optimiser leur intégration dans la matrice de ciment.

La nature biodégradable des fibres dans la matrice à ciment, qui conduit à la destruction totale ou incomplète des substances amorphes composant les fibres, conduit également à la création d'une porosité importante dans la structure du composite, notamment au voisinage des fibres, ce qui peut altérer la liaison entre la matrice cimentaire et les fibres, diminuant la durabilité des bio composites constitués de fibres végétales. Cette détérioration bloque l'hydratation du ciment à un stade précoce, empêchant le durcissement des composites à long terme et conduisant à une combinaison médiocre de la fibre et de la matrice. Pour relever ces défis, il faut absolument traiter les fibres afin de réduire leur dégradabilité. Les traitements appropriés consistent en des revêtements protecteurs, des produits chimiques, ou d'autres procédés visant à minimiser la décomposition des fibres dans la matrice à base de ciment. Ces traitements visent à stabiliser la structure des fibres, à prévenir la dissolution des matériaux non celluloseux et à maintenir une adhérence optimale entre la matrice cimentaire et la fibre.

En résumé, le traitement des fibres végétales apparaît comme une étape cruciale pour surmonter les problèmes liés à leur biodégradabilité et assurer la longévité des matériaux composites constitués de fibres végétales au sein d'une matrice cimentaire. Par ailleurs, le recours à des agents chimiques pour traiter les fibres végétales contribue grandement à améliorer l'adhérence des fibres à la matrice dans les bio composites [17,18]. Une cohésion interfaciale optimale est essentielle pour garantir de bonnes performances mécaniques, une faible porosité et une durabilité améliorée des composites renforcés par des fibres végétales. Le traitement des fibres par voie chimique influence ces aspects :

- Augmentation de la stabilité face à l'humidité en réduisant leur caractère hydrophile, principalement par l'élimination de l'hémicellulose. Cela rend les fibres moins sensibles à l'humidité environnante.
- Élimination de l'hémicellulose, permettant à la cellulose fibrillaire une plus grande liberté de déplacement dans le plan de la déformation en traction. Ce changement

augmente et la capacité de résistance en traction.

- Diminution progressive de la teneur en lignine.
- Suppression des cires, des huiles et des impuretés susceptibles de revêtir la surface de la fibre. Les fibres sont ainsi plus rugueuses et plus nettoyées, ce qui favorise leur adhésion à la matrice.
- Optimisation des caractéristiques mécaniques par une adhésion plus forte
- Prolongation de la durabilité des composites, le rendant plus résistant aux conditions environnementales et aux contraintes mécaniques.

En outre, il convient de noter que le recours à un traitement basique des fibres végétales, en particulier à des fortes doses de NaOH, provoque une délignification importante de la fibre, ce qui l'affaiblit et l'abîme, comme souligné dans les travaux [17]. Le **Tableau I-3** présente les résultats des recherches sur les conséquences des traitements basiques sur les propriétés des fibres végétales.

Tableau I-3. Résultats des études sur les conséquences des traitements basiques sur les caractéristiques des fibres végétales.

Fibres	Traitements utilisés	Conclusions	Références
<i>Palmier dattier</i>	- Traitement alcalin avec des solutions de 0,5 à 5 % de NaOH à 100°C durant 1 heure.	- 1 %, ce qui améliore la contrainte en la traction des fibres de 290 % comparé à la fibre non traitée. - Le traitement HCl réduit la contrainte de traction de 50% environ.	[19]
<i>Agave americana L.</i>	-Alcalinisation à 30°C pendant 1 heure avec des concentrations de 1 à 30 % de NaOH.	- Des concentrations de NaOH jusqu'à 2% accroissent l'indice de cristallinité de la fibre ; une réduction est observée au-delà de ce taux.	[20]
<i>Palmier dattier</i>	- Traitement alcalin à l'aide de solutions de NaOH de 0 à 9 % durant 24 heures sous température ambiante.	- 6 % est le taux optimal, à partir duquel les fibres se détériorent. - 6 % de NaOH permet d'obtenir une résistance maximale en traction.	[21]
<i>Balles de riz</i>	-Traitement en milieu basique avec du NaOH à 4 % pendant 2 heures.	- Élimination efficace de l'hémicellulose, réduite de 33 % à 12 % en poids. - Augmentation de 47 % à 50 % du taux de cristallinité.	[22]
<i>Noix de Palmier à huile</i>	- Alcalinisation avec 2 % de NaOH durant 30 minutes sous température ambiante.	- Amélioration de la contrainte en traction passant de 52 à 64 MPa.	[23]

<i>Jute</i>	- Alcalinisation avec des teneurs de 0,5 à 18% de NaOH à diverses températures et temps.	- La contrainte en traction et l'allongement en rupture ont augmenté en fonction du traitement, jusqu'à atteindre des hausses de 50 % et 54 % pour une concentration de NaOH de 4 %.	[24]
<i>Lin</i>	- Alcalinisation à 23°C pendant 20 minutes à des concentrations de 1 à 10% de NaOH.	- Les propriétés mécaniques optimales sont obtenues avec une concentration de 1% de NaOH, présentant une contrainte de 702 MPa et un module d'élasticité de 44,3 GPa.	[25]

I.2.8. Les fibres végétales des palmiers *Washingtonia filifera*

Il existe une grande variété de fibres végétales dans la nature, parmi lesquelles les fibres provenant de l'arbre du palmier *Washingtonia filifera* (FMPW) sont les plus couramment utilisées comme déchets environnementaux (Figure I-9). Plusieurs études de recherche ont été menées sur ces fibres, comme attestent diverses applications [15,26–31]. La culture du palmier-dattier représente une production polyvalente, cultivée pour ses nombreuses applications, notamment la consommation de ses fruits et sa résistance à prospérer dans des climats arides extrêmes. Ses dattes et divers organes sont employés dans la construction, l'artisanat, la production d'énergie, les applications thérapeutiques et cosmétiques. Leur présence favorise la création d'un microclimat favorable au maintien de différentes formes de vie végétale et animale, indispensables au maintien et à la survie des populations en désert.



Figure I-9 : a) *Washingtonia filifera*, b) Tronc du palmiers *Washingtonia filifera* et c) Résidus du *Washingtonia filifera*.

1.2.9 Bénéfices et désavantages des fibres végétales

Utilisées pour renforcer les matériaux composites, les fibres présentent de nombreux avantages. Cependant, certains obstacles peuvent entraver le progrès industriel.

1.2.9.1. Avantages

1. **Durabilité environnementale** : Les fibres végétales proviennent de sources recyclables et sont en outre naturellement dégradables. Leur production est également moins coûteuse que la fibre de verre.
2. **Propriétés acoustiques et thermiques** : Elles ont d'excellentes propriétés en termes de conductivité thermique.
3. **Légèreté** : Grâce à leur faible poids volumique, elles présentent des propriétés spécifiques élevées, telles que la réduction des chocs, la souplesse et la maîtrise des fissures. Ces propriétés varient selon son origine.
4. **Faible coût** : En général, les fibres végétales ont tendance à être plus économiques que certaines alternatives synthétiques.
5. **Disponibilité et simplicité de production** : Les fibres végétales sont largement disponibles et leur processus de production est relativement simple. Par conséquent, elles sont particulièrement adaptées à des applications de construction économiques et respectueuses de l'environnement.

Il est important de noter que l'intégration de ces fibres dans le développement des nouveaux produits encourage la synergie entre la technologie, la science et le concept de design. Cela permet de développer des nouveaux produits ayant des retombées socio-économiques et de promouvoir une approche du "développement durable"[\[32\]](#).

1.2.9.2 Inconvénients

Les points de vulnérabilité à prendre en considération se présentent comme suit:

- 1- **Limiter la fréquence de la température de formage** : La plage de température de formage pour ces matériaux est assez étroite, une température trop élevée pouvant provoquer une détérioration des fibres.
- 2- **Nature hydrophile des fibres** : les fibres sont fragiles à l'humidité et sont capables d'absorber d'importantes quantités d'eau. Cela peut provoquer un gonflement des parois cellulaires et créer un environnement propice à la formation de moisissures. De plus, cette caractéristique rend difficile la bonne compatibilité avec la matrice cimentaire, entraînant un excès d'absorption d'humidité et une modification des dimensions pour les fibres à

ligno-cellulose.

I.3. Impact du secteur de la construction sur la maîtrise de l'énergie

Les travaux de construction ont un effet significatif sur les consommations énergétiques et l'environnement. En effet, il comprend une multitude d'activités, telles que la conception, la construction, la destruction, etc., qui ont une incidence sur ces deux domaines de manière directe ou indirecte. Le secteur du bâtiment, en premier lieu, est l'un des domaines les plus préoccupants. En effet, les bâtiments sont responsables du tiers des rejets de dioxyde de carbone (CO₂), qui est un gaz à impact sur l'effet de serre qui contribue au changement global de notre planète[33,34].

En Algérie, l'habitat résidentiel est le principal responsable d'émissions de CO₂ provenant de la construction. Il contribue à plus de 41% dans la consommation nationale d'énergie et émet plus de 6 300 tonnes d'équivalent CO₂ [35]. Des solutions écologiques ont pour but de réduire l'impact environnemental de la construction. Elles peuvent inclure l'utilisation de matériaux de construction durables, la réduction des déchets et l'utilisation de sources d'énergie renouvelables [36]. Cependant, il est nécessaire de poursuivre ces efforts pour atteindre les objectifs de la neutralité carbone d'ici 2050.

I.4 CARACTERISTIQUES DES COMPOSITES CIMENTAIRES FIBRES

1.4.1. Contribution des fibres au renforcement l'industrie de la construction

La production de matériaux de construction, y compris l'extraction, la modification a un impact sur l'environnement. Par ailleurs, la destruction de ces matériaux conduit à la génération de résidus et aux émissions de polluants. Pour réduire ces conséquences, des travaux de recherche sont menés pour promouvoir les matériaux de construction à base de fibres végétales. Ces matériaux visent à protéger la santé humaine et à satisfaire les exigences de confort, tout en réduisant l'empreinte environnementale. Ces matériaux, en plus d'être abondants, recyclables et durables, contribuent à la diminution des émissions de gaz à effet de serre en absorbant le dioxyde de carbone. À titre illustratif, la **Figure I-10** met en parallèle l'empreinte environnementale de divers matériaux de construction en termes d'énergie grise. Dans ce cadre, le béton de chanvre se caractérise par une empreinte écologique plus réduite que d'autres matériaux, ce qui en fait un choix prometteur pour l'industrie de la construction [34].

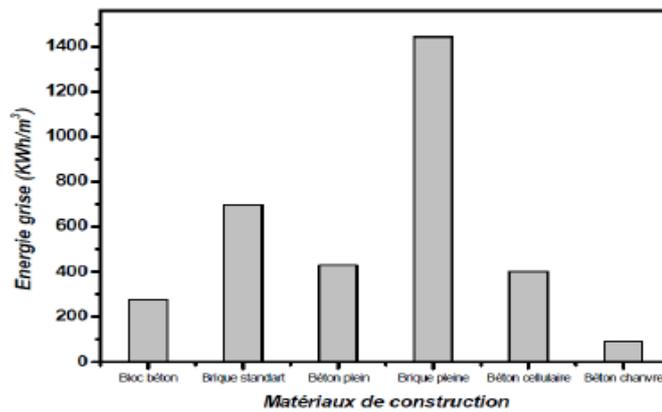


Figure I-10: Energie grise employés dans les matériaux du secteur de la construction [34]

Certaines fibres végétales telles que le chanvre, la paille, le bois, le palmier dattier, le sisal, le lin et le jute servent de renforts pour les mortiers à base de ciment dans le secteur de la construction. Historiquement, les fibres ont joué un rôle crucial dans le renforcement des matériaux fragiles. De nombreuses études approfondies ont été menées dans ce domaine, mettant en évidence leur efficacité [37]. Les matériaux de construction renforcés par des fibres suscitent un intérêt croissant de la part de l'industrie, en raison des importants travaux de recherche menés dans ce domaine [38]. L'ajout de fibres dans le béton améliore sa ductilité, ce qui renforce ses propriétés après fissuration [39]. En outre, les fibres permettent une plus grande résistance du béton aux forces de cisaillement, de flexion, de fatigue, de torsion. Ainsi, le renforcement du béton par des fibres permet de conserver sa structure même après la fissuration. L'amélioration de ces facteurs dépend de la résistance, du type, de la quantité des fibres incorporées et de leur solidité. La gestion et le contrôle efficaces des fissures dépendent du choix des fibres. Bien que le retrait de séchage puisse encore se produire, la présence de fibres permet de mieux contrôler les schémas de fissuration, caractérisés par des fissures plus fines, plus courtes et plus uniformément réparties [40].

1.4.2. Influence de la présence de fibres sur les caractéristiques rhéologiques

Tout comme les autres additifs, la présence de fibres entraîne une modification des caractéristiques des matériaux cimentaires en phase d'hydratation. Cet axe de recherche, de même que le traitement de ces matériaux, demeure en grande partie inexploité, avec des études limitées disponibles. En présence de faibles concentrations de fibres, la maniabilité du béton n'est généralement pas altérée, et la dispersion des fibres dans le mélange demeure homogène. Toutefois, il existe un seuil critique où les contacts entre les fibres deviennent significatifs, pouvant conduire à la formation d'agrégats [41].

Divers facteurs associés à des fibres sont susceptibles d'influencer l'ouvrabilité des

mélanges au stade frais, comprenant des variables telles que le taux d'incorporation, la longueur des fibres, la forme des fibres et la souplesse [42]. De plus, une étude sur la rhéologie a mis en évidence que les fibres rigides sont liées à la résistance à l'écoulement du béton frais [43]. Cette recherche a également établi une corrélation significative entre l'alignement et la résistance à la flexion du béton. En outre, l'orientation des fibres conduit à une réduction de la contrainte de rupture du béton, ce qui entraîne la création de multiples fissures sous l'effet d'une charge de flexion.

1.4.3. Influence des fibres sur les propriétés physiques et mécaniques des biocomposites

Les biomatériaux sont composés de fibres de renforcement et d'un liant nommé matrice, le tout présentant des propriétés mécaniques plus élevées que celles des différents constituants pris isolément. Les matériaux composites sont très utilisés dans les usages quotidiens pour leurs bénéfices, tels que leur légèreté, leur meilleure capacité de résistance mécanique, en particulier en fatigue, et leur excellente résistance aux hautes températures.

Leur capacité mécanique de résistance et leur morphologie (fibres courtes ou longues, tissage multiaxial, etc.) sont les paramètres qui permettent de les classer. Aujourd'hui, il est de plus en plus fréquent que les fibres naturelles soient utilisées en tant que renforts dans les matrices thermodurcissables ou thermoplastiques, en substitution aux fibres de verre et aux fibres d'amiante (qui sont cancérigènes) par les pays industrialisés, notamment dans le secteur de l'automobile destiné à la fabrication de pièces détachées, d'accessoires pour les voitures.

Le recours aux fibres naturelles pour renforcer les matériaux de construction est une pratique ancienne largement reconnue. Toutefois, l'utilisation de ces fibres naturelles comme renfort dans les matériaux à base de ciment est une pratique récente. Il est important de noter que l'objectif principal de l'incorporation de fibres naturelles dans les composites à matrice à base de ciment est d'accroître leur contrainte mécanique en flexion, et leur capacité à supporter la fissuration, conduisant à la production de matériaux dotés d'une bonne ductilité. En outre, incorporer des fibres de plantes dans les matériaux de construction aide à améliorer les caractéristiques d'isolation thermique et acoustique de ces derniers. La **Figure I-11** met en lumière les applications innovantes des biocomposites à base de fibres de bambou.

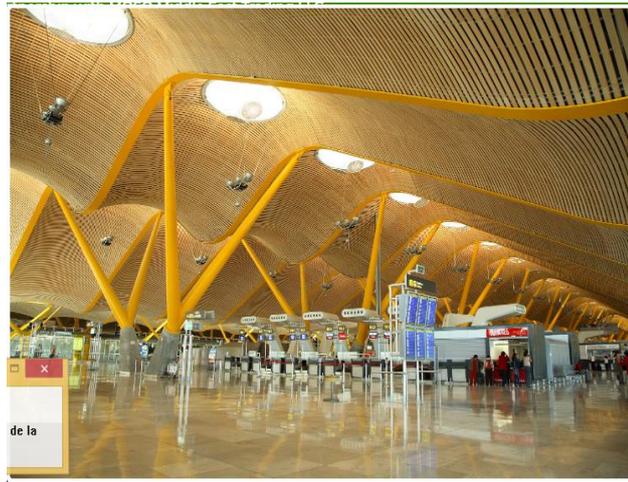


Figure I-11: Applications novatrices des bio composites à base de fibres de bambou au sein de l'aéroport de Madrid-Barajas [44].

1.4.3.1. Caractéristiques dans la phase de fabrication

1.4.3.1.1. Ouvrabilité des bio composites dans leur état frais

Le mélange de fibres végétales dans un composant minéral entraîne une diminution de l'ouvrabilité qui peut être compensée par une adaptation du rapport eau/liant ou par un superplastifiant, comme le mentionne [15]. De nombreux chercheurs ont constaté un ralentissement de la prise associé à cette incorporation des fibres végétales. Fisher l'associe spécifiquement à la transformation des glucides solubles en acides sacchariniques, qui agissent en tant qu'agents retardateurs de la prise [45]. Cette interprétation est également soutenue par Reading, qui avance que l'absorption du ciment peut être entravée en raison des oligosaccharides générés lors de la détérioration de l'hémicellulose dans un environnement basique [46]. Pour atténuer l'effet de regroupement, des mesures spécifiques peuvent être prises pendant le processus de mélange. En général, l'ajout progressif de fibres vers la fin de l'opération de mélange, une fois que les autres composants ont été soigneusement mélangés, permet de réduire la formation de boulettes de fibres.

1.4.3.1.2. Comptabilité ciment-fibres végétales lors de l'hydratation de ciment

Govin et al. ont mis en lumière l'impact significatif du bois dans le processus d'hydratation du ciment. En présence du bois, l'hydratation du ciment est retardé et inhibé, comme indiqué par une libération de chaleur nettement inférieure à celle observée normalement [46]. Une concentration plus élevée de copeaux de bois est associée à une diminution du dégagement de chaleur (Figure I-12). La thermographie a révélé une inhibition significative de la formation de Portlandiens ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). De plus, la présence du bois induit une

modification des condensations de silicates, favorisant la création de silicates de calcium hydratés (C-S-H).

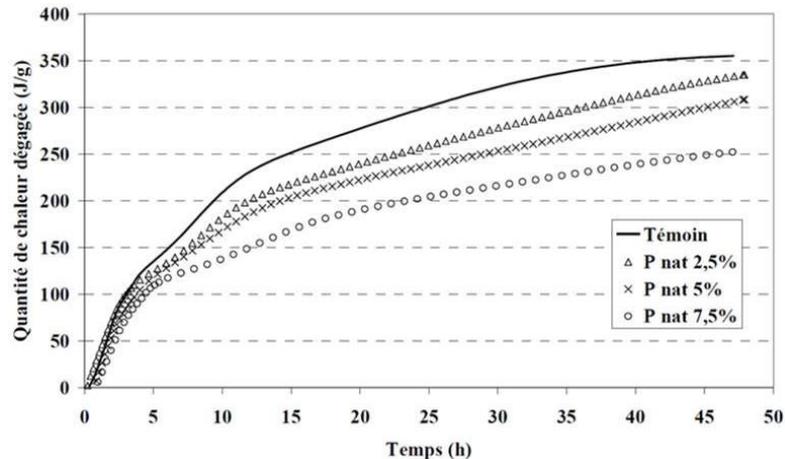


Figure I-12 : Impact de la distribution du peuplier sur la chaleur dégagée pendant l'hydratation [47].

Sedan a également révélé que les fibres de chanvre, peuvent inhiber l'hydratation du ciment [45]. Cette inhibition est due à la liaison des ions calcium (Ca^{2+}) aux chaînes de pectine présentes dans les fibres (Figure I-13). Les ions calcium sont des composants essentiels de l'hydratation du ciment. Ils contribuent fortement à la formation du gel de silicate de calcium hydraté (C-S-H), qui est un produit majeur de l'hydratation. Les chaînes de pectine sont des polysaccharides présents dans les fibres végétales. Elles ont la capacité de se fixer sur les ions calcium, créant ainsi des structures stables connues sous le nom de "boîtes à œufs". Lorsque les ions calcium se lient aux fibres végétales, ils sont retirés du ciment. En conséquence, le taux en calcium devient insuffisant à la formation de C-S-H.

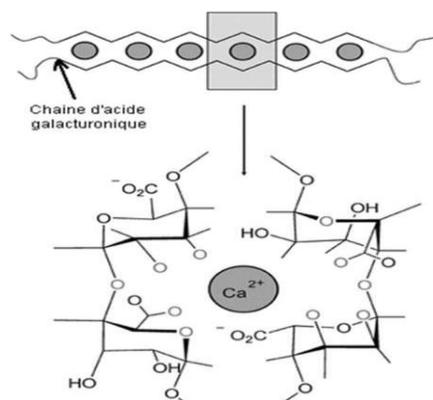


Figure I-13 : Liaison des ions calcium au niveau de deux chaînes de pectine [45].

1.4.3.2. Caractéristiques à l'état durci

De nombreux facteurs influencent les caractéristiques du béton de fibres végétales. Les principaux facteurs à considérer sont les suivants :

- ✓ Le type de fibre : Il peut s'agir de diverses options comme le chanvre, le sisal, le jute, le coco, le bambou, le lin, la bagasse etc.
- ✓ Morphologie de la fibre : Des facteurs tels que la longueur, le diamètre et la section transversale de la fibre sont des éléments déterminants.
- ✓ Configuration : Le fait que les fibres soient utilisées individuellement, en paquets ou en torons peut affecter les propriétés du béton.
- ✓ Finition de la surface : La texture des fibres, qu'elle soit lisse, rugueuse ou enduite, joue un rôle dans leur interaction avec la matrice du béton.
- ✓ Caractéristiques de la matrice : La dimension des granulats, la nature du ciment et l'incorporation d'additifs dans le mélange de béton.
 - ✓ Proportions des constituants : Des variables telles que le taux de fibres, le ratio eau/ciment (E/C) ainsi que la proportion d'agrégats ont un impact direct.
- ✓ Méthode de mélange : Les spécificités du processus de mélange, y compris le type de malaxeur utilisé, l'ordre dans lequel les constituants sont ajoutés, la façon d'incorporer les fibres, ainsi que la durée et la vitesse du mélange, sont déterminants.
- ✓ Méthode d'application : La façon dont le béton est appliqué, que ce soit par vibration standard, projection ou extrusion, peut affecter le produit final.
 - ✓ Conditions de durcissement : Les conditions environnementales dans lesquelles le béton est durci, qu'il soit exposé à l'air ou maintenu humide, ont un rôle essentiel dans l'évolution des propriétés du matériau.

1.4.3.2.1. Effet de l'addition de fibres sur les propriétés physiques et mécaniques des mortiers

Des études récentes portant sur des mortiers cimentaires à base de fibres végétales ont démontré l'impact significatif des fibres végétales sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux. Les matrices minérales présentent une fragilité à la rupture en dépit d'une résistance à la compression satisfaisante. Les propriétés mécaniques des fibres, notamment leur haute résistance à la traction, permettent d'augmenter considérablement la résistance à la flexion des matrices fragiles [48].

Bahloul et al. [49] se sont intéressés aux propriétés mécaniques et physiques des composites cimentaires intégrant des fibres de cellulose d'alfa. Leur étude a révélé que la

contrainte de compression décroît lorsque le taux de fibres des mortiers augmente. Cette diminution est attribuée à la hausse du pourcentage de vides dans la matrice du mortier en raison de la présence de fibres, ce qui entraîne une diminution de la compacité du mortier. Les chercheurs ont également constaté une conductivité thermique (λ) des mortiers fibrés proche de $0,8 \text{ W/m}^\circ \text{ C}$, qui se rapproche de la performance des isolants thermiques.

Sedan et al. [45] ont étudié les paramètres physico-chimiques de la combinaison des fibres de chanvre et du ciment, et les répercussions sur les capacités mécaniques des mélanges obtenus. Selon leurs résultats, ces matériaux ont une contrainte de flexion variant d'environ de $4,9 \text{ MPa}$ dans le cas du ciment jusqu'à $6,8 \text{ MPa}$ dans le cas des composites comportant une proportion de 16% de fibres de chanvre.

Une étude réalisée par Dawood et al. [50] a permis d'analyser l'impact des fibres de palmier à huile incorporées dans les mortiers sur les caractéristiques mécaniques de ces derniers. Ces fibres mesurant 3 cm de long et présentant des fractions volumétriques de 0,25 %, à 1,0 % de la quantité de ciment, ont été intégrées à la composition des mortiers fibreux. En effet, après 90 jours, une amélioration de 12% de la résistance en compression et 21% de la résistance en flexion a été observée dans les composites, au fur et à mesure que la teneur en fibres augmentait jusqu'à 0,5%. Au-delà de cette concentration de fibres, on observe une légère diminution des contraintes de flexion et de compression. Cette baisse est due à la hausse de la porosité causée par la concentration plus élevée de fibres.

Trois variétés distinctes de fibres végétales - eucalyptus bagasse et blé - présentant une longueur moyenne de 1 mm et des concentrations en fibres de 2 et 4% en poids de ciment ont été employées dans la recherche menée par Khorami et al. [51] sur les caractéristiques mécaniques des bio composites. Les résultats ont montré que les échantillons renforcés par des fibres de bagasse sont plus performants que ceux à base de fibres de blé et d'eucalyptus pour la résistance en flexion. La résistance en flexion des composites a augmenté de 37% et 44% lorsque les mortiers ont été renforcés par 2% à 4% de fibres de bagasse, respectivement. Cette différence est due au facteur de forme et à la résistance à la traction des fibres de bagasse, supérieurs à ceux de l'eucalyptus et du blé, ce qui améliore la cohésion de la matrice avec la fibre. En outre, ils ont souligné que le mélange devient plus difficile à partir d'un taux en fibres de 4 % en raison du faible poids volumique de la fibre, qui surnage pendant la préparation du mélange en comparaison avec les divers composants, ce qui fait que les fibres remontent à la surface et donnent au composite une distribution hétérogène. Par conséquent, une altération notable du comportement en flexion du composite a été constatée. La **Figure**

I.14 illustre clairement le comportement ductile des composites renforcés de 2% et 4% de fibres par rapport au comportement linéaire fragile des composites de contrôle.

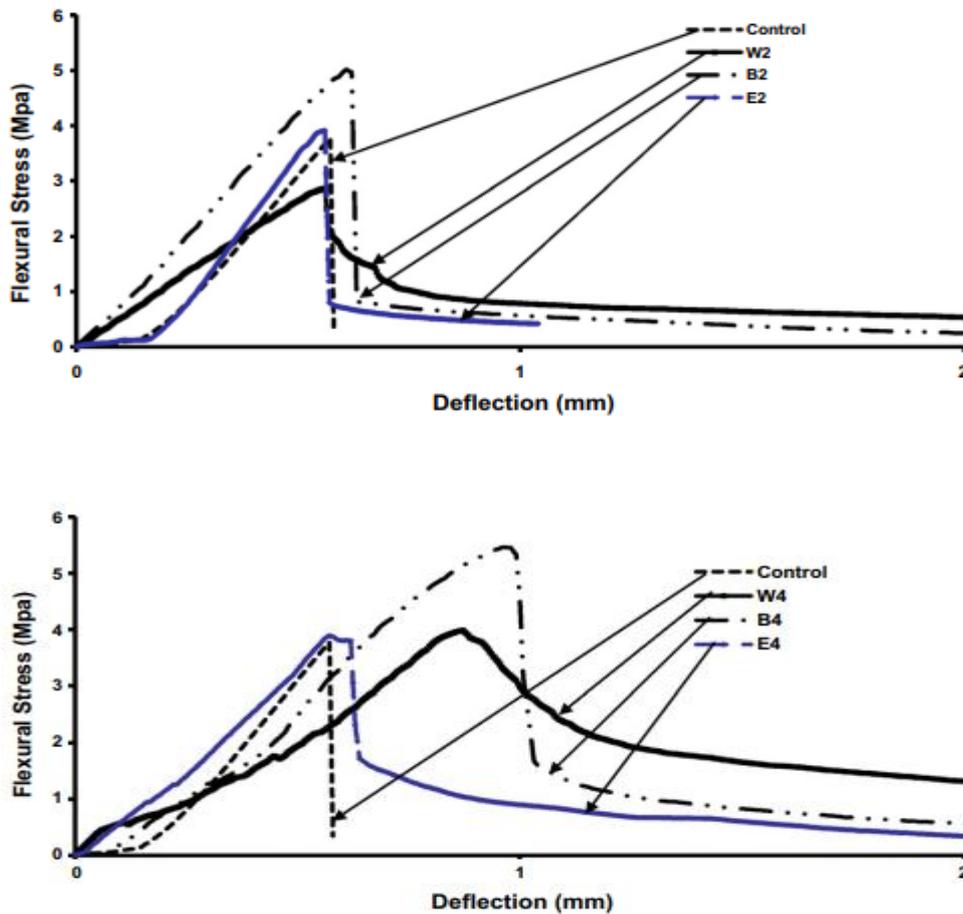


Figure I.14 : Comportement en flexion des composites renforcés avec : (a) 2% et (b) 4% de fibres végétales comparativement au mortier de contrôle [51].

Une étude a été conduite par Kwan et al. [52] portant sur l'amélioration des propriétés des bétons en utilisant des fibres de noix de coco. Les mortiers en question ont été renforcés en incorporant des fibres à quatre niveaux de concentration différents : 0,6% à 2,4% par rapport au liant, présentant des longueurs allant de 20 à 30 mm. Les tests révèlent que la performance est maximale avec une teneur en fibres de 1,8%, ce qui se traduit par une hausse de 18% de la contrainte en flexion des mortiers fibrés comparativement aux bétons non fibrés après 28 jours (Figure I.15). Par ailleurs, il a été constaté une augmentation de la capacité aux chocs des bétons renforcés comparé au béton de référence.

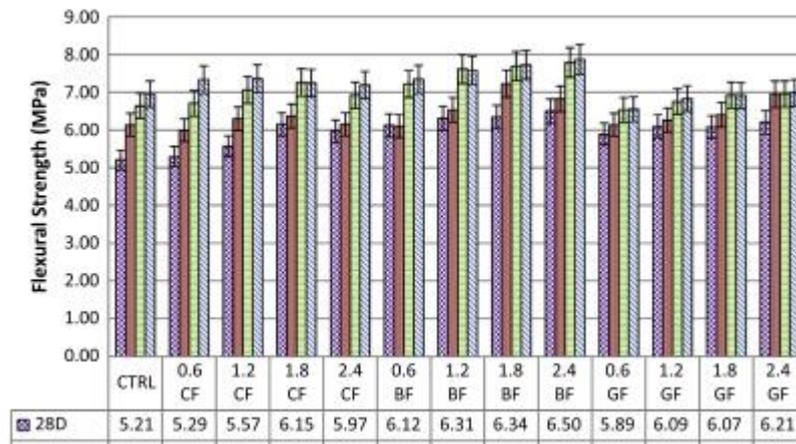


Figure I.15 : La résistance en flexion des échantillons à 28 jours [52].

L'ajout de fibres végétales a un effet négligeable sur la contrainte à laquelle la fissure initiale se forme, principalement influencée par les caractéristiques du liant. Cependant, les fibres jouent un rôle essentiel dès que la première fissure apparaît, en limitant son expansion, comme le démontre l'étude menée par Aziz et al. [53]. La transition de la matrice fragile vers un matériau ductile au comportement contrôlé est une constatation fréquemment rapportée par de nombreux chercheurs. Il convient de souligner que cette évolution du comportement ne passe pas nécessairement par une amélioration de la résistance à la flexion, comme l'ont constaté Kriker et ses collègues dans leur étude [15]. La performance du composite est particulièrement impactée par la longueur et la densité des fibres, comme illustré dans la **Figure I-16**. Les recherches menées par Le Hoang ont été mené sur l'optimisation des caractéristiques des mortiers en intégrant des fibres de lin, comme démontré dans les travaux de Tung et al. [54].

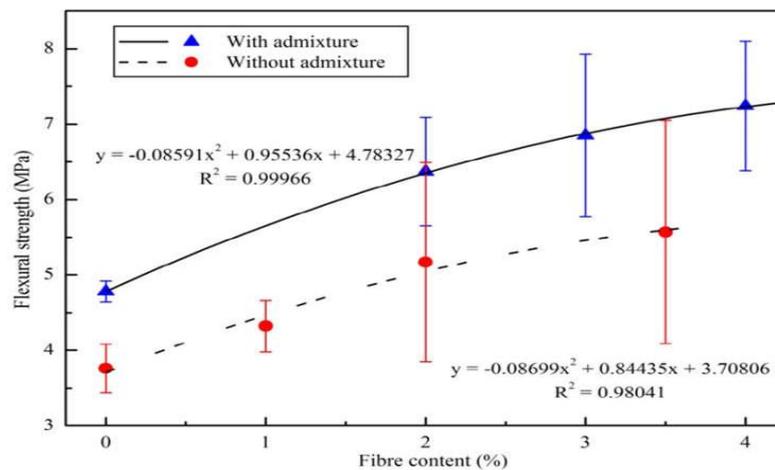


Figure I-16: L'impact de la longueur et de la quantité des fibres de lin sur la contrainte à la flexion des mortiers [45].

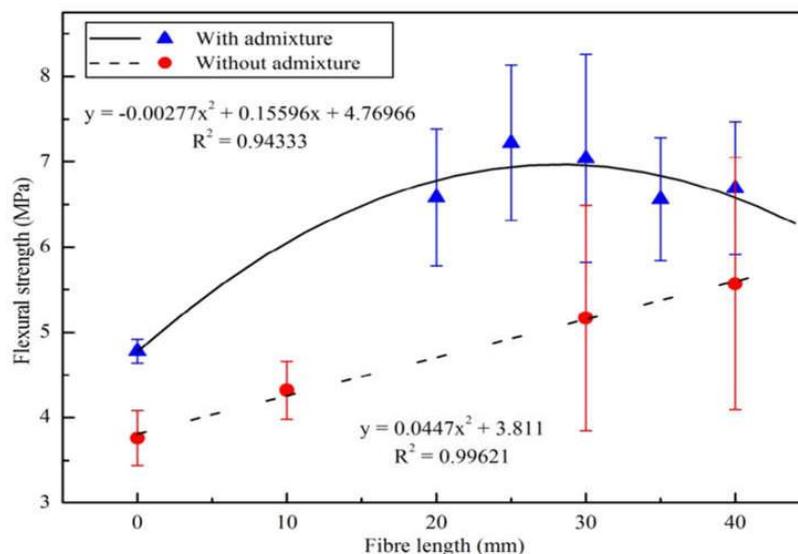


Figure I-17 : Etude de l'évolution de la contrainte en flexion du ciment renforcé par des fibres de chanvre [45].

Comme l'illustre la **Figure I-17**, la contrainte en flexion du composite est étroitement liée à la quantité de fibres et à la longueur de lin utilisées. Initialement, une hausse de la longueur des fibres conduit à une hausse correspondante de la contrainte à la flexion. Néanmoins, une fois qu'une longueur critique est dépassée, environ 30 mm, les améliorations se stabilisent et peuvent même commencer à diminuer. De même, pour des fibres de même longueur, l'augmentation de la quantité de fibres augmente les propriétés du composite.

Dans une étude distincte, les chercheurs ont analysé le renforcement du ciment en utilisant des fibres de coco et ont identifié que les améliorations les plus significatives des propriétés se produisent lorsqu'une longueur de fibre de 38 mm et un dosage volumique de 4 % sont utilisés, comme indiqué dans le travail d'Aziz et al. [53]. Une autre recherche a porté sur l'examen de contrainte en compression des composites renforcés par des bio fibres, en particulier ceux incorporant des fibres de lin, comme l'a fait Chafei [55]. Des tests de compression ont été effectués sur des mortiers à différents intervalles : 7, 14, 28 et 90 jours. L'étude a porté sur différents niveaux de teneur en fibres, notamment 0 %, 2 %, 3 % et 4 %. Conformément aux conclusions de Kriker en 2005, les observations de Chafei ont révélé une réduction notable de la résistance à la compression avec l'introduction de fibres végétales, comme l'illustre la **Figure I-18**. En outre, la contrainte en compression a diminué quand la teneur en fibres augmentait, soulignant une fois de plus l'impact négatif des fibres sur la contrainte en compression de ces composites.

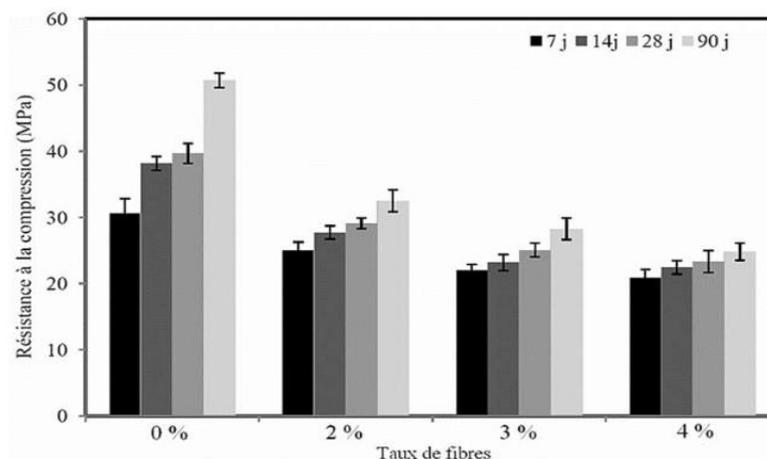


Figure I-18: Effet de la teneur en fibres de lin sur la contrainte de compression des mortiers [55].

1.4.3.2.2. Effet de l'addition de fibres sur les caractéristiques thermiques des mélanges

Lorsque les fibres végétales sont intégrées dans les composites cimentaires, cela entraîne une baisse de leur conductivité thermique en raison d'une porosité accrue dans ces matériaux. Une étude sur le comportement thermique des mortiers cimentaires contenant des fibres de bois provenant du palmier dattier a été menée par Benmansour et al. [26]. Les variables recommandées sont le diamètre des fibres, qui peut être de 3 mm, 6 mm ou un mélange équivalent des deux diamètres, ainsi que le taux de fibre, variant de 5% à 30% de la masse du ciment, comme illustré dans la [Figure I-19](#). Les auteurs ont conclu que l'intégration des fibres de palmier a diminué fortement la conductivité thermique des composites fabriqués. Effectivement, avec une teneur en fibres de 30%, la conductivité diminue de 87, 92,5 et 87% pour les échantillons à base de fibres de diamètres de 3 mm, 6 mm et le mélange de deux diamètres.

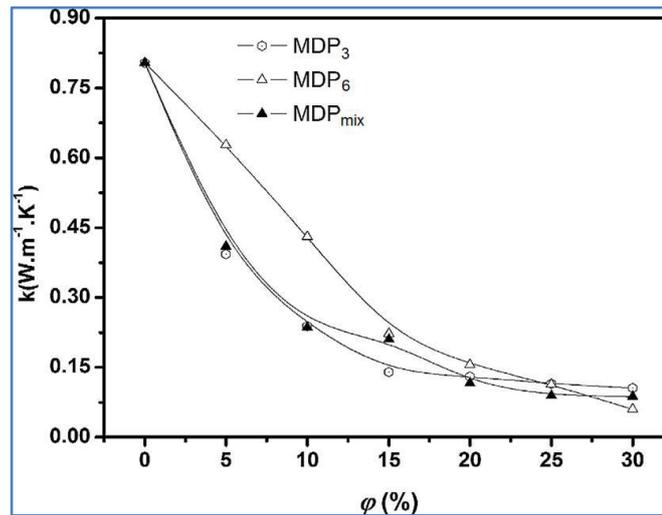


Figure I.19 : Conductivité thermique des mortiers renforcés par des fibres de palmier dattier de 3 mm, 6 mm et le mélange de deux diamètres [26].

Lertwattanaruk et Suntijitto [56] ont employé des fibres de noix de coco et de palmier à huile traitées à l'eau bouillante comme renfort dans la fabrication de mortiers cimentaires adaptés aux climats chauds et humides. Des fibres mesurant entre 5 et 10 mm ont été incorporées dans les mortiers à des taux pondéraux de 5, 10 et 15 %. Il a été constaté que la conductivité thermique diminue à mesure que la teneur en fibres augmente, avec des baisses respectives de 45 % et 60 % de la conductivité thermique par rapport à celle du mortier de référence, pour le mortier contenant respectivement 15 % de fibres de noix de coco et de palmier à huile (Figure I-20). Selon les auteurs, cette réduction est attribuable à l'incorporation de fibres dans la matrice cimentaire, ce qui entraîne une augmentation de la porosité des composites fabriqués et une diminution de leur densité, favorisant ainsi leur capacité d'isolation thermique.

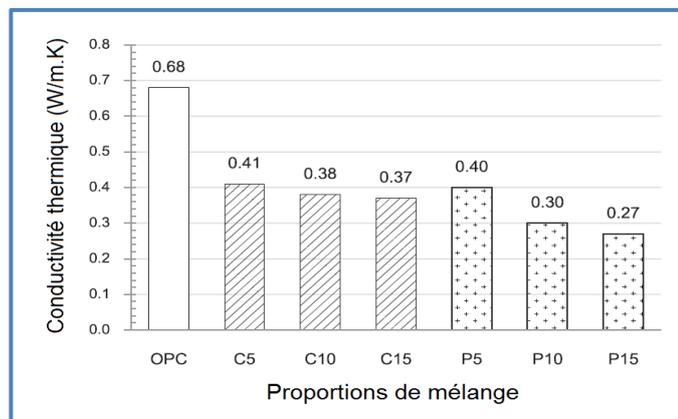


Figure I.20 : Conductivité thermique des composites renforcés avec les fibres du palmier à huile et de la noix de coco [56].

1.4.3.2.3. Ténacité et résistance aux impacts

Dans une recherche réalisée par Ramakrishna et Sundararajan [57], les auteurs ont effectué un test d'impact de projectile. Des dalles de mortier renforcé de 300×300×20 mm ont été testées, avec des fibres de sisal et de jute. Le concept de rapport de résistance à l'impact résiduel (I_{rs}) a été introduit par l'étude, selon l'équation 1:

$$I_{rs} = \frac{\text{Energie absorbée à la rupture finale (Joules)}}{\text{Energie absorbée à l'apparition de la première fissure (Joules)}} \quad \text{Eq. 1}$$

En général, les composites qui intègrent des fibres végétales présentent une amélioration du ratio de résistance aux chocs résiduels (Figure I-21). Concernant le jute, il semble que la quantité de fibres idéale pour améliorer la résistance des composites soit d'environ 1 % ou 1,5 %. Il est recommandé d'avoir une teneur d'environ 1,5 % pour le sisal, surtout si la longueur de la fibre est de 20 mm. L'effet de la longueur des fibres sur la résistance est difficile à mesurer, car les valeurs sont très différentes.

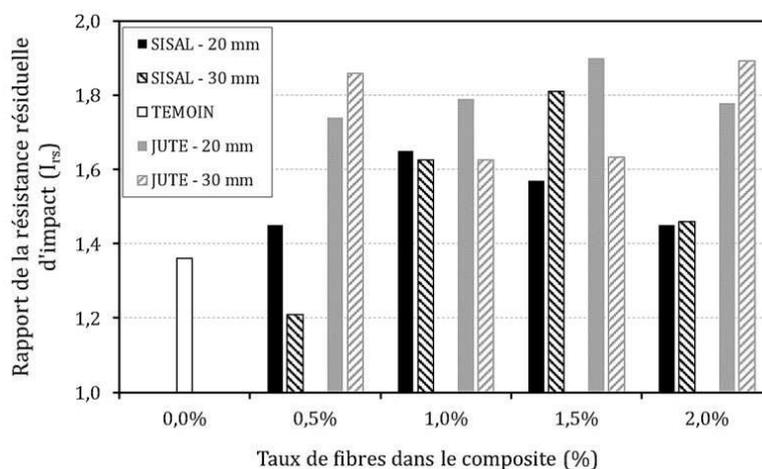


Figure I-21 : Contrainte résiduelle sur des mortiers en jute et sisal [57].

1.5. Durabilité des composites cimentaires à fibres végétales

Dans les mortiers cimentaires dont le renforcement est assuré par des fibres végétales, les propriétés mécaniques sont convaincantes, une multitude d'efforts de recherche soulignent les défis associés au développement durable à long terme de ces mortiers en milieu fortement alcalin. Lorsqu'ils examinent les aspects mécaniques des composites cimentaires renforcés par des bio fibres, les auteurs ont tendance à constater une réduction dans la ductilité de ces matériaux dans le temps. En effet, les résultats de Sedan, illustrés par la Figure I-22, démontrent effectivement ce phénomène, comme le soulignent les travaux de Sedan [45].

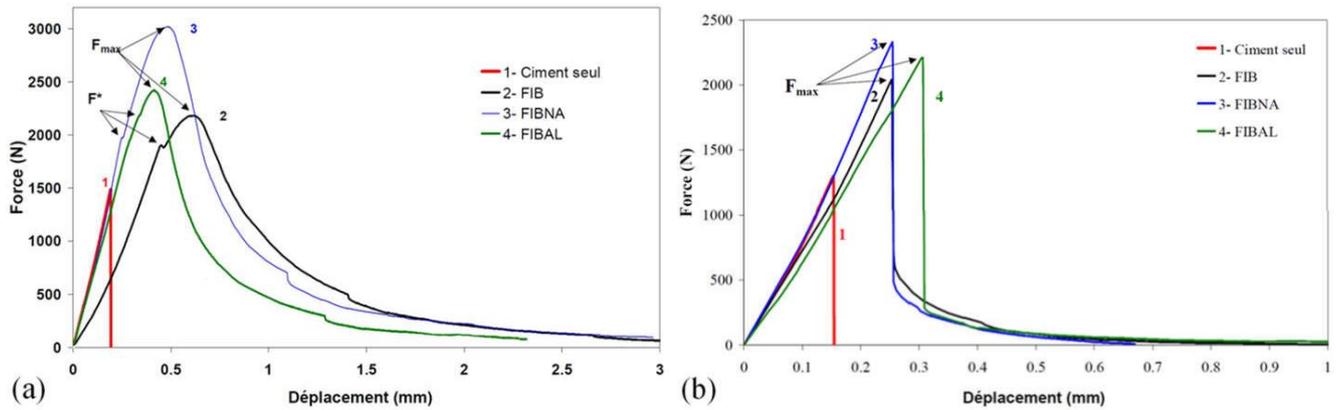


Figure I-22 : Propriétés mécaniques des mortiers renforcés (a) solution de NaOH pendant 28 jours et (b) après 12 mois de vieillissement naturel [45].

Après un vieillissement naturel de 12 mois, une transformation substantielle se produit dans les caractéristiques mécaniques de ces composites. La force nécessaire à l'initiation de la première fissure reste assez proche des niveaux observés lors des tests effectués à 28 jours. Néanmoins, l'étape post-fissure diminue après le vieillissement, rendant le matériau plus fragile, proche d'une matrice non fibreuse. Outre la baisse de ductilité, l'augmentation de la contrainte lors du déclenchement de la première craquelure, comme le soulignent plusieurs auteurs. [15,58,59].

Dans le domaine des mortiers cimentaires à base de fibres de sisal, Canovas et al. [60] ont déjà obtenu les mêmes résultats que ceux mentionnés par [45]. La résistance maximale à la flexion des éprouvettes exposées aux cycles de séchage et d'humidification diminue considérablement, une tendance déjà visible après seulement douze cycles de vieillissement. Les résultats du test de flexion des éprouvettes soumises à 0 à 120 cycles de dégradation rapide sont illustrés dans la Figure I-23.

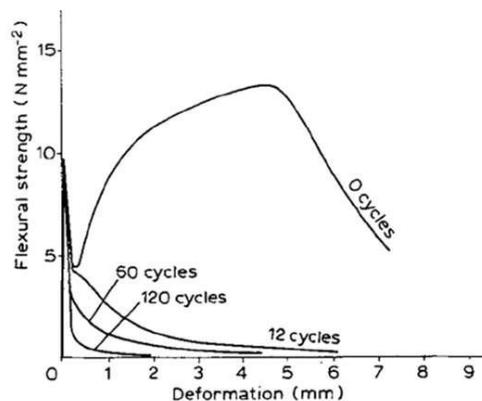


Figure I-23: Contrainte-déformation d'un mortier renforcé de fibres de sisal soumises à un vieillissement alterné [60].

1.6. CONCLUSION

Durant le début de cette analyse bibliographique, nous avons examiné les fibres végétales dans leur ensemble. Ces ressources naturelles sont abondantes, renouvelables, et locales dans la région. Leur processus de fabrication est moins polluant que les fibres artificielles, en faisant un nouveau choix pour les matériaux composites à une époque où la réduction de l'impact environnemental des activités humaines est essentielle. Par la suite, nous avons examiné les avancées technologiques en matière de bio composites renforcés par des fibres végétales. La présence de fibres dans les mortiers cimentaires vise à augmenter leur résistance aux fissures et à leur donner un caractère plus ductile. Après les premières fissures, la présence de fibres permet au béton de maintenir sa capacité à supporter des charges tout en augmentant leur résistance en flexion, en cisaillement et en torsion. Toutefois, l'augmentation de ces contraintes varie selon le type, la contrainte et la nature des fibres employées.

Selon cette étude bibliographique, il semble que les fibres végétales soient une option prometteuse pour renforcer les matrices cimentaires par rapport aux fibres synthétiques classiques. Leur avantage réside dans leur faible empreinte économique et environnementale. Grâce à leur intégration, les bio composites peuvent améliorer leur comportement mécanique, physique, thermique et leur résistance au choc.

CHAPITRE II :

CARACTERISATION DES MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

CARACTERISATION DES MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

II.1 INTRODUCTION

La revue de la littérature exposée au chapitre antérieur a mis en lumière l'importance des différents composants dans la composition et les caractéristiques des matériaux utilisés pour la fabrication des mortiers. Dans cette perspective, il est primordial de caractériser davantage les différents composants qui seront intégrés dans la formulation des matériaux, à savoir les fibres végétales WFW, le ciment et les granulats. L'objectif de ce chapitre est donc de détailler la méthodologie adoptée pour mener à bien une série de tests visant à caractériser ces matériaux selon leurs propriétés mécaniques et physiques.

En outre, ce chapitre mettra en avant les différentes méthodologies de tests qui sont utilisées pour étudier les bio composites à base de ciment. En effectuant une analyse exhaustive de ces constituants et en comprenant pleinement leurs comportements individuels, il deviendra possible d'appréhender de manière plus précise les relations qui s'établissent dans les matériaux composites. Cette approche méthodologique rigoureuse permettra de jeter les bases solides nécessaires pour comprendre et optimiser les caractéristiques des composites cimentaires, contribuant ainsi à la qualité et à la durabilité des structures construites.

II.2 CARACTERISATION DES MATERIAUX

II.2.1 Eau

L'eau utilisée pour préparer les mortiers dans cette étude est de l'eau potable provenant du laboratoire LGCH de l'Université 8 Mai 1945 de Guelma.

II.2.2 Sable

Le sable utilisé est alluvionnaire de type siliceux de classe granulaire 0/4.75 mm Ce sable de couleur jaunâtre, répondant à la norme ASTM C33 [61]. Les spécifications physiques des agrégats utilisés ont été analysées conformément aux normes de l'ASTM [61]. Le module de finesse du sable était de 2.22, et la densité apparente du sable était de 2,229 kg/m³. La **Figure II-1** illustre la courbe granulométrique du sable.

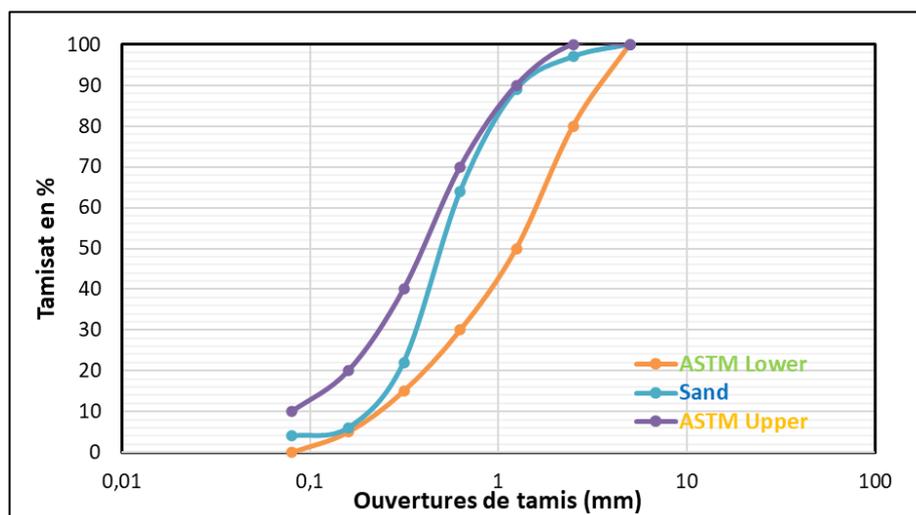


Figure II-1. Courbe granulométrique du sable utilisé.

II.2.3 Ciment

Le ciment choisi est un ciment CEM II/A 42,5N de l'entreprise algérienne BISKRA, contenant entre 80 et 94% de clinker, 6 à 20% de calcaire, et 0 à 5% de constituants secondaires. Le ciment utilisé dans toutes les compositions de mortier est conforme à la norme ASTM C150 [62]. Ce ciment est destiné aux travaux de bâtiment et de génie civil nécessitant des résistances élevées à court terme, avec une résistance ≥ 10 MPa à 2 jours et une résistance ≥ 42.5 MPa à 28 jours. Le **Tableau II-1** illustre les caractéristiques physico-mécaniques, minéralogiques et chimiques de ciment utilisé.

Tableau II-1 Caractéristiques physico-mécaniques, minéralogiques et chimiques du ciment.

<i>Analyse chimique (%)</i>	<i>Valeur</i>
Perte au feu	1.0 – 1.9
Teneur en sulfates (SO ₃)	2.2 – 2.6
Teneur en Oxyde de Magnésium (MgO)	1.7 – 2.8
Teneur en Chlorures (Cl ⁻)	0.02 – 0.05
Résidu insoluble	≤ 0.75
<i>Composition Potentielle du Clinker (%) selon Bogue</i>	<i>Valeur</i>
C ₃ S	56 – 66
C ₃ A	1.4 – 3.0
C ₄ AF+2C ₃ A	≤ 20
<i>Propriétés physiques</i>	<i>Valeur</i>
Consistance normale (%)	25.8– 26.4
Expansion à chaud (mm)	0.5 – 1.0
<i>Temps de prise (min)</i>	<i>Valeur</i>
Début de prise	170- 190
Fin de prise	230 - 280
<i>Résistance à la compression en (MPa)</i>	<i>Valeur</i>
2 jours (MPa)	20- 25
28 jours (MPa)	42.5 – 51.0

II.2.4 Fibre *Washingtonia filifera*

La fibre végétale utilisée dans cette étude est un tronc de *Washingtonia filifera* (WFW), illustré en **Figure II-2**, cultivée localement à Guelma, en Algérie. Les WFW ont été prélevés manuellement du tronc des palmiers sous forme de mailles, séparées en fibres individuelles, et soigneusement lavées à l'eau distillée pour éliminer toute impureté. Elles ont ensuite été coupées à une longueur de $15 \text{ à } 20 \pm 4 \text{ mm}$ (**Figure II-3**). Pour éliminer toute humidité, les WFW individuelles ont été séchées à l'air à température ambiante et désignées sous le terme NFWF. Ensuite, elles ont été coupées à une longueur de $15 \text{ à } 20 \pm 4 \text{ mm}$ (Figure II.3). Puis, les WFW ont subi un traitement chimique à l'hydroxyde de sodium (NaOH) pour créer des fibres de meilleure qualité avec des caractéristiques mécaniques améliorées permettant une meilleure adhérence à la matrice. Ce traitement a consisté à tremper la WFW dans une solution alcaline d'hydroxyde de sodium selon trois concentrations différentes : 1, 2,5 et 5%, pendant des durées de 4, 8 et 24 heures respectivement. Afin d'éliminer les impuretés, ces fibres ont ensuite été nettoyées avec de l'eau distillée jusqu'à ce que l'eau de rinçage atteigne une neutralité chimique, vérifiée par des mesures répétées du pH à l'aide d'un pH-mètre. Enfin, les WFW traitées ont été séchées dans un four à une température de 50°C pendant 24 heures, puis refroidies et stockées.



Figure II-2. Plante *Washingtonia filifera* avec la zone sélectionnée et la maille de déchets WFW.



Figure II.3. (a) Faisceau de fibres, (b) Fibres lavées à l'eau distillée, (c) Fibres traitées au NaOH.

*II.2.5 Caractérisation de la fibre *Washingtonia filifera**

II.2.5.1 Traitement de la fibre WFW

Le traitement des fibres naturelles est essentiel pour améliorer la durabilité des matériaux composites ainsi que leurs propriétés hydrothermiques et mécaniques. Ces améliorations sont souvent attribuées à l'optimisation de la liaison entre la matrice et les fibres. Malgré l'existence de différentes méthodes de traitement des fibres naturelles, notre choix s'est porté exclusivement sur un traitement alcalin à l'hydroxyde de sodium (NaOH) pour les besoins de cette étude (**Figure II-4**). Le traitement alcalin des fibres est largement reconnu pour son efficacité à augmenter leur adhésion avec la matrice. En exposant les fibres à une solution alcaline, telle que NaOH où la composition chimique de cette solution est illustrée au **Tableau II-2**, les groupes hydroxyles de la surface des fibres sont activés, favorisant ainsi l'adhésion et la pénétration de la matrice cimentaire. Ce processus permet non seulement de renforcer les interactions entre la matrice et les fibres, mais également de réduire la susceptibilité à l'humidité et aux attaques chimiques, améliorant ainsi la durabilité globale du composite. Bien que d'autres méthodes de traitement puissent être explorées, telles que le traitement thermique ou le traitement chimique, le traitement alcalin offre une approche efficace et économique pour améliorer les performances des fibres végétales dans les bio composites cimentaires. En se concentrant sur cette méthode spécifique, Notre étude vise à évaluer son impact sur les performances des mortiers à base de fibres WFW, permettant ainsi d'envisager de futures applications dans le domaine de la construction durable et écologique.

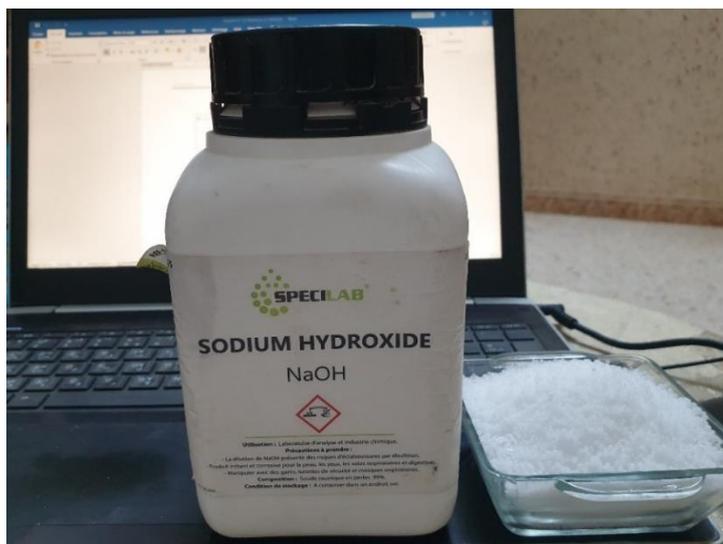


Figure II-4. Hydroxyde de sodium NaOH.

Tableau II-2 Composition chimique du NaOH utilisé dans cette recherche [63].

Composition	Valeur mg/Kg
Chlorure Cl ⁻	≤ 20
Phosphate PO ₄ ³⁻	≤ 10
Silicate SiO ₂	≤ 100
Sulfate SO ₄ ²⁻	≤ 30
Al	≤ 10
As	≤ 2
Ca	≤ 10
Fe	≤ 10
Hg	≤ 1
K	≤ 1000
Pb	≤ 0.5

Cette étude a utilisé trois concentrations différentes de fibres de *Washingtonia filifera*, à savoir 1%, 2,5% et 5% (Figure II-3c), pour des périodes d'immersion de 4, 8 et 24 heures, avec 2 litres d'eau pour chaque traitement, en échange de 20 grammes de NaOH, 50 grammes de NaOH et 100 grammes de NaOH respectivement. Les fibres ont été mesurées et réparties en trois ensembles de 4,5 grammes, 9 grammes et 13,5 grammes (Figure II-3a), chacun immergé dans une concentration différente d'hydroxyde de sodium pour des périodes différentes. Cela signifie qu'un ensemble de fibres est retiré de la solution après 4 heures et lavé à l'eau distillée pour arrêter la réaction (Figure II-3b), puis de même pour des périodes d'immersion de 8 et 24 heures pour les mêmes ensembles de 4, 9 et 13,5 grammes respectivement.

II.2.5.2 Traction de fibre

Les fibres WFW sont connues pour leurs propriétés mécaniques remarquables,

notamment une contrainte en traction et une rigidité élevée, qui leur permettent de s'adapter aux applications de renforcement des matériaux composites. De plus, ils possèdent une faible densité, contribuant à des structures légères sans compromettre la résistance. En outre, la présence de ces déchets provenant de la culture du palmier renforce leur intérêt comme une ressource écologique et renouvelable. La **Figures II-5** illustre le dispositif de traction de fibre avant rupture et la courbe de tension jusqu'à la rupture.

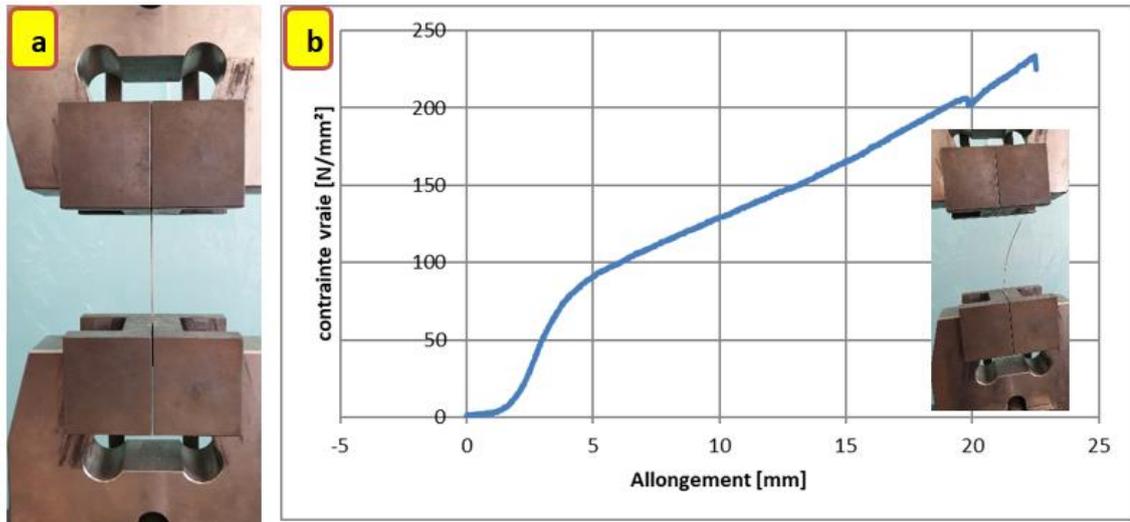


Figure II-5. (a) traction de fibre, (b) courbe de traction de fibre.

Les principales caractéristiques physico-mécaniques des déchets de WFW sont présentées dans le **Tableau II-3**.

Tableau II-3 Propriétés physico-mécaniques des déchets bruts de WFW.

<i>Propriétés</i>	<i>Valeur et unité</i>
Diamètre	409.34 ± 157 (µm)
Densité	1.143 ± 0.019 (g/cm ³)
Absorption d'eau à saturation (50h)	218 ± 13.3 (%)
Contrainte de traction	263 ± 71 (MPa)
Module d'Young en traction	5.95 ± 2.02 (GPa)
Déformation par traction	19.4 ± 8.1 (%)

II.3 Formulation du bio-mortier

Dans cette étude, notre objectif était de formuler une combinaison de base initiale sans fibres végétales et avec des fibres brutes et traitées avec NaOH. Notre volonté était d'examiner l'effet de la présence de fibres végétales et de leur traitement alcalin sur les performances globales du matériau notamment les propriétés mécaniques, physiques et la durabilité des

composites, occupaient une place prépondérante, tout en établissant une référence fondamentale pour les comparaisons ultérieures.

Tableau II-4 Composition des bio-mortiers en fonction du rapport Sable/Ciment g/cm³.

S/C	Sable	Ciment	Eau	Fibre	E/C
3.00	1350	450.0	225	0	0.5
3.03	1350	445.5	225	4.5	0.5
3.06	1350	441.0	225	9	0.5
3.09	1350	436.5	225	13.5	0.5

II.3.1 Formulation adoptée dans le cadre de la présente étude

Plusieurs travaux ont été réalisés sur l'ajout de fibres végétales dans divers mélanges, tels que les mortiers cimentaires [30,64–69]. Ces fibres ont été utilisées comme substituts partiels pour améliorer la contrainte en traction et en flexion de ces mélanges. Les résultats de ces recherches sont prometteurs.

Dans cette phase de notre étude, nous avons examiné 31 formulations de bio-mortiers : un mortier de référence sans fibre, trois bio-mortiers avec des fibres non traitées, et 27 bio-mortiers incorporant différents pourcentages de fibres. Ces mélanges ont été soumis à différents traitements avec des pourcentages variables de NaOH et à des durées d'immersion de 4, 8 et 24 heures. Le traitement des fibres avait pour but de favoriser une meilleure adhérence des fibres à la matrice, ainsi que d'augmenter les propriétés physiques et mécaniques envisagées pour le bio-mortier. Toutes les formulations ont été conçus pour présenter une rhéologie similaire, avec une consistance plastique de 16 ± 2 cm mesurée à la table à choc, rendue possible grâce à un rapport E/C fixé à 0,5. Des bio-mortiers ont été élaborés par substitution partielle du ciment par des déchets de la WFW, avec des taux de fibre de 1, 2 et 3 % (**Tableau II-5**).

Tableau II-5 Formulation des différentes bio-mortiers.

	Code du mortiers	% de fibre	% de NaOH	Temps d'immersion (h)	Sable (g)	Eau (g)	E/C	Ciment (g)	WFW (g)
Mortier de contrôle	CM	/	/	/	1350	225	0.5	450.0	0
Bio-mortiers/WFW non traitée	1 WFW N	1%	/	/	1350	225	0.5	446	4
	2 WFW N	2%	/	/	1350	225	0.5	441	9
	3 WFW N	3%	/	/	1350	225	0.5	436.5	13.5
Bio-mortiers/ WFW traitées	1 WFW 1-4		1%	4	1350	225	0.5	446	4
	1 WFW 1-8		1%	8	1350	225	0.5	446	4
	1 WFW 1-24		1%	24	1350	225	0.5	446	4
	1 WFW 2.5-4		2,50%	4	1350	225	0.5	446	4
	1 WFW 2.5-8	1%	2,50%	8	1350	225	0.5	446	4
	1 WFW 2.5-24		2,50%	24	1350	225	0.5	446	4
	1 WFW 5-4		5%	4	1350	225	0.5	446	4
	1 WFW 5-8		5%	8	1350	225	0.5	446	4
	1 WFW 5-24		5%	24	1350	225	0.5	446	4
	2 WFW 1-4		1%	4	1350	225	0.5	441	9
	2 WFW 1-8		1%	8	1350	225	0.5	441	9
	2 WFW 1-24		1%	24	1350	225	0.5	441	9
	2 WFW 2.5-4		2,50%	4	1350	225	0.5	441	9
	2 WFW 2.5-8	2%	2,50%	8	1350	225	0.5	441	9
	2 WFW 2.5-24		2,50%	24	1350	225	0.5	441	9
	2 WFW 5-4		5%	4	1350	225	0.5	441	9
	2 WFW 5-8		5%	8	1350	225	0.5	441	9
	2 WFW 5-24		5%	24	1350	225	0.5	441	9
	3 WFW 1-4		1%	4	1350	225	0.5	436.5	13.5
	3 WFW 1-8		1%	8	1350	225	0.5	436.5	13.5
	3 WFW 1-24		1%	24	1350	225	0.5	436.5	13.5
	3 WFW 2.5-4		2,50%	4	1350	225	0.5	436.5	13.5
	3 WFW 2.5-8	3%	2,50%	8	1350	225	0.5	436.5	13.5
	3 WFW 2.5-24		2,50%	24	1350	225	0.5	436.5	13.5
	3 WFW 5-4		5%	4	1350	225	0.5	436.5	13.5
	3 WFW 5-8		5%	8	1350	225	0.5	436.5	13.5
	3 WFW 5-24		5%	24	1350	225	0.5	436.5	13.5

Nomenclature des composants :

X% WFW Y-Z : X représente le pourcentage de fibres (%), WFW désigne les déchets de fibres végétales, Y indique la concentration de NaOH (%) et Z représente la durée d'immersion (en heures).

II.3.2 Processus de malaxage

Le mélange des mortiers a été réalisé au moyen d'un mélangeur à arbre vertical d'une capacité de 5 litres (**Figure II-7**). La pale du malaxeur peut fonctionner à des vitesses différentes (rapide et lente). La procédure de mélange répond à la norme (EN 196-1).

- ✓ Nous avons introduit les composants secs (sable, ciment, fibres végétales) dans le malaxeur et nous les avons mélangés durant 3 minutes à faible vitesse pour assurer une bonne répartition des fibres WFW.
- ✓ Ajouter ensuite 80% d'eau et mélanger à faible vitesse durant 2 minutes.
- ✓ On a ajouté les 20 % d'eau qui restaient et on a mélangé le tout durant 2 minutes à faible vitesse.
- ✓ Un mélange à vitesse élevée a finalement été effectué afin d'obtenir un mélange uniforme (2 à 3 minutes environ).

La cohérence des mélanges, évaluée à 16 ± 2 cm pour chaque échantillon, en accord avec la norme européenne EN 1015-6, qui définit un mortier plastique, a été rigoureusement examinée pour tous les mélanges.



Figure II-7. (a) Malaxeur utilisé, (b) Table vibrante utilisée pour la confection des mortiers.

II.3.3 Fabrication des éprouvettes

Le pourcentage de substitution du ciment (en poids) par des déchets WFW à des niveaux variés, soit 1, 2 et 3 %, a été sélectionné pour étudier les propriétés du bio-mortier

résultant de l'incorporation aléatoire de ces déchets. Les mortiers biosourcés contenant du WFW ont été fabriqués conformément à la norme européenne pour la préparation de mortiers standards (NF-EN 196-1) [70]. Après l'intégration des composants solides tels que le ciment, le sable et le WFW, de l'eau a été ajoutée au mélange pour obtenir une consistance uniforme. Le bio-mortier a ensuite été versé en deux étapes dans des moules prismatiques après trois minutes de malaxage, chaque étape étant soumise à 60 coups sur un banc vibrant pour éliminer les bulles d'air en excès en vue des essais de flexion. Les éprouvettes ont été retirés des moules après 24 heures, puis séchés dans un environnement contrôlé (95 % d'humidité et 20 °C) pendant 28 jours avant les tests (**Figure II-8**).

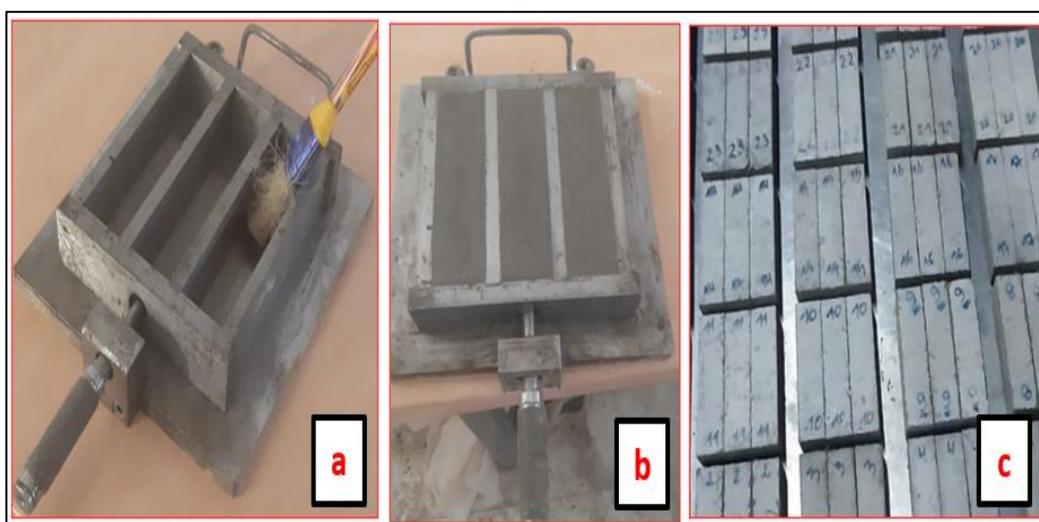


Figure II-8. (a) Moule employé, (b) Arasage du mortier et (c) Cure à l'air libre au laboratoire.

II.4 Techniques expérimentales

Les méthodes abordées dans cette étude visent à évaluer les caractéristiques mécaniques, physiques et la durabilité des mortiers. Cela est réalisé en variant les pourcentages de fibres végétales, qu'elles soient traitées ou non, en substitution partielle du ciment. Nous comparons ensuite ces propriétés avec celles du mortier de base après 28 jours de conservation à l'air libre au laboratoire.

II.4.1 Caractérisation à l'état frais

II.4.1.1 Essai d'étalement

La mesure d'étalement est effectuée dans le but de déterminer la consistance du mortier à l'état frais. Cet essai a été réalisé selon la norme NF EN 12350-5, qui spécifie les paramètres pour mesurer la consistance de la pâte à l'aide d'un petit cône de dimensions suivantes : $D_0=100$

mm, $D_1=70$ mm, et une hauteur de 60 mm. Trois essais ont été effectués au minimum pour obtenir ainsi une moyenne. Le diamètre du mortier affaissé a été mesuré dans deux directions. L'étalement est obtenu par la moyenne des deux paramètres d_1 et d_2 , exprimés en millimètres. d_1 et d_2 correspondent aux diamètres de la plaque de silicium. La procédure de mesure d'étalement se déroule comme suit :

- ✓ Le cône est rempli de deux épaisseurs, compactées chacune par 10 chocs avec un pilon afin que le matériau soit homogène dans le tronc de cône de la base. L'excès de matière est ensuite enlevé à l'aide de la règle métallique.
- ✓ Le cône est ensuite levé doucement et verticalement, puis la table d'agitation est activée pour effectuer 15 chocs au rythme d'un par seconde sur le composite.

La **Figure II-9** décrit le processus de mesure de l'étalement.



Figure II.9. Mesure d'étalement à table de choc.

II.4.1.2 Mesure de la masse volumique

Les étapes de la mesure de la masse volumique à l'état frais sont les suivantes :

1. L'échantillon frais est prélevé et préparé conformément aux spécifications de l'essai (**Figure II-10**).
2. L'échantillon est pesé avec précision à l'aide d'une balance de laboratoire appropriée. La masse de l'échantillon est enregistrée.
3. Mesure du volume du récipient.
4. Calcul de la masse volumique selon l'équation suivante (g/cm^3).

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V}$$

ρ : la masse volumique, en kg/m^3 ;

V : le volume du récipient, en m^3 .

m_1 : la masse du récipient vide, en kg ;

m_2 : la masse du récipient entièrement rempli serré à refus, en kg ;



Figure II-10. Mesure de la masse volumique de bio-mortier.

II.4.1.3 Mesure de l'air occlus

La **Figure II-11** présente le dispositif appelé aéromètre, utilisé pour mesurer l'air occlus dans le mortier qui est placé dans la cuve de l'aéromètre. Dans ce processus, de l'eau est versée à la surface du mortier, puis une pression est appliquée pour forcer l'eau à pénétrer dans le mortier, expulsant ainsi l'air contenu dans les pores. Le niveau d'eau diminue alors, ce qui reflète le volume d'air extrait du mortier.



Figure II-11. Dispositif de mesure de l'air occlus.

II.4.2 Caractérisation à l'état durci

II.4.2.1 Essai de flexion 3 points

Après avoir achevé le processus de malaxage, nous procéderons au remplissage de moules prismatiques métalliques de dimensions $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$. Ces moules serviront à réaliser des essais mécaniques portant sur la résistance en compression et en flexion, avec une période de cure de 28 jours. Au cours des essais, les éprouvettes seront maintenues dans des conditions ambiantes contrôlées en laboratoire comme illustré dans la **Figure II-12**.

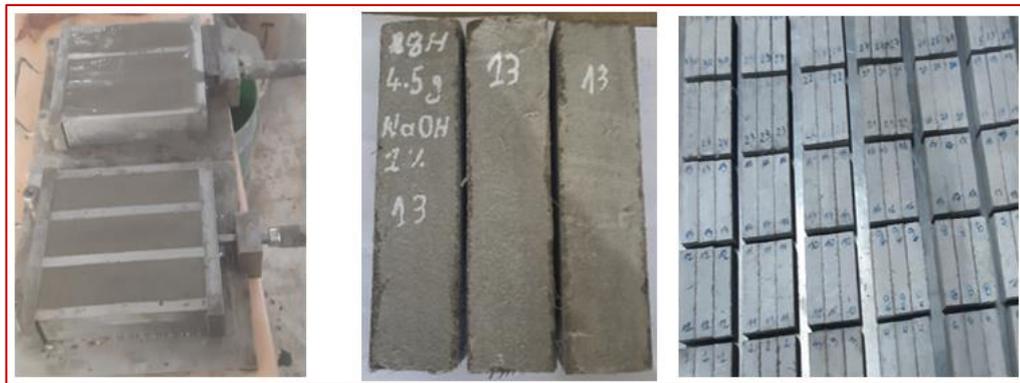


Figure II-12. Préparation des éprouvettes pour les essais en flexion.

Le test de flexion trois points est un classique de la mécanique. Il correspond à un essai d'une poutre ayant une longueur L reposant sur deux supports simples et subissant une charge ponctuelle P exercée au centre de la poutre (**Figure II-13**).

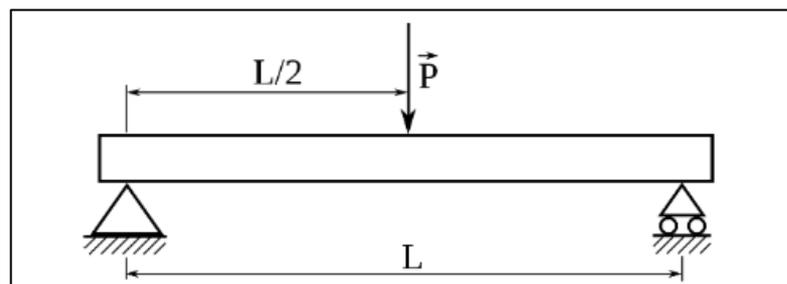


Figure II-13. Mécanisme pour essai de flexion.

La contrainte de flexion est déterminée selon l'équation :

$$R_f = \frac{3 \times F_{max} \times L}{2 \times b \times h^2}$$

Avec :

- R_f : Contrainte de flexion (MPa) ;
- F_{max} : Effort de flexion maximal entraînant la rupture (N) ;
- L : Espacement entre les supports (mm) ($L= 100$ mm) ;
- h et b : Hauteur et largeur de l'échantillon respectivement ($b = h = 40$ mm)

Le test de flexion 3-points a été réalisé sur des éprouvettes de bio-mortiers prismatique de dimensions $40 \times 40 \times 160$ mm³, conformément à la norme NF EN 196-1. L'opération a été effectuée en utilisant une presse électromécanique Zwick/Roell (**Figure II.14**), d'une capacité de 5 kN. 31 échantillons ont été soumis à l'analyse. Ces tests ont été effectués par groupes de trois spécimens de chaque formulation, après une période de maturation de 28 jours.



Figure II-14. La presse électromécanique du test de flexion.

II.4.2.2 Test de compression

Après avoir soumis l'éprouvette à la flexion, nous avons procédé à un essai de compression sur les deux moitiés de celle-ci $4 \times 4 \times 4$ cm³. Pour ce faire, nous avons utilisé une presse équipée d'une machine d'essai automatique de compression UTEST, d'une capacité de 2000 kN (**Figure II.16**), conformément à la norme NF EN 196-1. La **Figure II-15** montre le dispositif de compression avec le plaquette 4×4 cm²

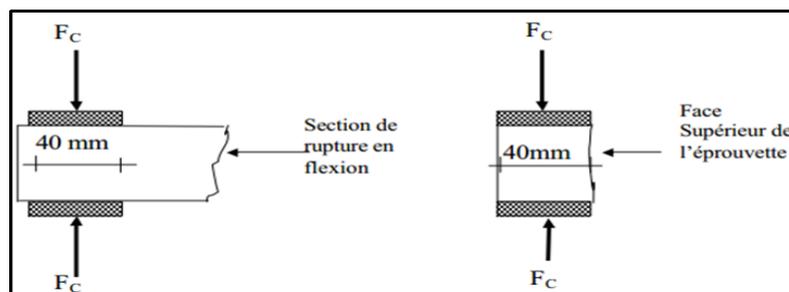


Figure II-15. Dispositif pour le test de compression.

La **Figure II-16** illustre la position de l'éprouvette au centre du plateau de la presse. Entre l'éprouvette et la plaque métallique de compression, il y a une surface de contact de 16 cm². La résistance de compression est déterminée en utilisant l'équation suivante :

$$R_c = \frac{F_c \max}{b \times h}$$

Avec :

- R_c : La contrainte de compression en (MPa)
- $F_{c \max}$: Effort de compression maximal entraînant la rupture (N)
- h et b : Hauteur et largeur de l'échantillon respectivement ($b=h=40$ mm)



Figure II-16. La presse électromécanique du test de compression.

II.4.23 Essai d'auscultation dynamique

L'essai ultrasonique des matériaux est un outil essentiel pour assurer la sécurité, la qualité des structures dans de nombreux domaines d'application. Son utilisation permet de contrôler la qualité et d'optimiser les processus de fabrication de manière non destructive et efficace. Les fonctionnalités fondamentales de tous les équipements se trouvant sur le marché incluent un générateur d'impulsions ainsi qu'un récepteur d'impulsions [71], comme indiqué dans la **Figure II.17**.



Figure II-17. Appareil de mesure de propagation des ondes ultrasoniques.

Cet essai est exécuté conformément à la norme NF EN 12504-4 [72], et il est réalisé sur des échantillons prismatiques ($40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ exposés à l'air libre durant 28 jours. Une fois l'appareil activé, le temps de propagation est mesuré en microsecondes (μs). Il convient de déterminer la distance entre les transducteurs avec une précision de 1 % afin de déterminer la vitesse de propagation en utilisant l'équation suivante :

$$V = \frac{L}{T}$$

Avec :

V : Vitesse de propagation des ultrasons dans le matériau en (m/s).

L : Distance qui sépare l'émetteur du récepteur en (m).

T : Durée de transmission en (μsec).

Le **Tableau II-6** présente une classification typique de la qualité du béton à l'aide de mesures de vitesse d'impulsion ultrasonore. Pour un mélange particulier, la relation dépend de l'âge du béton, des conditions de mûrissement et de la teneur en humidité locale.

Tableau II-6 Classification du béton sur la base de mesures des vitesses d'impulsions ultrasoniques.

UPV : m/s	> 4500	3500 - 4500	3000 - 3500	2000 - 3000	< 2000
Qualité du béton	Excellent	Bon	Douteux	Pauvre	Très pauvre

II.4.24 Absorption capillaire de l'eau

Des échantillons prismatiques des mortiers de 4x4x16 cm³ ont été utilisés pour tous les essais (**Figure II-18**). Le test de l'absorption capillaire a été conduit selon les recommandations de l'Association Française de Génie Civil. La procédure est la suivante :

- Séchage des éprouvettes dans un four à 70°C pour atteindre une masse fixe de sorte que $\Delta m/\text{jour} \leq 0,1\%$ afin que les échantillons soient complètement desséchés.
- Imperméabilisation des faces externes des éprouvettes avec deux couches, l'une en aluminium et l'autre en plastique, excepté la face faisant le but de la présente investigation.
- Mesure de la masse sèche et placement des faces à examiner dans une cuvette de 5 mm d'épaisseur d'eau.
- La prise de poids des échantillons est mesurée en cours du temps (10 à 72h).
- Détermination de la sportivité et de la quantité d'eau absorbée.



Figure II-18 Image du test d'absorption capillaire.

Le coefficient d'absorption capillaire est déterminé, à chaque temps de prise de mesure (t), selon la formule suivante:

$$C_t = \frac{M_t - M_0}{A}$$

Où :

- C_t : Valeur du coefficient d'absorption au temps t (g/cm²),
- A : Surface de la section transversale de l'éprouvette 4*4 (cm²),
- M_t : Masse durant le temps t (g),
- M_0 : Masse de l'échantillon à l'origine (g).

II.4.2.5 Porosité accessible à l'eau

La détermination de la porosité accessible à l'eau et de la masse volumique apparente et a été effectuée par la méthode de la pesée hydrostatique conformément à la norme ASTM C642 [73]. Ces mesures ont été effectuées suite au séchage à l'air libre, pendant une durée de 28 jours, des spécimens de dimensions $40 \times 40 \times 160$ mm³. Elle représente un important indicateur pour la qualité des matériaux. La porosité hydrique est déterminée en quantifiant la variation de masse d'un échantillon entre son état sec et son état saturé en eau. La méthode employée consiste en la pesée hydrostatique, comme illustré dans [la Figure II-19](#), et est vraisemblablement la plus élémentaire parmi toutes les méthodes disponibles pour évaluer les divers indicateurs de durabilité. Chaque essai réalisé sur trois échantillons et comprend les procédures suivantes :

- 1- Déterminer la masse des portions et les sécher au four à une température de 100 à 110 °C pendant au moins 24 h. Après avoir retiré chaque échantillon de l'étuve, le laisser à l'air sec (de préférence dans un dessiccateur) jusqu'à une température de 20 à 25 °C et déterminer la masse. Si la différence entre les valeurs obtenues à partir de deux valeurs successives de masse dépasse 0,5 % de la valeur la plus faible, remettre les échantillons au four pour une période de séchage supplémentaire de 24 heures et répéter la procédure jusqu'à ce que l'écart entre deux valeurs consécutives soit inférieur à 0,5 % de la valeur minimale obtenue. Désignons cette dernière valeur « **A** ».
- 2- La masse saturée après ébullition peut être obtenue en plaçant l'échantillon traité dans un récipient adéquat, en le recouvrant d'eau du robinet, puis en le faisant bouillir pendant 5 heures. Il convient de laisser le système refroidir naturellement pendant une durée minimale de 14 heures, jusqu'à ce que sa température atteigne un niveau compris entre 20 et 25 °C. Retirez l'humidité de la surface avec une serviette et déterminez la masse de l'échantillon. Désignons la masse trempée, bouillie et séchée en surface « **C** ».
- 3- La masse apparente immergée de l'échantillon peut être déterminée en le suspendant par un fil après immersion et ébullition, puis en mesurant sa masse apparente dans l'eau. Désignons cette masse apparente « **D** ».

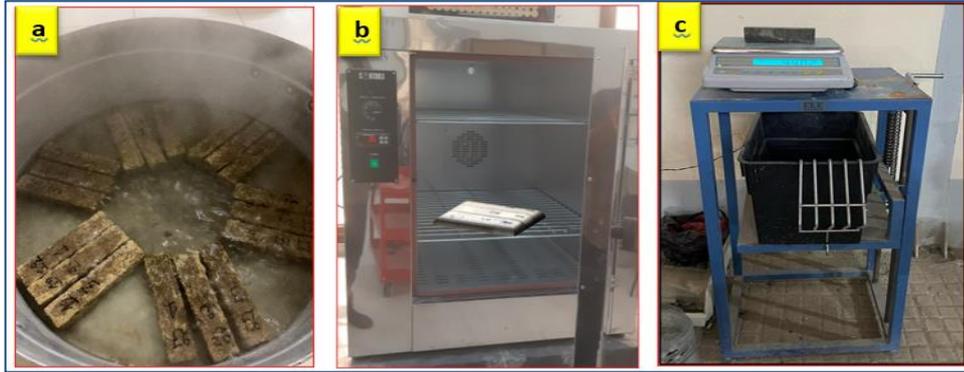


Figure II-19 Dispositif de mesure de la porosité accessible à l'eau, (a) ébullition des éprouvettes, (b) four pour séchage, (c) Pesée hydrostatique.

En utilisant les valeurs de masse déterminées conformément aux procédures décrites, le volume d'espace poreux perméable (vides) déterminer selon la formule suivante :

$$P = \frac{C - A}{C - D} X(100)$$

où:

A = masse d'échantillon séché au four dans l'air, g

C = masse d'échantillon séchée en surface dans l'air après immersion et ébullition, g

D = masse apparente de l'échantillon dans l'eau après immersion et ébullition, g.

II.4.2.6 Tests d'attaque à l'acide sulfurique

Les tests d'attaque à l'acide sulfurique H_2SO_4 sont des procédures utilisées dans différents domaines, notamment la chimie, la métallurgie et l'analyse des matériaux. Ces tests ont pour but de mesurer la résistance ou la réactivité d'un matériau à l'acide sulfurique. Cette méthode est souvent employée pour déterminer la corrosion des métaux et des alliages. Ce test a pour principe d'exposer le matériau dans une solution de H_2SO_4 de concentration spécifique à une température contrôlée pendant une période définie. Ensuite, les changements physiques, chimiques ou structurels survenus sur le matériau après l'exposition sont évalués (**Figure II-20**). Cela peut inclure des mesures de perte de masse, d'apparence de surface, de formation de produits de corrosion ou d'autres caractéristiques pertinentes. Les examens d'attaque réalisés à l'aide d'acide sulfurique sont précieux pour évaluer la durabilité des matériaux dans des environnements corrosifs où l'acide sulfurique est présent, comme dans les installations de traitement des eaux, l'industrie chimique, ou même dans des applications domestiques comme les batteries au plomb-acide.

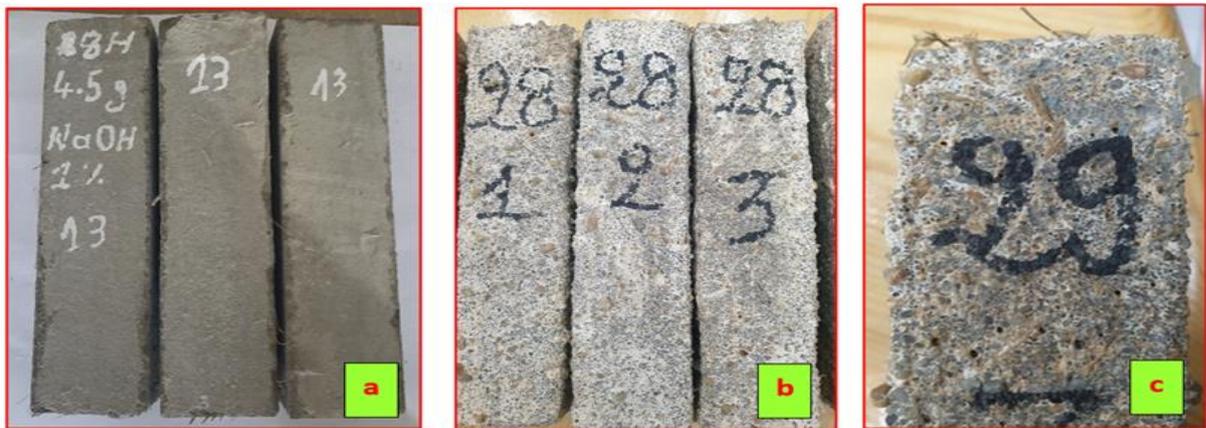


Figure II. 20 Étapes de dégradation des mortiers par H_2SO_4 : (a) état initial, (b) état après 90 jours et (c) état final après 175 jours.

Le solution utilisée est de l'acide sulfurique (H_2SO_4) à une concentration de 5% avec un pH (< 1) [63]. Une telle concentration est fréquemment adoptée par les auteurs dans la littérature. Opter pour des pourcentages plus faibles exigerait davantage de temps d'investigation, raison pour laquelle nous avons opté pour une concentration de 5%, représentant le niveau maximum pour un environnement très agressif. La masse initiale des éprouvettes avant l'attaque est appelée M_1 . Elles sont nettoyées avec de l'eau douce après chaque immersion dans l'acide sulfurique pour enlever le mortier endommagé, avant d'être séché durant 7 jours et d'être à nouveau immergé avec des solutions fraîchement préparées pour l'attaque. Par la suite, ils sont pesés (M_2) en utilisant une balance de précision de 0,01 gramme. Il est nécessaire de renouveler les solutions d'attaque tous les 15 jours, en suivant un cycle de mouillage-séchage de 7 jours sur 7, en fonction du pH.

Dans le but d'examiner la durabilité des spécimens face à l'attaque de l' H_2SO_4 , on vérifie leur résistance aux agressions chimiques en mesurant leur diminution de poids. La détermination du degré d'attaque de l'acide sulfurique (H_2SO_4) est effectuée selon la norme ASTM C 267-96 [74], en se basant sur la formule suivante pour évaluer la perte de poids :

$$Perte\ de\ poids = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100$$

M_1 et M_2 représentent respectivement les masses en grammes des spécimens d'essai réalisés avant et après leur immersion dans l'acide sulfurique.

II.5 Diagnostic de fibres WF par différentes techniques : DRX, FTIR et MEB

II.5.1 Analyse de fibres WF par DRX :

La diffraction des rayons X (DRX) est une approche analytique cruciale pour la qualification des matériaux cristallins à grains fins, y compris le béton et les mortiers. Bien que cette méthode ne soit généralement pas adaptée aux matériaux amorphes, ces matériaux peuvent néanmoins diffuser les rayons X et subir une cristallisation partielle. La puissance de la DRX réside dans sa capacité à fournir des données quantitatives rapides et précises sur les caractéristiques structurales des cristaux et sur l'abondance des différentes phases présentes dans les matériaux à base de ciment, à condition qu'elle soit exécutée correctement. La technique employée consiste généralement à soumettre l'échantillon à un bombardement de rayons X et analyser les rayons X diffusés en fonction de leur orientation dans l'espace. Cette interaction génère un spectre, appelé diffraction des rayons X (DRX), en raison de l'excitation des photons. Ce spectre présente des raies caractéristiques des différents éléments présents dans l'échantillon. Pour notre étude, les analyses DRX ont été réalisées au laboratoire LEVRES de l'Université d'El Oued, à l'aide d'un diffractomètre de type AXRD benchtop POWDER Diffractometer-Proto Manufacturing, avec une longueur d'onde $\text{Cu K}\alpha$ de 1,54251 Å et une géométrie $\theta/2\theta$. Les échantillons analysés comprenaient des fibres WF, à la fois non traitées et traitées avec NaOH pendant 4 heures, qui avaient été préalablement broyées et tamisées (passant à 80 μm). Les résultats obtenus ont été traités à l'aide du logiciel X'Pert HighScore. Les résultats de traitement par DRX est illustrée ci-dessous ([Figure II-21](#) et [II-22](#)).

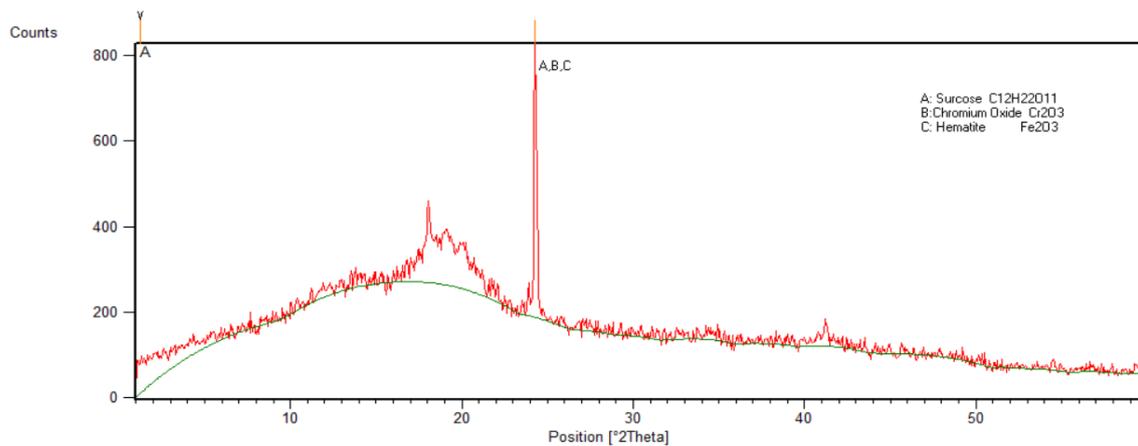


Figure II. 21 Traitement par DRX de fibre de WF non traitée

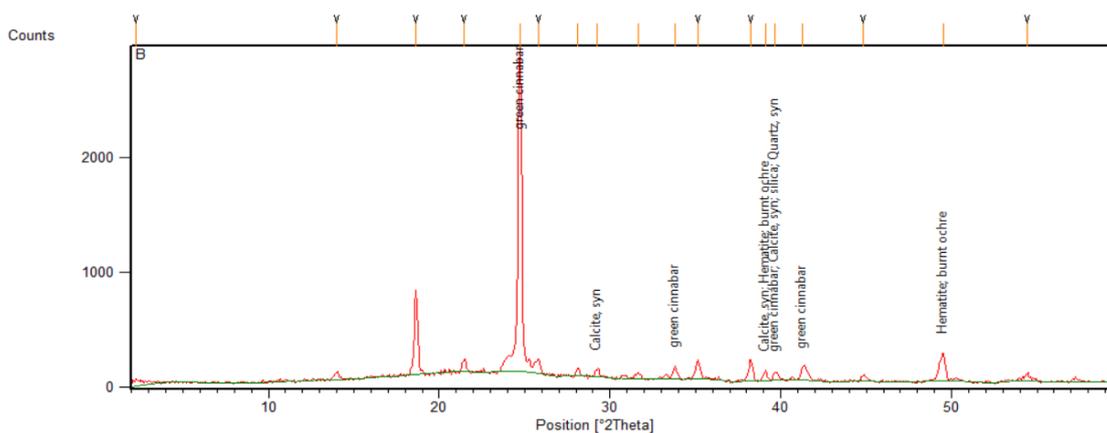


Figure II. 22 Traitement par DRX de fibre de WF traitée d'une durée de 4h.

Les fibres de *Washingtonia filifera*, également connues sous le nom de palmier éventail de Californie, sont essentiellement composés d'hémicellulose, de cellulose, de lignine, et d'autres composés. Le sucrose ($C_{12}H_{22}O_{11}$) est un sucre présent dans la sève de nombreuses plantes, mais il n'est pas typiquement un constituant principal des fibres végétales structurales comme celles des feuilles ou des troncs de palmier. Les fibres végétales comme celles de *Washingtonia filifera* sont surtout composées de polymères structuraux (cellulose, hémicellulose et lignine) plutôt que de sucres solubles comme le sucrose. Le sucrose est plus souvent trouvé dans les parties de la plante où l'énergie est stockée ou transportée, comme dans les fruits, les tubercules, ou les tiges sucrières. Donc, il est peu probable que les fibres de *Washingtonia filifera* contiennent une quantité significative de sucrose. De plus cette fibre présentée un pourcentage de l'oxyde chromique et un autre oxyde ferrique. Après traitement chimique par NaOH d'une durée de 4h, il est évident que la composition chimique donnée par DRX a été changé, est formulé finalement par les composants suivants : Calcaire, Silice, oxyde ferrique et un grand pic représente l'oxyde chromique.

II.5.2 Analyse de fibres WF par FTIR :

La spectroscopie FT-IR repose sur des interactions entre le rayonnement infrarouge et l'échantillon, qu'il s'agisse d'un liquide, d'un solide ou d'un gaz. Cette technique évalue les fluctuations de fréquence auxquelles un spécimen capture le rayonnement, ainsi que l'intensité de ces absorptions. Ces fluctuations sont cruciales afin d'identifier les composants chimiques présents dans l'échantillon, car les différents groupements fonctionnels absorbent le rayonnement à des fréquences spécifiques. L'intensité des absorptions peut être utilisée pour évaluer la teneur des composants de l'échantillon.

Cette expérience a été réalisée dans le laboratoire de recherche de chimie à l'Université d'El Oued. La mesure des spectres FT-IR a été réalisée au moyen d'un spectrophotomètre SHIMADZU IRAffinity-1. Pour enregistrer les spectres des échantillons de fibres, ceux-ci ont été broyés en poudre, mélangés à une petite dose de poudre de KBr (bromure de potassium) (0,198 g de KBr pour 0,002 g de fibre) puis compactés pour former un disque. Les spectres ont été enregistrés dans la plage de fréquences de la partie moyenne de l'infrarouge (4000 à 400 cm^{-1}) à une résolution de 8 cm^{-1} . Les résultats obtenus sont présentés ci-dessous (**Figure II-23**)

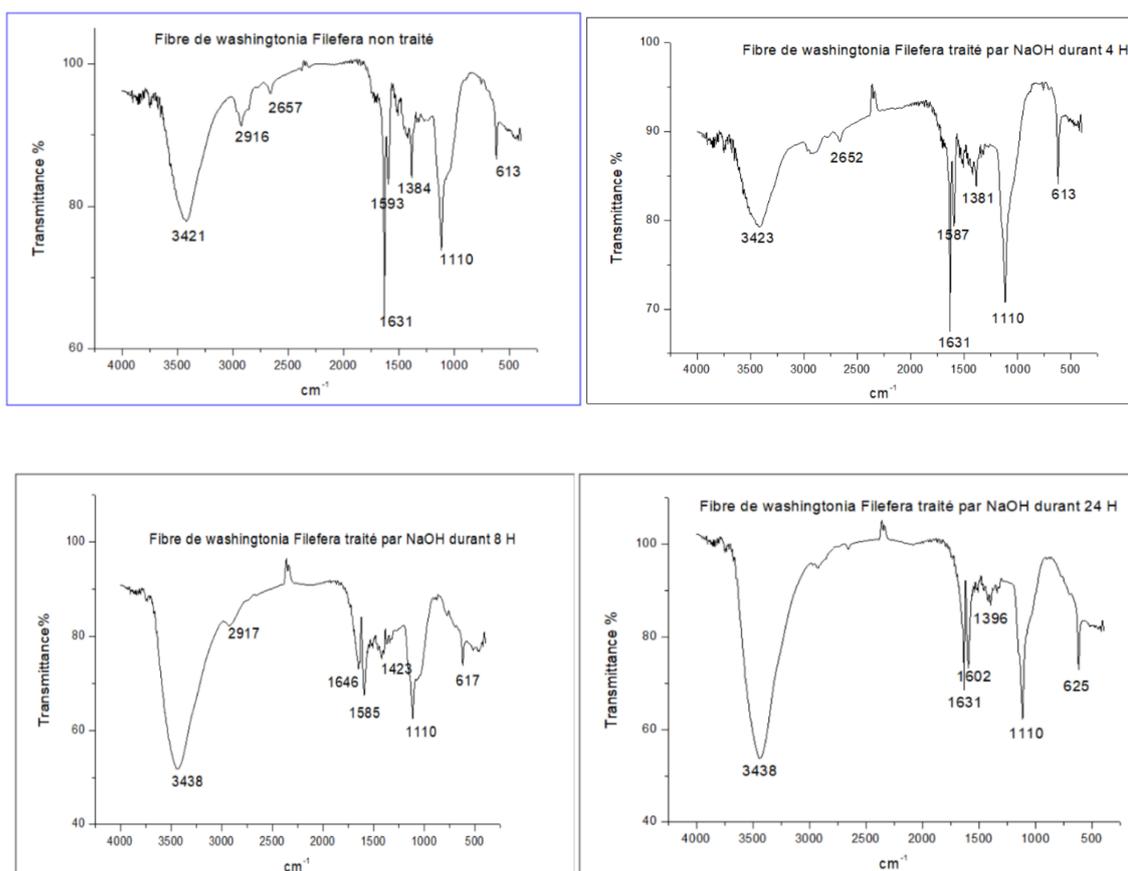


Figure II- 23 Traitement par FTIR de fibre de WFW à diffèrent de temps d’immersion en NaOH.

L’intensité des bandes dans un spectre infrarouge (IR) varie selon un certain nombre de paramètres, dont la concentration du matériau, la symétrie de la molécule, les transitions électroniques et les vibrations moléculaires. Une description générale de l’intensité des bandes IR pour le matériau WF sans traitement et avec traitement de 4, 8 et 24 h sont discutés ci-dessous :

Calcite : Dans le spectre IR, les bandes d'absorption majeures de la calcite sont généralement de forte intensité. Ces bandes sont souvent observées autour de 1420 cm^{-1} (liaisons C-O de la calcite). Dans notre cas on trouve : 1381,1384,1396 et 1423.

Hématite : Dans le spectre IR, les bandes d'absorption de l'hématite sont généralement de forte à moyenne intensité. Les bandes caractéristiques incluent celles autour 1630-1680 cm^{-1} . Dans notre cas on trouve :1631 et 1646.

Oxyde chromique : Les bandes d'absorption de l'oxyde chromique dans le spectre IR sont généralement de faible intensité. Les principales bandes sont observées autour 650 cm^{-1} Dans le cas étudié on trouve 613, 617 et 625 (vibrations de liaison Cr-O-Cr).

Le spectre d'absorption infrarouge (IR) du saccharose ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$) présente plusieurs bandes caractéristiques associées aux vibrations des liaisons chimiques présentes dans la molécule. Dans le cas de WF, quelques-unes des bandes d'absorption typiques observées dans le spectre IR du saccharose :

- Une bande large et intense autour de 3300 cm^{-1} (3421, 3423 et 3438) correspondant aux vibrations d'étirement des liaisons O-H des groupes hydroxyle (-OH) présents dans le saccharose.
- Une bande moyenne à forte vers 2930 cm^{-1} (2916 et 2917) associée aux vibrations d'étirement des liaisons C-H des groupes méthyle et méthylène (-CH₃, -CH₂-) présents dans le saccharose.
- La bande d'absorption à 1110 cm^{-1} observée dans le spectre IR du saccharose est attribuée aux vibrations des liaisons C-O, en particulier des liaisons éther qui sont présentes dans sa structure. Ces vibrations sont spécifiques des liaisons entre les atomes de carbone et d'oxygène présents dans les cycles de fructose et de glucose constituant le saccharose.

II.2.5.3 Analyse microstructurale de la fibre par MEB

La **Figure II-24** illustre des micrographies de la surface de la vue topographique longitudinale obtenue avec le MEB de la fibre *Washingtonia filifera*. Cette figure montre que la morphologie de la surface de la fibre est rugueuse et n'est pas identique puisque les fibres de *Washingtonia* ont été directement exposées à leur milieu naturel résultant du changement climatique. Le MEB associé à l'analyse par EDS est une technique puissante pour étudier la structure des matériaux cimentaires. Bien que des progrès aient été réalisés depuis les premières images de fracture en MEB en 1966, de nombreuses images publiées ne fournissent pas d'informations utiles, malgré la large utilisation de cette technique en science du ciment. Cela représente un gaspillage de temps de recherche considérable. L'image par MEB d'une

fibre de WF traitée par NaOH présentée ci-dessous (**Figure II-24**) est réalisée au laboratoire de chimie de l'université d'el oued La photo au MEB a révélé la structure externe de la fibre, mettant en évidence la structure cellulosique du matériau. Une analyse par EDS a donné la concentration atomique et massique de fibre soumis à cette expérimentation.

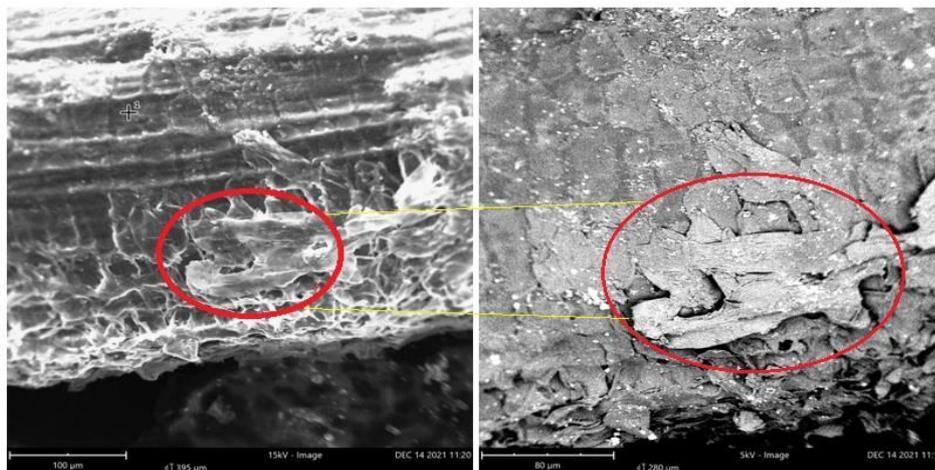


Figure II- 24 Photos MEB de Fibre WFW.

II.2.5.4 Analyse thermogravimétrique de mortier contenant la fibre WF

Une analyse thermogravimétrique ATG/ATD a été réalisée à l'École Nationale d'Ingénieurs de Gabès (ENIG, Tunisie). Des morceaux de mortier de 28 jours sont séchés à 60°C afin de voir leur masse se stabiliser, puis broyés afin d'éliminer l'eau libre tout en conservant les hydrates. De petites quantités de poudre (30-45 mg) ont été placées dans une thermobalance SETARAM SETSYS Evolution -1750 et chauffées sous atmosphère d'azote jusqu'à 600°C à une vitesse de 10°C/min. La balance à fléau a mesuré la variation de masse des échantillons de mortier pendant le chauffage. Le système SETSYS associe des détecteurs ATG, DSC et ATD à un réglage précis de l'atmosphère et du four, ainsi qu'un logiciel performant, offrant des données et une flexibilité inégalée.

II.6 CONCLUSION

Ce chapitre a été dédié à la présentation des caractéristiques des diverses matières premières utilisées dans la fabrication des matériaux composites étudiés, mettant notamment l'accent sur les fibres WFW. Le recours à ces fibres dans les mortiers peut engendrer des changements au niveau de l'agencement des granules, la rhéologie du matériau et la cohérence de la matrice, par conséquent, les caractéristiques mécaniques et physiques ainsi que la durabilité du matériau. Dans ce chapitre, nous avons exploré en profondeur les fondements de la recherche en génie civil. À travers une série d'analyses et de tests, nous avons cherché à

comprendre les propriétés essentielles des matériaux de construction et les méthodes pour les évaluer. Nous avons examiné en détail les techniques de mesure des caractéristiques des matériaux secs et des mortiers à l'état durci et frais, telles que l'étalement, la porosité, la masse volumique et d'autres paramètres clés, ainsi que les protocoles expérimentaux utilisés pour obtenir des données fiables, comme la caractérisation physico-mécanique et chimique.

Ce chapitre a souligné l'importance de la caractérisation précise des matériaux dans la conception et la construction d'infrastructures durables et sûres. En comprenant les propriétés spécifiques des matériaux, nous sommes mieux équipés pour prendre des décisions éclairées à travers le secteur de la construction, depuis la sélection des matériaux jusqu'à leur mise en œuvre sur le terrain.

Ce chapitre a également souligné la nécessité d'une rigueur méthodologique dans la réalisation des expériences. Des protocoles expérimentaux bien définis et des techniques de mesure précises sont essentiels pour garantir la pertinence et la fiabilité des résultats atteints. En conclusion, ce chapitre constitue une base solide pour la suite de notre étude. Il nous fournit les connaissances et les outils nécessaires pour caractériser efficacement les matériaux de construction et pour mener des expériences précises et informatives dans le domaine du génie civil.

CHAPITRE III :

ANALYSE ET DISCUSSION DES RESULTATS

ANALYSE ET DISCUSSION DES RESULTATS

III.1 INTRODUCTION

Ce chapitre examine les résultats obtenus d'un programme expérimental mené dans le cadre de cette recherche. Le domaine des mortiers, comprenant divers types de granulats et de fibres est vaste et englobe de nombreuses études. Cependant, la présente recherche a porté principalement sur la fabrication de mortiers à partir de sable de rivière et de fibres végétales telles que le *Washingtonia filifera*. Cette partie expérimentale expose les fondements nécessaires à l'étude de la rhéologie de ce mortier à l'état frais, ainsi qu'à la caractérisation de ses propriétés physiques et mécaniques une fois durci, y compris sa durabilité.

III.2 Caractérisation des mortiers à l'état frais

III.2.1 Ouvrabilité

L'ouvrabilité du mortier renforcé par des fibres végétales fait référence à sa capacité à être facilement manipulé et travaillé pendant sa mise en place, tout en maintenant une dispersion aléatoirement des fibres dans la matrice cimentaire. Cela englobe la facilité à étaler, à compacter et à modeler le mortier sans provoquer de séparation excessive des fibres. Une bonne ouvrabilité dans ce contexte implique également une distribution homogène des fibres dans tout le mélange de mortier, permettant ainsi d'optimiser les performances mécaniques du matériau fini.

La **Figure III-1** présente les étalements des mortiers étudiés. Ces étalements sont exprimés en termes de rapport par rapport au diamètre initial du cône d'essai, qui mesure 10 cm à la base inférieur et 7 cm de diamètre supérieur, avec une hauteur de 6 cm. Pour le mortier de référence, l'étalement égale 19 cm, ce qui correspond à la consistance typique d'un mortier plastique. Nous avons observé que l'ajout de 1% de fibres donnait la meilleure performance en termes d'étalement lorsque combiné avec une solution à 2,5% de NaOH après une immersion de quatre heures.

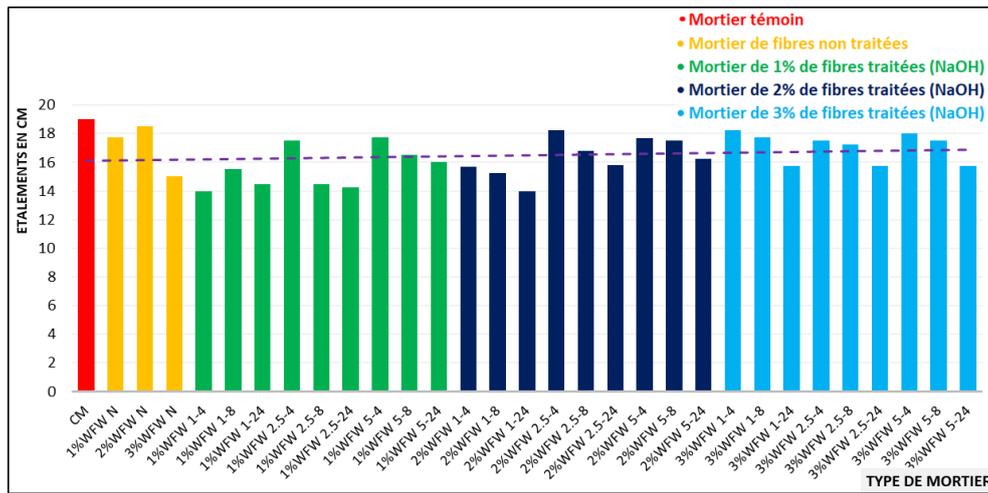


Figure III-1 Etalements des mortiers en fonction du % de la teneur de fibre et temps d’immersion.

Le trait horizontal discontinu est une représentation graphique de la courbe de tendance, qui est essentiellement la moyenne des valeurs expérimentales de tous les mélanges testés. En d'autres termes, il offre une vue générale de la tendance observée à travers l'ensemble des données expérimentales.

III.2.2 Densité apparente

La densité apparente du mortier fait référence à la masse du mortier par unité de volume, incluant à la fois les composants solides et les vides entre les particules. Elle est souvent exprimée en kilogrammes par mètre cube (kg/m^3) ou g/cm^3 selon les unités de mesure utilisées. Cette mesure est importante dans la conception et le contrôle de qualité des matériaux de construction, car elle influence diverses propriétés du mortier telles que sa résistance, sa durabilité et sa capacité à supporter des charges. **La Figure III-2** présente les valeurs de la densité à l'état frais variant dans un intervalle entre 1933 et 2216 kg/m^3 .

Il a été observé que la densité diminuait au fur et à mesure que le pourcentage de fibres végétales augmentait. En particulier, le mortier à 2% de fibres a montré une plus grande légèreté par rapport au mortier témoin et aux autres compositions. De plus, ces formulations ont également montré une résistance à la compression supérieure à celle des compositions contenant 3 % de fibres.

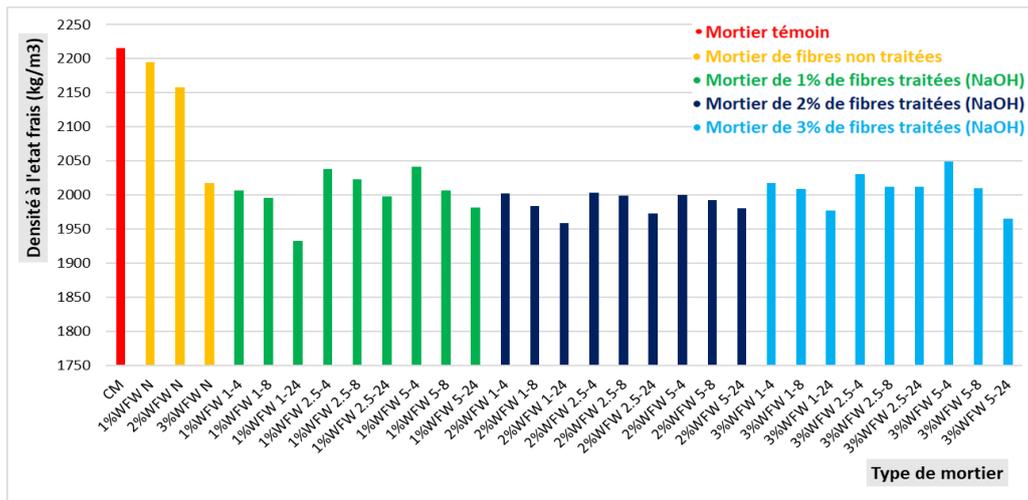


Figure III-2 Densité à l'état frais des bio-mortiers en fonction du pourcentage de la teneur de fibre et du temps d'immersion.

III.2.3 Air occlus

Les données sur l'air occlus, obtenues à partir des mesures expérimentales des masses volumiques à l'état frais, sont illustrées dans la Figure III-3. La teneur en air du mortier de référence (CM) est évaluée à $2.1 \pm 0,09$ %. Cette valeur d'air entraîné est relativement basse pour un mortier, les valeurs typiques se situant entre 3 et 6 % [75]. L'incorporation de fibres végétales non traitées semble avoir un impact significatif sur la teneur en air, car les mortiers 1% WFW N, 2% WFW N et 3% WFW N présentent une teneur en air plus élevée que le mortier sans fibre CM. Cependant, l'ajout de fibres WFW dans les mortiers entraîne une augmentation significative de la teneur en air des mélanges. La teneur en air du mortier 3% WFW N est évaluée à $5,4 \pm 1,02$ %, ce qui représente environ deux fois et demi celle du mortier de référence (CM).

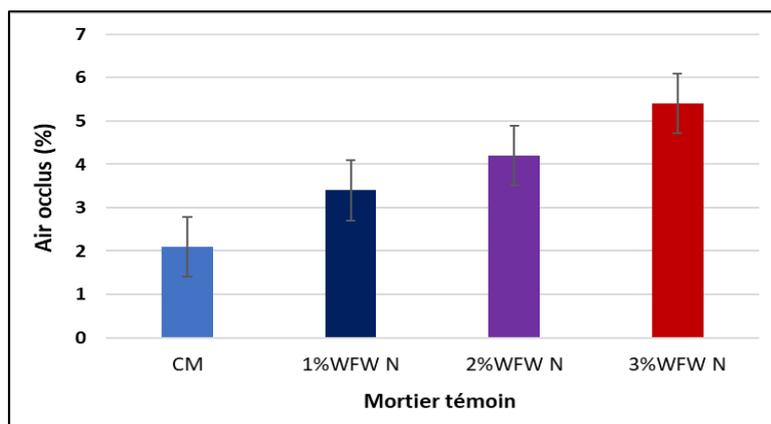


Figure III-3 Teneur en air des mortiers témoins avec différents taux de fibres végétales non traitées.

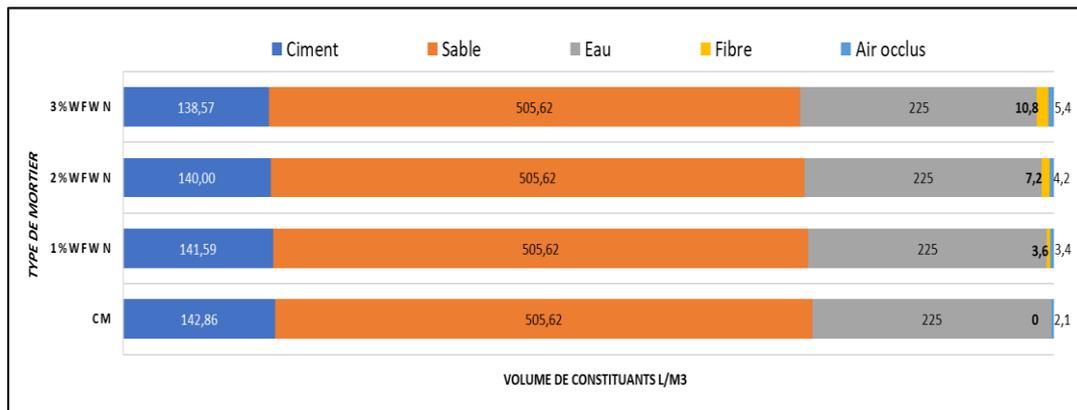


Figure III-4 Proportions volumiques des constituants des mortiers en fonction de la teneur en air.

De plus, l'accroissement de l'air occlus entraîne une réduction de la proportion théorique du ciment, un composant qui exerce une forte influence sur la résistance des matériaux cimentaires. Il est donc important de recalculer les proportions volumétriques des constituants des mortiers en tenant compte de la teneur en air. Par exemple, comme illustré dans la [Figure III-4](#), la proportion en volume du ciment passe de 142.86 l/m³ pour CM à 138.57 l/m³ pour les bio-mortiers 3%WFW N, ce qui représente une diminution d'environ 3% de la dose de ciment en volume, une variation non négligeable.

III.3 Caractérisation des mortiers à l'état durci

III.3.1 Propriétés mécaniques

Les caractéristiques mécaniques d'un composite à base de fibres sont largement influencées par plusieurs facteurs essentiels, notamment la concentration en fibres, leur arrangement directionnel, ainsi que l'efficacité du transfert de charge à l'interface entre la fibre et la matrice. L'adhésion interfaciale, résultant d'une combinaison de divers phénomènes physiques et chimiques entre les fibres et la matrice au niveau de cette interface, joue un rôle crucial [76].

III.3.1.1 Résistance à la compression

Les résultats de compression, obtenus à partir d'échantillons de 40x40x40 mm provenant de divers types de mortiers, sont illustrés dans la [Figure III-5](#). Cette figure montre les résultats pour tous les types de mortier examinés dans l'étude après 28 jours de séchage à l'air. En général, une amélioration significative de la résistance à la compression est observée avec l'incorporation de 1 % de fibres WFW non traitées, ainsi qu'avec l'ajout de 1 % et 2 % de fibres WFW traitées par rapport au mortier de référence CM. Après immersion pendant 4 heures dans une solution de NaOH à 1%, ces derniers ont également montré des gains significatifs de 3,74%, 5,62% et 3,37% respectivement au niveau de la résistance à la compression. Ces résultats mettent en lumière l'impact positif du traitement des fibres et de leur concentration sur les propriétés mécaniques du matériau.

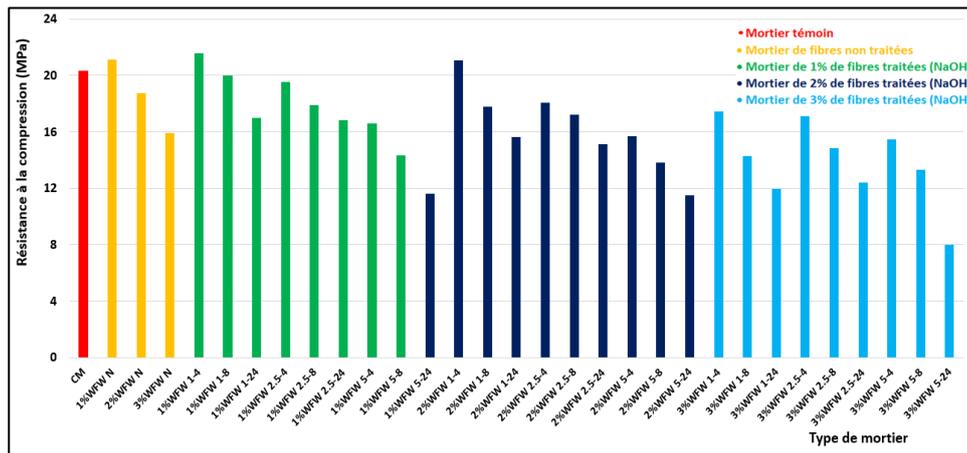


Figure III-5 Résistances en compression des mortiers après 28 jours de cure à l’air libre.

La résistance à la compression du bio-mortier de ciment, incorporant du WFW traité avec une solution de 1% de NaOH lors d'une immersion de 4 heures, a enregistré une augmentation de 5,9% par rapport aux autres mélanges de bio-mortiers. Cette amélioration démontre l'effet positif du traitement et de l'incorporation de WFW sur les propriétés mécaniques du bio-mortier développé dans cette présente étude.

III.3.1.2 Résistance à la flexion

La Figure III-6 montre les résultats de la résistance en flexion des différents mortiers après 28 jours de cure à l'air libre. On remarque d'abord une stabilité de la résistance à la flexion dans le taux de 1% de substitution des fibres non traitées du mortier témoin par rapport au mortier de contrôle CM (sans fibre) pendant la période de cure à l'air libre ; tandis que l'ajout de 2 % et 3 % de fibres WFWN non traitées n'a pas augmenté la résistance à la flexion en raison de la hausse de la porosité de la matrice. Contrairement au comportement fragile présent dans le mortier de référence, l'incorporation de fibres non traitées WFWN a conduit à un comportement ductile en flexion ;

Le mortier renforcé par l'ajout de 1% de fibres végétales WFW et traité avec une concentration de 1% d'hydroxyde de sodium NaOH pendant une immersion de 4h et 8h, s'est mieux comporté. Après cette période d'immersion, ainsi qu'après avoir remplacé le ciment par 1% des fibres, une diminution de la résistance à la flexion a été observée. Cette observation suggère une influence significative de ces facteurs sur les propriétés mécaniques du matériau. La résistance à la flexion des bio-mortiers cimentaires contenant des WFW traités avec 1% de NaOH pendant 4 heures a augmenté de 12,2%, par rapport aux autres bio-mortiers.

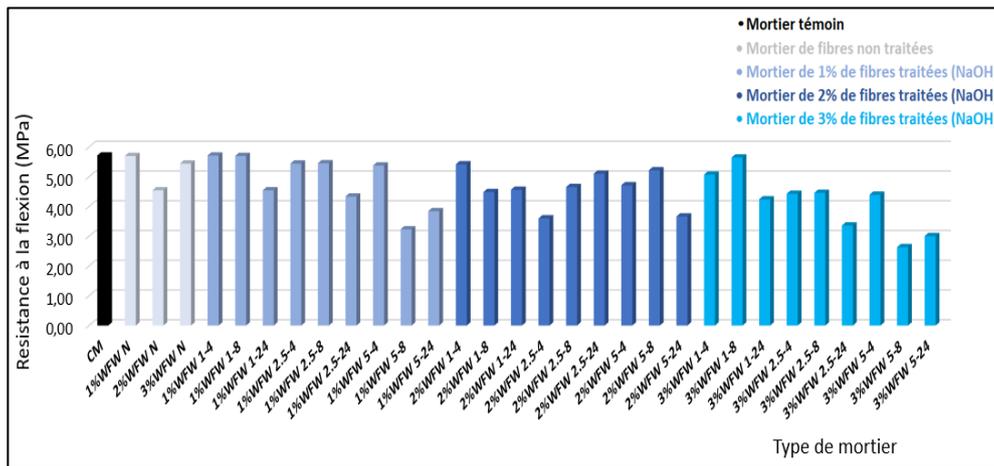


Figure III-6 Résistance en flexion des mortiers après 28 jours de cure à l'air libre.

III.3.1.3 Déplacement flexionnel

L'évolution du déplacement en flexion des mortiers pour les différents mortiers développés dans cette étude est présentée dans la **Figure III-7**. Les échantillons comprennent un mortier non fibré (CM) et des éprouvettes de mortier incorporant une fraction volumique de fibres végétales. Les bio-mortiers renforcés avec 1% de fibres WFW et traités avec 1% de NaOH pendant 24 heures ont présenté les valeurs de déplacement les plus élevées lors des essais de flexion. Dans ce cas, les valeurs correspondantes étaient de 1,12 mm pour Y_f , représentant une augmentation significative de 51%. De plus, les bio-mortiers renforcés avec 3 % de fibres et traités au NaOH à 5 % pendant 4 heures ont montré les valeurs les plus faibles de R_f . Il a été observé que l'augmentation de la teneur en WFW favorise des déformations plus importantes (une ductilité plus élevée de l'échantillon) par rapport au comportement fragile des échantillons de référence. De plus, une transition de la rupture fragile dans les échantillons non renforcés vers un endommagement plastique considérablement plus important dans les échantillons renforcés par des fibres traitées a été constatée. Les systèmes de matrice cimentaire sont également des matériaux à rupture fragile, ce qui signifie qu'ils se fissurent soudainement lorsqu'ils sont exposés à une charge supérieure à leur résistance maximale. Étant donné que les fibres régissent la propagation des fractures dans la matrice à différents chargements, l'ajout de fibres dans des matrices qui démontrent mécaniquement leur fragilité est une solution pour augmenter la ductilité du matériau, ainsi que sa résistance à la flexion et à la compression [77]. La **Figure III-8** illustre l'importance de la teneur en fibres et des prétraitements dans l'amélioration de l'adhérence de la surface des fibres à la matrice cimentaire, ce qui permet d'améliorer le comportement post-rupture et la résistance mécanique du mortier biologique. En transférant les contraintes entre la matrice et les fibres pendant la charge de flexion, la présence de fibres rend les bio-mortiers plus ductiles, les fibres reliant les côtés de la fissure et augmentant la résistance à son ouverture. En outre, on constate une évolution de la rupture fragile dans les échantillons sans renfort vers un endommagement plastique

considérablement plus important dans les échantillons renforcés par des fibres traitées. Les systèmes de matrice cimentaire sont également des matériaux à rupture fragile, ce qui signifie qu'ils se fissurent soudainement lorsqu'ils sont exposés à une charge supérieure à leur résistance maximale. Étant donné que les fibres régissent la propagation des fractures dans la matrice à différents chargements, l'ajout de fibres dans des matrices qui démontrent mécaniquement leur fragilité est une solution pour augmenter la ductilité du matériau, ainsi que sa résistance à la flexion et à la compression [77].

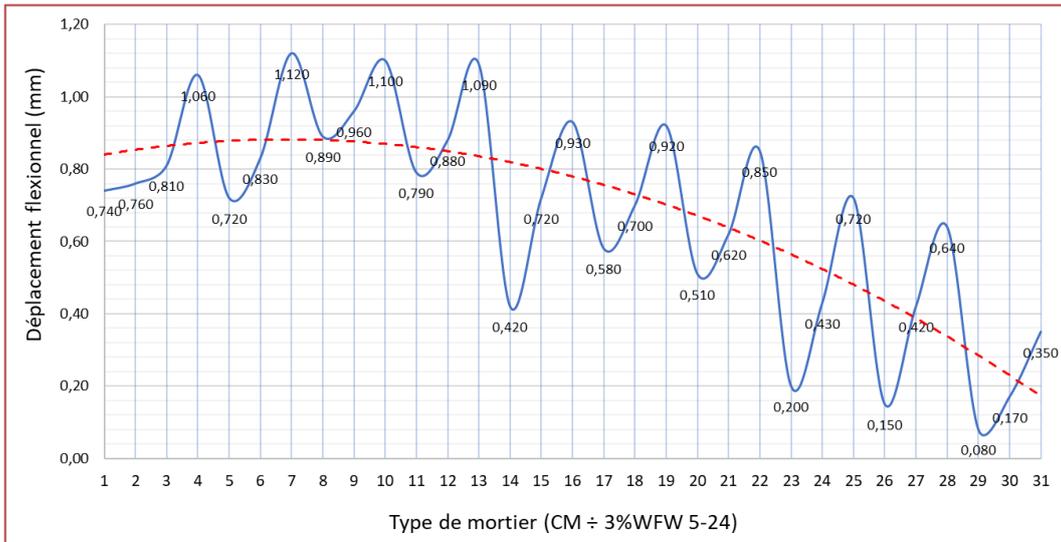


Figure III-7 Courbe de comportement de flexion des différents mortiers étudiés.

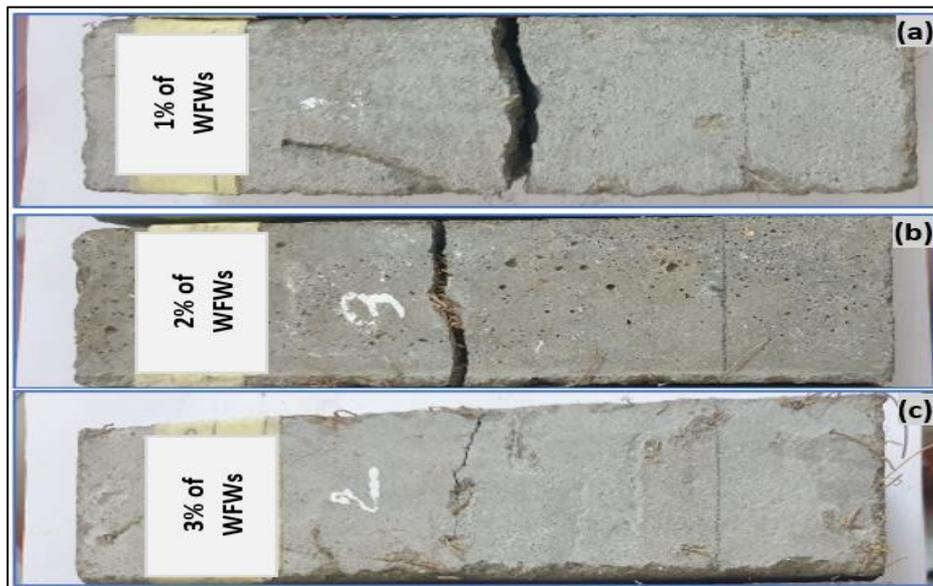


Figure III-8 Rupture en flexion de bio-mortiers renforcés avec (a) 1% de WFW, (b) 2% de WFW, et (c) 3% de WFW.

III.3.2 Propriétés physiques

Les propriétés physiques des mortiers fibrés peuvent varier en fonction de plusieurs facteurs, notamment le type de fibres utilisées, leur proportion dans le mélange, ainsi que les éventuels traitements de surface appliqués sur les fibres. Les mortiers fibrés offrent généralement des performances améliorées en termes de résistance, de ductilité et de contrôle de la fissuration par rapport aux mortiers conventionnels. Cependant, il est essentiel de sélectionner les fibres appropriées et de les incorporer de manière adéquate pour garantir des propriétés physiques optimales du mortier fibré.

III.3.2.1 Porosité accessible à l'eau

Les variations de la porosité des bio-mortiers durcis à 28 jours dans l'eau en fonction de la teneur en WFW, du pourcentage de NaOH et du temps d'immersion sont présentées dans la **Figure III-9**. Lorsque le pourcentage de WFW dans les bio-mortiers augmente, la porosité augmente également dans les mortiers témoins des fibres non traitées. De plus, pour les bio-mortiers renforcés avec des déchets de WFW traités, une réduction significative de la porosité est observée par rapport au mortier de référence CM et aux mortiers fibrés non traités. Les mortiers de fibres traitées ont une porosité moyenne de 12,67 % à 1% de WFW, de 10,80 % à 2% de WFW et de 9,64 % à 3% de WFW. Ceci implique que l'incorporation de fibres traitées réduit la porosité en augmentant le taux de fibres.

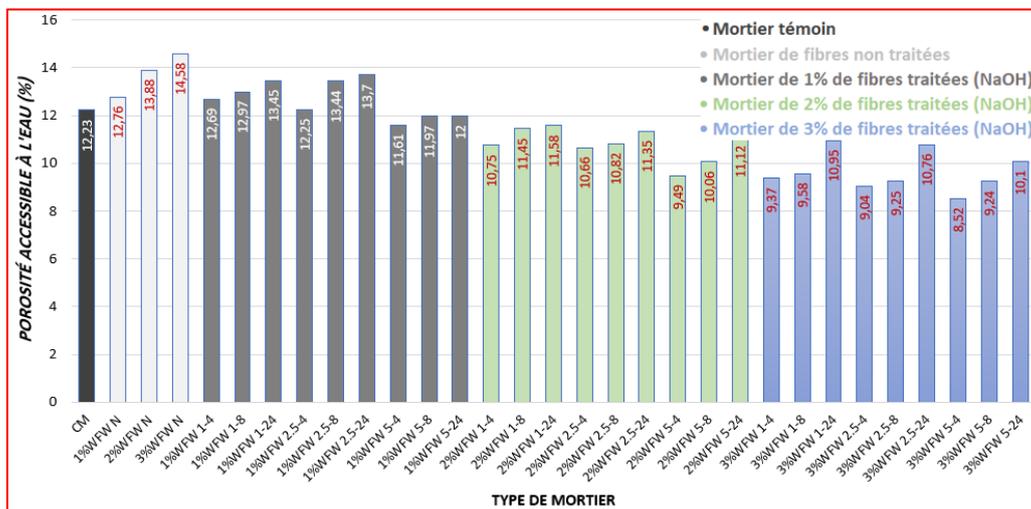


Figure III-9 Porosité accessible à l'eau des mortiers en fonction du pourcentage des fibres, %NaOH et du temps d'immersion.

L'ajout de 1%, 2% et 3% de WFW traités a entraîné une réduction de la porosité des bio-mortiers de 0,66%, 22,12% et 33,84% respectivement par rapport à ceux contenant le même pourcentage de fibres non traitées. De plus, on observe une différence de porosité entre les bio-mortiers fabriqués avec 3% de fibres traitées et le mortier témoin CM, avec un taux de réduction d'environ 21,18%. En fait, la diminution de la densité des bio-mortiers renforcés est liée à

l'augmentation du volume des vides des fibres incorporées. Ceci est principalement attribué à la compacité inadéquate des bio-mortiers due à l'ajout de WFWs, ce qui conduit à une réduction de la densité et à une augmentation de la porosité des bio-mortiers. De plus, pour les mortiers renforcés par des fibres, la porosité élevée de ces composites semble favoriser la carbonatation rapide de la chaux d'hydratation disponible, ce qui est cohérent avec la littérature [64].

III.3.2.2 Absorption capillaire

Les cinétiques d'absorption d'eau par capillarité des bio-mortiers de contrôle, des mortiers fibrés non traités, et des mortiers fibrés traités sont présentées dans la **Figure III-10**. La **Figure II-10a** montre les résultats expérimentaux de l'absorption d'eau pour le mortier témoin CM sans fibres, ainsi que pour les différentes proportions de fibres non traitées. Les **Figures III-10b, c et d** présentent respectivement les résultats pour les mortiers fibrés contenant 1%, 2% et 3% de fibres de WFW traitées avec des concentrations de NaOH de 1%, 2,5% et 5%, et des temps d'immersion variant entre 4, 8 et 24 heures.

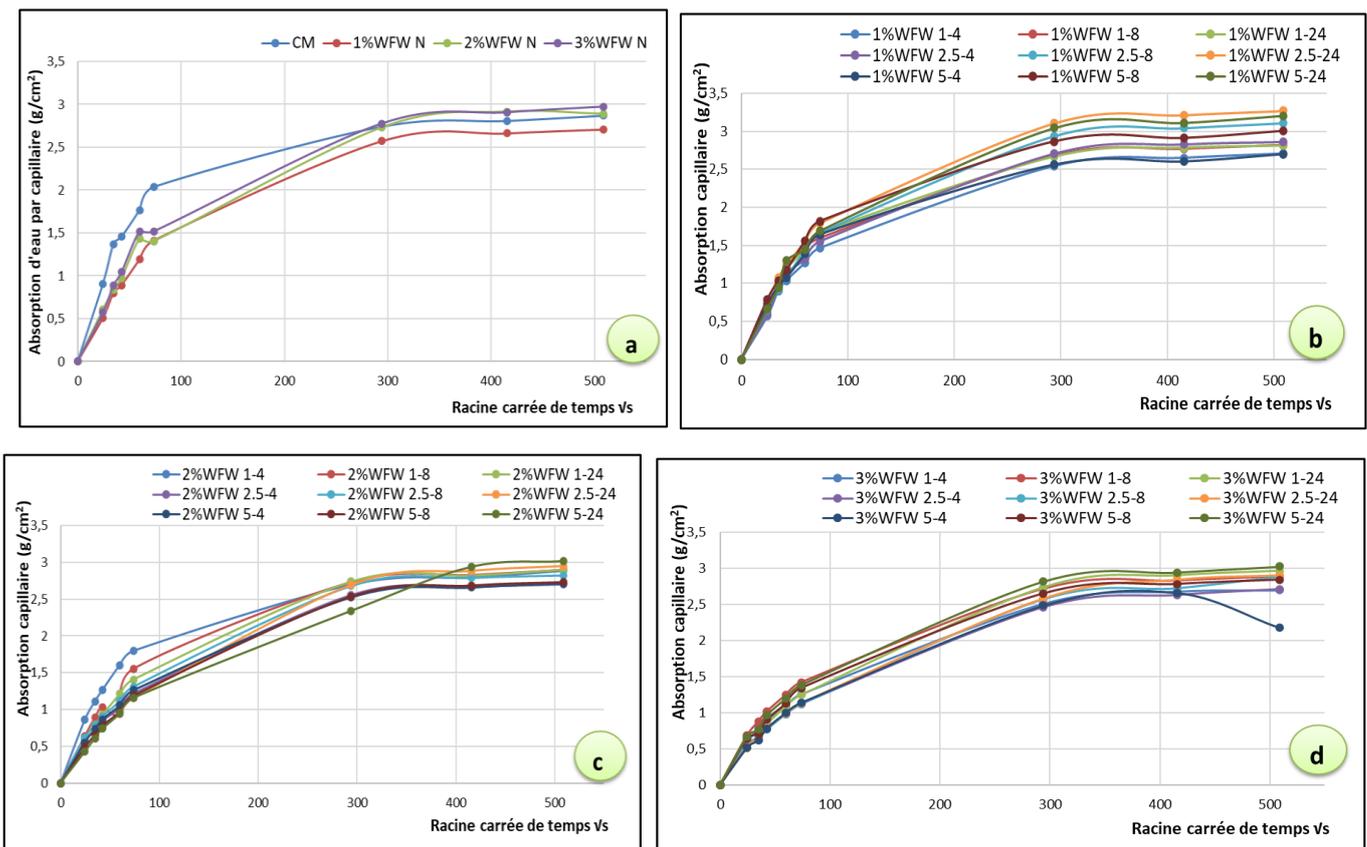


Figure III-10 Cinétique d'absorption d'eau par capillarité des bio-mortiers ; **a)** bio-mortier témoin, **b)** bio-mortier de 1% WFW traitées, **c)** bio-mortier de 2% WFW traitées, **d)** bio-mortier de 3% WFW traitées.

Pour tous les mortiers étudiés, deux phases d'absorption peuvent être distinguées. Initialement, on constate une rapide augmentation de la masse des éprouvettes au cours de quelques

minutes d'immersion. Après moins de 10 min, les mortiers bruts ont déjà absorbé un peu plus de la 1/2 de leur potentiel de rétention d'eau maximum. Une seconde phase d'absorption, moins rapide et régulière, se produit après 60 min d'immersion. Plusieurs propriétés des fibres végétales, dont leurs propriétés mécaniques et physiques, sont influencées par le taux d'humidité [78]. Par ailleurs, ce paramètre indispensable entraîne une circulation de l'eau entre le liant et les fibres, qui débute au moment où le composite est mélangé.

Les **Figures III-10a, b, c et d** illustrent l'absorption d'eau capillaire des éprouvettes en fonction du pourcentage de fibres après une période d'immersion de 24 heures. Les résultats indiquent que l'ajout de WFWs aux bio-mortiers cimentaires a augmenté l'absorption d'eau capillaire des bio-mortiers. Par conséquent, l'absorption d'eau des bio-mortiers est augmentée de 20 à 26% par rapport au mortier de contrôle grâce à l'incorporation de WFWs. Pour les bio-mortiers renforcés avec des WFW traités avec une concentration de 1% de NaOH pendant 4h, l'absorption d'eau était de 11% à 17% plus élevée que le mortier de contrôle. L'absorption d'eau des bio-mortiers renforcés par des WFW bruts est également plus élevée que celle des bio-mortiers renforcés par des fibres traitées. De plus, l'augmentation de la porosité dans la matrice cimentaire conduit à une augmentation de l'absorption d'eau causée par la plus grande capacité d'absorption d'eau des fibres naturelles en raison de leur texture microporeuse ; ceci est en accord avec les recherches précédentes [64].

III.3.2.3 Vitesse des ondes ultrasonores (UPV)

Les **Figures III-11, 12, 13 et 14**, présentent l'ensemble des résultats des tests expérimentaux des vitesses de propagation des ultrasons effectués sur les bio-mortiers examinés à 28 jours. Les vitesses de propagation des impulsions ultrasonores ont été évaluées par rapport à la proportion de fibres non traitées pour les mortiers témoins, ainsi que pour les autres mortiers selon la durée d'immersion dans NaOH. Il a été constaté les observations suivantes :

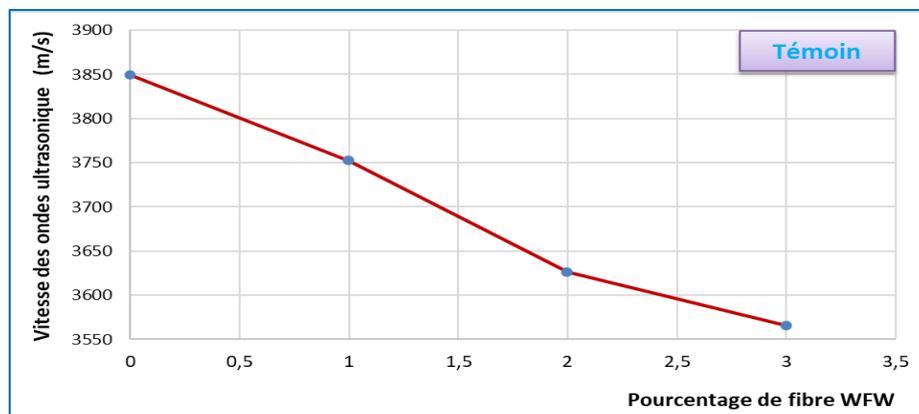


Figure III-11 Vitesse de propagation des ultrasons dans les bio-mortiers à base de WFW non traitées.

- La vitesse moyenne des ultrasons, mesurée sur trois éprouvettes à base de WFW non traités et sans fibres, montre une nette diminution (**Figure III-11**). Elle représente environ 2,52 %, 5,95 % et 7,82 % de celle du mortier fibré non traité à 1 % de WFW (N), 2 % de WFW (N) et 3 % de WFW (N) par rapport au mortier sans fibres CM, respectivement. Cette réduction est attribuable aux problèmes de compacité des compositions contenant WFW, entraînant une plus grande porosité [79]. La formation de bulles d'air dans la matrice accentue ce phénomène. Les ultrasons doivent éviter ces bulles d'air avant de pouvoir se répandre dans le mortier, augmentant ainsi la durée de diffusion de l'onde et réduisant sa vitesse. Les résultats obtenus indiquent la capacité du composite /fibres végétales à atténuer les ondes ultrasoniques et à amortir les vibrations [80].

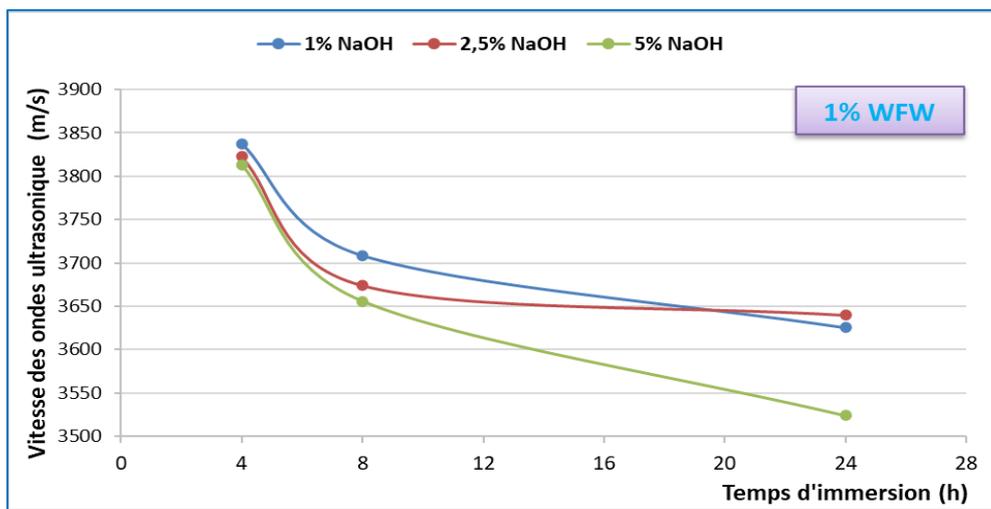


Figure III-12 Vitesse de propagation des ultrasons dans les bio-mortiers à base de 1% WFW traitées par NaOH.

La **Figure III-12** présente les résultats de la propagation ultrasonique dans des mortiers renforcés par des fibres végétales (WFW) traitées avec 1 %, 2,5 % et 5 % de NaOH pendant des périodes de 4 heures, 8 heures et 24 heures. Il a été observé une baisse de la vitesse des ondes ultrasoniques en fonction de la durée d'immersion, indiquant un effet négatif de la solution de NaOH à partir de 4 heures d'immersion.

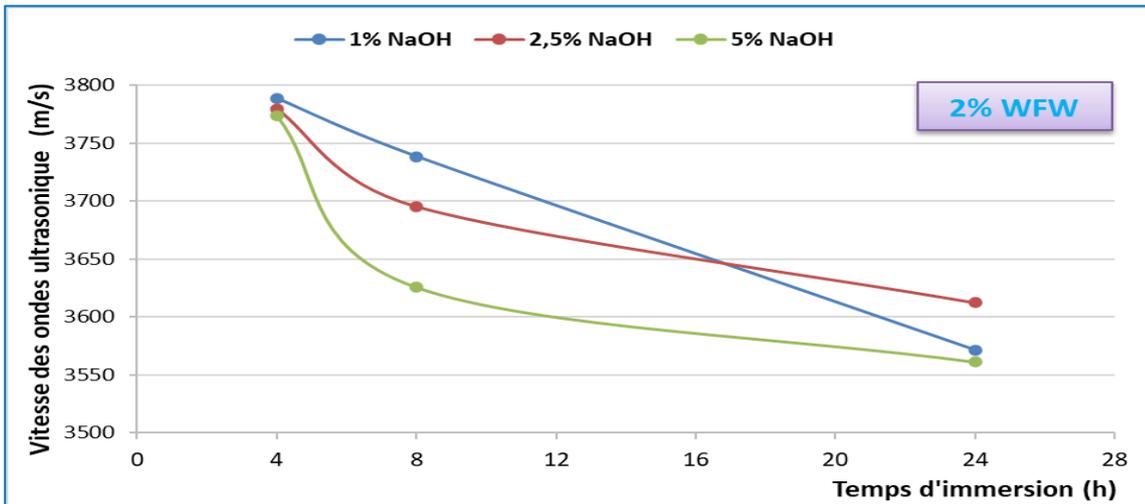


Figure III-13 Vitesse de propagation des ultrasons dans les bio-mortiers à base de 2% WFW traitées par NaOH.

La **Figure III-13** montre les résultats de propagation ultrasonique de mortiers renforcés par les fibres WFW traitées avec 1%, 2.5% et 5% de NaOH pendant 4h, 8h et 24h. On constate une diminution de la vitesse des ondes ultrasonique en fonction de la durée d'immersion qui signifie l'effet négatif de la solution NaOH à partir de 4h d'immersion.

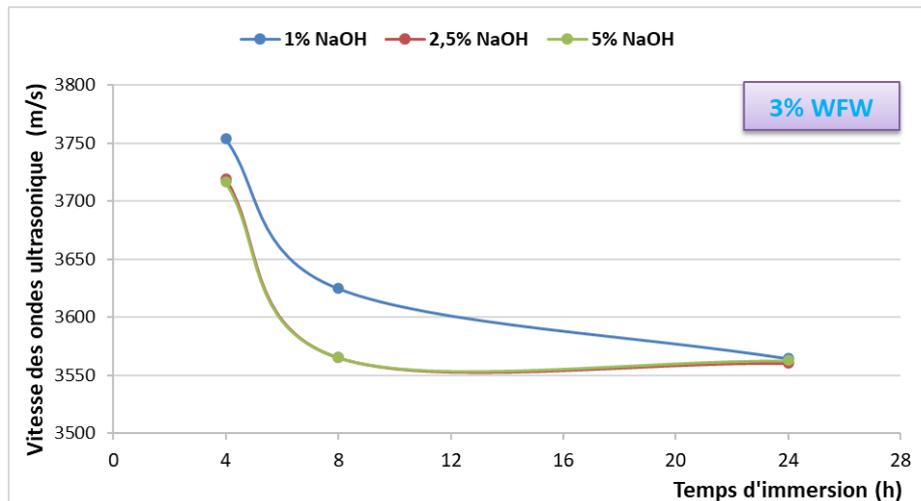


Figure III-14 Vitesse de propagation des ultrasons dans les bio-mortiers à base de 3% WFW traitées par NaOH.

De plus, l'UPV des bio-mortiers contenant 3 % de WFW était nettement inférieur à celui des autres bio-mortiers analysés (**Figure III-14**). Selon les résultats obtenus, le mortier de référence présentait clairement la valeur la plus élevée parmi tous les bio-mortiers évalués. Cette différence s'explique par l'augmentation de la présence d'air et l'isolation accrue de la fibre végétale, ce qui a retardé la propagation des ondes ultrasoniques à travers les échantillons et a ainsi réduit la valeur de l'UPV. De plus, il convient de noter que le bio-mortier renforcé avec 1% de WFW traité s'est avéré être le plus performant comparativement aux bio-mortiers renforcés avec 2% et 3% de fibres WFW

traitées. Dans tous les cas, contrairement à la porosité accessible à l'eau, l'ajout de WFW a conduit à une diminution de l'UPV, ce qui est en accord avec les résultats précédents [81].

III.3.3 Propriété de durabilité

III.3.3.1 Perte de masse

La perte de masse observée dans les bio-mortiers renforcés par les déchets de fibres végétales WFW non traitées peut être interprétée comme un phénomène complexe influencé par plusieurs facteurs. Tout d'abord, la nature non traitée des fibres peut entraîner une dégradation plus rapide dans des conditions environnementales défavorables, ce qui pourrait contribuer à la perte de masse observée. De plus, la porosité naturelle des fibres non traitées peut conduire à une absorption plus importante d'eau et à une sensibilité accrue aux cycles de gel-dégel ou à d'autres processus de détérioration.

La perte de masse peut également être attribuée à des liaisons chimiques entre les fibres et les constituants du mortier, ce qui peut entraîner des processus de dégradation ou de dissolution des fibres. En outre, des variations dans la structure microscopique ou la composition des fibres non traitées peuvent influencer leur résistance et leur stabilité lorsqu'elles sont incorporées dans le mortier. Il est essentiel d'étudier en détail les mécanismes responsables de la perte de masse dans les bio-mortiers renforcés par des fibres végétales de déchets non traitées pour mieux appréhender leur comportement et d'identifier les moyens d'améliorer leur durabilité et leur stabilité. Les résultats de ces analyses peuvent fournir des informations précieuses pour orienter la conception et la formulation de bio-mortiers plus résistants et durables, contribuant ainsi à promouvoir le développement de matériaux de construction écologiques et durables.

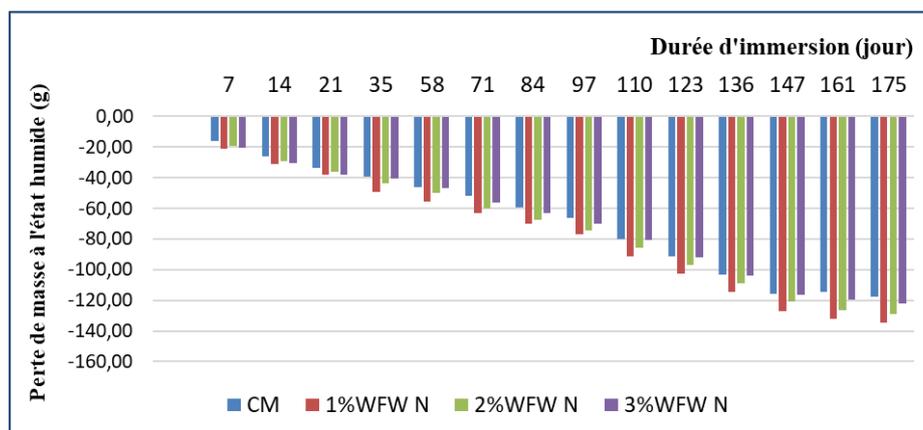


Figure III-15 Perte de masse des bio-mortiers témoin non traitées.

L'acide sulfurique H_2SO_4 a eu un impact sur les mortiers témoins CM et sur les mortiers fabriqués avec 1%, 2% et 3% de fibres *Washingtonia filifera* non traitées (Figure III-15). La

dégradation était linéaire pour tous les types de mortiers, la perte augmentant progressivement semaine après semaine jusqu'au dernier jour, avec une perte d'environ 20g chaque semaine. Le mortier CM présentait la plus faible perte par rapport aux autres bio-mortiers, ce qui pourrait être attribué au pourcentage plus faible de fibres de WFW, ainsi qu'à la perte de fibres situées en surface des éprouvettes et à l'effet de la réaction pouzzolanique, conduisant à la formation à long terme d'un CSH supplémentaire selon la réaction.

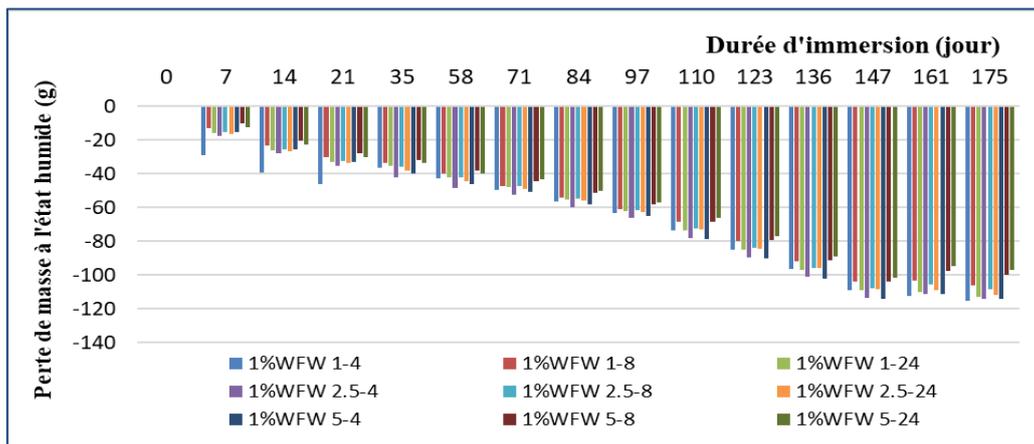


Figure III-16 Perte de masse des bio-mortiers renforce par 1% WFW traitées.

L'impact de l'acide sulfurique H_2SO_4 sur les mortiers fabriqués avec 1% de fibres de *Washingtonia filifera* traitées avec des concentrations de NaOH de 1%, 2.5% et 5% pendant des périodes de 4, 8 et 24 heures a été aussi étudié (Figure III-16). Nous avons également constaté une dégradation linéaire par rapport aux mortiers fabriqués avec des fibres WFW non traitées, mais avec des pertes moins importantes. Le mortier 1%WFW 5-24 a montré la plus faible perte de masse sur une période de 175 jours, indiquant que le temps d'immersion et l'augmentation de la concentration en NaOH offrent une meilleure protection aux mortiers, probablement en raison d'une meilleure adhérence à la matrice cimentaire.

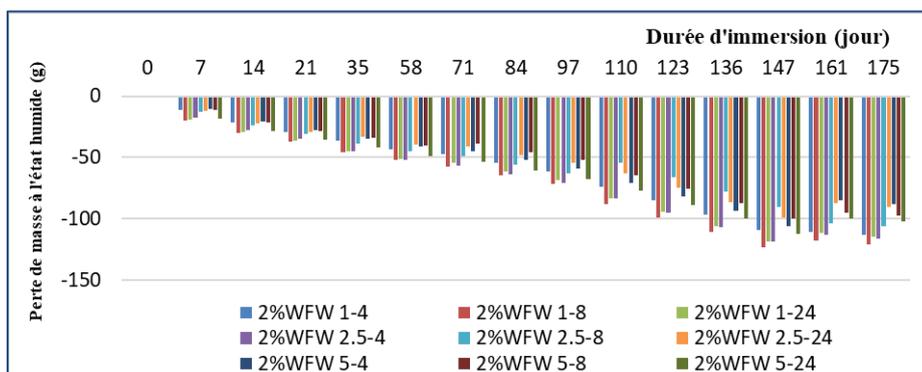


Figure III-17 Perte de masse des bio-mortiers renforce par 2% WFW traitées.

Par ailleurs, les effets de l'acide sulfurique H_2SO_4 sur les mortiers contenant 2% de fibres de

Washingtonia filifera traitées avec des concentrations de NaOH de 1%, 2,5% et 5% pendant des périodes de 4, 8 et 24 heures ont été examinés (**Figure III-17**). Nous avons ainsi observé une dégradation linéaire similaire à celle des mortiers contenant 1% de fibres WFW traitées, bien que les pertes aient été moins importantes. Cela suggère que le temps d'immersion et l'augmentation de la concentration en NaOH confèrent une meilleure protection aux mortiers, probablement en renforçant l'adhérence à la matrice cimentaire. Il convient de noter que les mortiers contenant 2% de fibres ont également montré une légère augmentation des pertes par rapport à ceux contenant 1% de fibres.

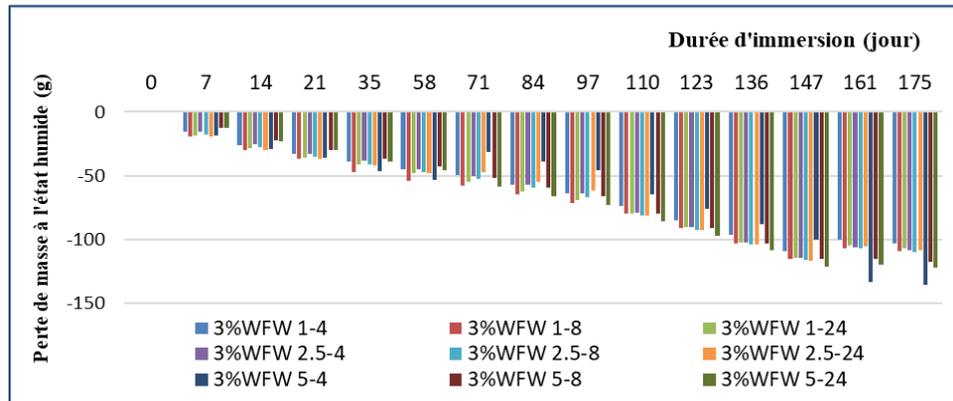


Figure III-18 Perte de masse des bio-mortiers renforcés avec 3% WFW traitées.

La **Figure III-18** confirme que l'augmentation du taux de fibres traitées est corrélée à une augmentation du pourcentage de perte de masse. Il est également important de noter que la durée d'immersion et le taux de concentration ont un impact significatif sur cette relation. En d'autres termes, plus la durée d'immersion est longue et plus la concentration de NaOH est élevée, plus la protection offerte par les fibres traitées semble être efficace, ce qui se traduit par des pertes de masse moins importantes dans les mortiers exposés à l'acide sulfurique.

III.3.3.2 Examen visuel

L'inspection visuelle périodique des échantillons immergés dans des solutions d'acide sulfurique représente une approche essentielle pour évaluer l'évolution des propriétés physiques et des altérations esthétiques. Cette pratique permet d'acquérir des données significatives qui peuvent être précieuses lors visualisations périodiques.



Figure II. 20 Étapes de dégradation des mortiers par H_2SO_4 : (a) état initial, (b) état après 90 jours et (c) état final après 175 jours.

La **Figure II.20** présente les différentes étapes de dégradation du mortier étudié après une immersion de 175 jours dans l'acide sulfurique H_2SO_4 .

III.3.3.3 Analyse thermogravimétrique de mortier

Les **Figures II.21 et II 22** montrent les analyses thermogravimétrique ATG/ATD. La thermogravimétrie est une technique utilisée pour mesurer les variations de masse d'un échantillon en réponse à une augmentation de température. Dans les matériaux à base de ciment, les modifications thermiques provoquent des variations de masse, détectées par un analyseur thermogravimétrique [82]. Ces variations sont principalement dues à la déshydratation des produits d'hydratation. Cette méthode permet d'évaluer les modifications de composition des matériaux cimentaires, aidant ainsi à prévoir leur comportement en cas d'exposition au feu.

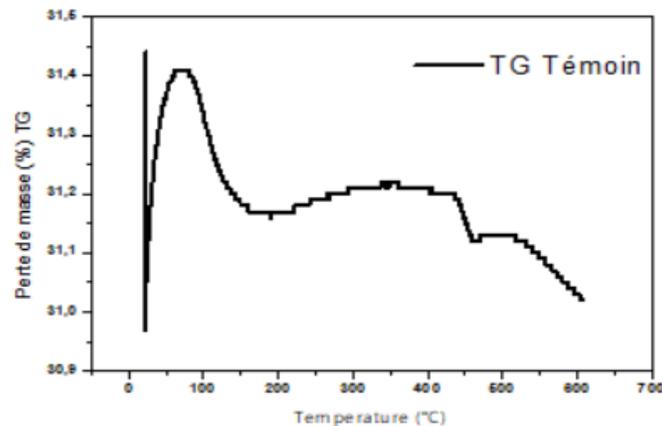


Figure II. 21 Analyse thermogravimétrique ATG de mortier témoin.

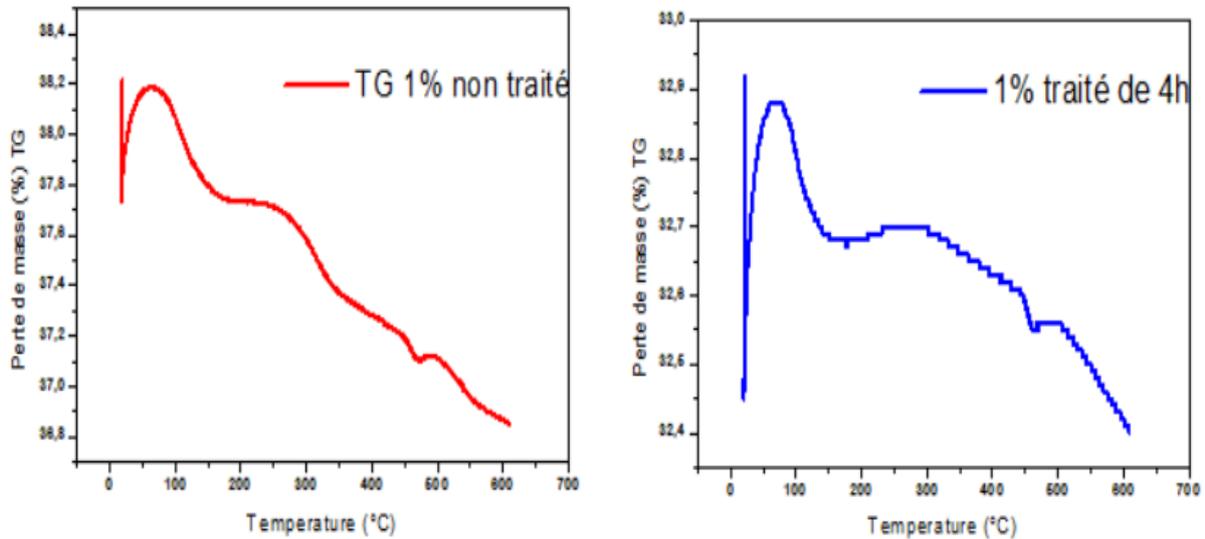


Figure II. 22 Analyse thermogravimétrique ATG de mortier contenu de fibre.

Pour quantifier les phases hydratées dans toutes les courbes, nous avons utilisé les courbes ATG qui représentent la proportion de la perte en eau des phases hydratées. Les pics de déshydratation de l'Hydroxyde de calcium dans tous les échantillons testés ont été

Observé dans la plage de température (460 à 470 °C). De plus, la variation de masse est plus prononcée pour la courbe contenant 1 % de fibres non traitées de WF par rapport à la courbe témoin et celle contenant 1 % de fibres traitées au NaOH. Nous avons également observé que la perte de masse de l'échantillon témoin est presque comparable à celle de l'échantillon contenant 1 % de fibres traitées. Cela confirme l'avantage d'utiliser 1 % de fibres chimiquement traitées au NaOH dans le mortier, offrant une protection environnementale tout en résistant aux effets de l'élévation de la température.

III.6 CONCLUSION

Les travaux expérimentaux menés pour la production des bio-mortiers ont abouti à plusieurs conclusions significatives. Tout d'abord, l'incorporation de déchets de fibres végétales WFW dans le mortier a montré un impact mesurable sur ses propriétés. En examinant les différentes concentrations de WFW, il est apparu que le bio-mortier renforcé avec 1% de WFW traité s'est avéré être le plus efficace, présentant des performances supérieures à ceux renforcés avec des concentrations plus élevées. En outre, les tests de propagation ultrasonique ont révélé une diminution de la vitesse des ondes ultrasoniques avec l'augmentation de la durée d'immersion dans la solution de NaOH. Cela suggère un effet négatif de la solution de NaOH sur les propriétés du bio-mortier, en particulier après 4 heures d'immersion.

Par ailleurs, l'analyse des propriétés mécaniques des bio-mortiers a mis en évidence une

influence significative de l'ajout de WFW sur leur résistance et leur ductilité. Les résultats ont montré des variations dans la résistance à la compression et à la flexion, ainsi que dans la ténacité des différents échantillons de bio-mortiers.

En conclusion, les travaux expérimentaux ont permis de mieux comprendre les effets de l'incorporation de fibres végétales de déchets dans la production de bio-mortier. Ces résultats fournissent des informations importantes pour le développement de matériaux de construction durables et respectueux de l'environnement, ouvrant la voie à de nouvelles opportunités dans le domaine de la construction écologique.

CHAPITRE IV :

MODELISATION ET ANALYSE STATISTIQUE DES RÉSULTATS

MODELISATION ET ANALYSE STATISTIQUE DES RÉSULTATS

IV.1 INTRODUCTION

La méthodologie des surfaces de réponse (RSM) et les réseaux de neurones artificiels (ANN) sont deux techniques puissantes et largement utilisées dans le domaine de la modélisation et de l'optimisation, notamment dans les domaines de l'ingénierie, des sciences des matériaux, de la biotechnologie, de la chimie et bien d'autres. Elles offrent des approches différentes mais complémentaires pour modéliser et optimiser des systèmes complexes.

RSM est une approche statistique qui vise à modéliser la relation entre des variables d'entrée et une réponse de sortie en utilisant des équations mathématiques, généralement des polynômes d'ordre supérieur. Elle est largement utilisée pour optimiser les processus industriels en identifiant les conditions opérationnelles optimales qui maximisent une réponse souhaitée tout en minimisant les variations indésirables. RSM repose sur la conception et l'analyse de plans d'expériences pour recueillir des données de manière efficace et informative, puis sur la construction de modèles de réponse pour décrire la relation entre les variables d'entrée et de sortie.

D'autre part, les ANN's sont des modèles informatiques inspirés du fonctionnement du cerveau humain. Ils sont constitués par de nombreuses unités de traitement interconnectées, appelées neurones, qui transforment les entrées en sorties à travers des connexions pondérées. Les réseaux de neurones sont capables d'apprendre à partir de données en ajustant ces poids de connexion afin de minimiser une fonction de perte. Une fois entraînés, les ANN peuvent être utilisés pour prédire des résultats pour de nouvelles données ou pour optimiser des processus en recherchant les configurations qui maximisent ou minimisent une certaine métrique de performance.

L'une des principales différences entre RSM et ANN réside dans leur approche de modélisation. Alors que RSM repose sur des équations mathématiques explicites, les ANN utilisent des modèles de boîte noire qui peuvent capturer des relations complexes entre les variables d'entrée et de sortie sans nécessiter de connaissances préalables sur la structure sous-jacente du système. Cependant, cela peut rendre les ANN plus difficiles à interpréter que les modèles RSM.

En conclusion, RSM et ANN sont deux approches puissantes pour modéliser et optimiser des systèmes complexes. Le choix entre les deux dépendra souvent de la nature du problème, des données disponibles et des objectifs spécifiques de modélisation ou d'optimisation. Dans de nombreux cas, une combinaison des deux approches peut également être bénéfique, en exploitant

les avantages de chacune pour obtenir des résultats plus complets et précis.

IV.2 Conception d'expériences fondées sur des statistiques

Dans le cadre de la présente recherche, la RSM basée sur l'approche du plan composite central (CCD) a été mise en œuvre pour produire le plan de mélange. La relation entre les facteurs d'entrée du processus et les réponses ou les résultats est clairement expliquée par la méthode RSM. La combinaison idéale d'intrants pour maximiser la réponse de la sortie est également trouvée à l'aide de la méthode RSM. Comme le montre **l'équation (1)**, la RSM utilise généralement un modèle de second ordre [67].

$$Y = B_0 + \sum_1^k B_i X_i + \sum_1^k B_{ij} X_i X_j + \sum_1^k B_{ii} X_i^2 \quad (1)$$

Où Y indique la valeur de la réponse, où B_0 est fixe tandis que B_i , B_{ii} et B_{ij} constituent les coefficients des paramètres linéaires, interactifs et quadratiques, respectivement. En outre, X_1, X_2, \dots, X_k sont les valeurs codées des variables indépendantes qui déterminent la sortie (réponse).

Le CCD, avec trois niveaux pour chaque facteur, permet une conception efficace du coefficient de second ordre puisqu'il prend en compte moins d'essais que d'autres approches de la conception de la RSM. La proportion des WFW, la concentration de NaOH et la durée d'immersion ont chacun un code élevé (+1), moyen (0) ou faible (-1). Le niveau basé sur le CCD ainsi que les plages pour chaque entrée indépendante sont indiqués dans le **Tableau IV-1**. La conception expérimentale et les examens graphiques ont été réalisés dans le logiciel Design Expert (v.13).

Tableau IV-1. Elaboration des différents paramètres des tests avec leur niveau.

Facteur	Unité	Symbole	Niveaux		
			Min (-1)	Moyen (0)	Max (+1)
Pourcentage en fibres	%	A	1	2	3
Concentration de NaOH	%	B	1	2.5	5
Temps d'immersion	h	C	4	8	24

IV.3 Réseaux de neurones artificiels (ANN)

Le modèle de prédiction basé sur l'ANN a été créé pour évaluer la relation entre la proportion de WFW, la durée d'immersion et la concentration de NaOH dans les mortiers durables. Dans de nombreux domaines du génie civil, les ANN sont largement utilisés [83]. La structure du perceptron multicouche à trois couches (MLP) constitue un ANN. Ces couches sont

la couche de sortie, la couche cachée et la couche d'entrée, qui comprend les réponses de l'ANN. Les neurones qui représentent des variables d'entrée distinctes constituent la couche d'entrée. Les équations générées ont également été conçues spécifiquement pour réduire le temps et les coûts associés à la réalisation des expériences [84]. L'ensemble des modèles produits est constitué de trois couches, le volume de WFW (X_1), le pourcentage de NaOH (X_2) et durée d'immersion (X_3) étant les facteurs indépendants pris en compte. Le **Tableau IV-2** présente la gamme des données utilisées dans le modèle. Quatre réponses (variables dépendantes) ont également été obtenues à partir du modèle généré, à savoir la contrainte en flexion (Y_1), le déplacement en flexion (Y_2), la contrainte en compression (Y_3) et le déplacement en compression (Y_4). **L'équation 2** illustre la manière dont la fonction sigmoïde (en particulier la tangente hyperbolique) a été entraînée sur l'architecture du réseau de rétropropagation pour faire correspondre la sortie cible à l'entrée.

$$f = \tanh \sum_{i=1}^n W_i \times X_i \quad (2)$$

Sur la base des quatre mesures statistiques de performance, à savoir le coefficient de détermination (R^2), le taux d'erreur absolue moyenne ($MAPE$), l'erreur quadratique moyenne ($RMSE$) et l'erreur quadratique moyenne (MSE), les modèles ANN et RSM ont été évalués pour leur niveau de performance et de signification à l'aide des équations 3-6.

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i,p - y_i,e)}{\sum_{i=1}^n (y_i,p - y_i,e)^2} \quad (3)$$

$$MAPE = \sum_{i=1}^n \frac{|(y_i,p - y_i,e) / y_i,e|}{n} \quad (4)$$

$$RMSE = \sum_{i=1}^n \sqrt{\frac{(y_i,p - y_i,e)^2}{n}} \quad (5)$$

$$MSE = \sum_{i=1}^n \frac{(y_i,p - y_i,e)^2}{n} \quad (6)$$

Dans lequel $y_{i,e}$, $y_{i,p}$ et n représentent respectivement les données expérimentales, les valeurs prévues par ANN et RSM, et la taille des échantillons.

IV.4 Développement et validation du modèle mathématique des propriétés physiques

Le Tableau IV-2 montre les résultats expérimentaux de la conception CCD. Pour décrire correctement la contrainte en flexion et le déplacement flexionnel ainsi que la contrainte en compression et le déplacement (R_f , Y_f , R_c and Y_c) des bio-mortiers renforcés par WFW, les

équations de régression quadratique suivantes sont développées et corrélées avec trois facteurs indépendants (teneur en fibres, pourcentage de NaOH et durée d'immersion).

Tableau IV-2. Résultats des propriétés mécaniques et physiques des bio-mortiers.

Mélange	Facteur			Réponses							
	A- WFW (%)	B- NaOH (%)	C- temps (hours)	Résistance à la flexion (MPa)	Déplacemen t en flexion (mm)	Résistance en compression (MPa)	Déplacement en compression (mm)	Porosité%	Absorption d'eau capillaire (%)	Density apparente (g/cm ³)	Ultrasons (m/s)
1	0	0	0	5.58±0.19	0.74±0.07	20.34±1.213	0.78±0.05	12.23±0.37	3±0.04	2216±82	3849.26±99.68
2	1	0	0	5.72±0.52	0.76±0.06	21.13±3.21	0.76±0.06	12.76±0.48	3.11±0.07	2195±114	3752.16±89.87
3	2	0	0	5.49±1.47	0.81±0.07	18.72±2.13	0.87±0.08	13.88±0.09	3.21±0.04	2158±95	3625.99±47.23
4	3	0	0	4.71±0.37	1.06±0.08	15.90±2.25	1.13±0.06	14.58±2.48	3.27±0.05	2017±81	3565.4±98.26
5	1	1	4	6.26±0.03	0.72±0.05	21.55±4.14	0.83±0.03	12.69±0.48	2.89±0.06	2007±101	3837.65±57.00
6	2	1	4	5.52±0.38	0.83±0.06	19.97±2.52	0.98±0.02	12.97±0.67	2.9±0.04	1996±65	3708.64±72.42
7	3	1	4	4.77±0.23	1.12±0.09	16.97±1.96	1.30±0.7	13.45±0.32	3.03±0.03	1933±69	3625.51±21.48
8	1	2.5	4	5.98±0.15	0.89±0.07	19.51±2.11	0.81±0.03	12.25±0.37	2.87±0.04	2038±95	3822.5±87.85
9	2	2.5	4	5.49±0.12	0.96±0.05	17.87±2.40	0.99±0.04	13.44±0.32	2.89±0.06	2023±81	3673.95±15.58
10	3	2.5	4	4.75±1.05	1.1±0.09	16.79±3.02	1.22±0.10	13.7±0.54	2.97±0.04	1998±59	3639.64±86.09
11	1	5	4	5.83±0.46	0.79±0.06	16.57±1.50	0.54±0.01	11.61±0.27	2.73±0.02	2041±65	3813.14±52.61
12	2	5	4	5.18±0.01	0.88±0.03	14.3±3.12	0.72±0.03	11.97±0.45	2.89±0.06	2006±45	3655.82±43.43
13	3	5	4	4.62±0.02	1.09±0.09	11.6±0.42	1.16±0.09	12.00±0.47	2.95±0.05	1981±57	3523.78±43.13
14	1	1	8	5.67±0.39	0.42±0.02	21.05±2.15	0.78±0.05	10.75±0.48	2.71±0.04	2002±106	3788.57±47.32
15	2	1	8	4.73±0.43	0.72±0.05	17.80±1.22	0.92±0.02	11.45±0.29	2.84±0.06	1984±45	3738.49±25.63
16	3	1	8	4.19±1.41	0.93±0.06	15.62±1.13	1.11±0.09	11.58±0.52	2.96±0.04	1959±49	3571.46±11.25
17	1	2.5	8	5.54±0.32	0.58±0.04	18.06±3.59	0.75±0.3	10.66±0.19	2.71±0.10	2003±20	3779.65±21.48
18	2	2.5	8	5.07±0.28	0.7±0.03	17.19±2.52	0.90±0.5	10.82±0.22	2.82±0.02	1999±74	3695.24±16.27
19	3	2.5	8	4.72±0.11	0.92±0.07	15.14±2.42	1.14±0.08	11.35±0.35	2.91±0.04	1973±66	3612.26±13.38
20	1	5	8	5.33±0.06	0.51±0.02	15.7±2.65	0.50±0.01	9.49±0.06	2.71±0.11	2000±123	3773.97±38.23
21	2	5	8	4.64±0.32	0.62±0.02	13.83±1.54	0.75±0.4	10.06±1.93	2.82±0.03	1992±86	3625.51±48.42
22	3	5	8	3.68±0.05	0.85±0.05	11.47±2.30	0.99±0.06	11.12±0.47	2.88±0.03	1980±76	3560.91±43.52
23	1	1	24	5.14±1.36	0.2±0.01	17.42±1.07	0.44±0.02	9.37±0.33	2.7±0.05	2017±98	3753.43±8.72
24	2	1	24	4.56±1.26	0.43±0.03	14.29±0.64	0.52±0.01	9.58±0.38	2.81±0.04	2009±81	3624.59±56.27
25	3	1	24	3.42±0.28	0.72±0.05	11.97±1.53	0.70±0.03	10.95±1.51	2.86±0.03	1977±64	3564.12±18.49
26	1	2.5	24	4.88±0.16	0.15±0.01	17.12±1.25	0.43±0.02	9.04±0.22	2.7±0.06	2030±69	3719.48±8.12
27	2	2.5	24	4.29±1.33	0.42±0.03	14.85±0.56	0.51±0.04	9.25±0.27	2.8±0.04	2012±58	3565.1±21.13
28	3	2.5	24	3.28±0.02	0.64±0.02	12.42±1.97	0.69±0.01	10.76±0.48	2.85±0.07	2012±54	3560.21±32.78
29	1	5	24	4.87±0.98	0.08±0.00	15.47±1.86	0.27±0.01	8.52±0.1	2.63±0.05	2049±84	3716.53±75.71
30	2	5	24	3.33±0.35	0.17±0.01	13.32±1.20	0.39±0.02	9.24±0.27	2.67±0.04	2010±73	3565.24±17.41
31	3	5	24	2.24±0.23	0.35±0.02	8.01±1.22	0.52±0.03	10.1±1.82	2.7±0.04	1965±61	3562.45±25.98

IV.5 Modélisation à l'aide de la méthode RSM

IV.5.1 Propriétés mécaniques

Les données expérimentales des propriétés de compression et de flexion (résistance ou déplacement) pour différents bio-mortiers renforcés avec des déchets de WFW traités et non traités et réalisées avec le plan expérimental RSM sont rapportées dans le **Tableau IV-3**. Une hausse du pourcentage de WFW entraîne une diminution des propriétés mécaniques. L'incorporation de 1% de WFW est responsable de l'augmentation de (R_f and R_c) de 5.58 à 6.26 MPa et 20.35 à 21.55 MPa, respectivement, tandis que l'introduction de 3% de WFW est responsable de l'augmentation de (Y_f and Y_c) de 0.74 à 1.12 mm et de 0.78 à 1.30 mm, respectivement. Cependant, à mesure que le pourcentage de WFW augmente, les valeurs de R_f and R_c diminuent. Les bio-mortiers renforcés par WFW présentant la meilleure formulation dans les tests de flexion et de compression ont été produits en utilisant un pourcentage de fibres de 1% et un traitement au NaOH de 1% pendant 4 heures. Les valeurs R_f et R_c dans ce cas sont d'environ 6,26 MPa et 21,55 MPa. Cela montre une augmentation de 12% et 6%, respectivement (**Figures IV-1a et 1c**). Les bio-mortiers renforcés avec le pourcentage de 3% de fibres WFW et traités avec 1% de NaOH pendant 4 heures ont eu les valeurs de déplacement les plus élevées pendant les tests de compression et de flexion. Les valeurs correspondantes dans ce cas étaient de 1,12 mm et 1,30 mm pour Y_f and Y_c , respectivement, ce qui représente une augmentation significative de 51% et 67% (**Figures IV-1b et 1d**). En outre, les bio-mortiers renforcées avec 3 % de fibres et un traitement au NaOH à 5 % pendant 24 h ont donné les valeurs les plus faibles de R_f and R_c . Il a été observé que la hausse du pourcentage du WFW dans les bio-mortiers entraîne des déformations plus ductiles (ductilité plus élevée de l'échantillon) par rapport au comportement fragile des échantillons de référence.

Tableau IV-3. Plan expérimental et réponses prédites par ANN et RSM pour les tests de compression et de flexion des biocomposites.

Essais	Variables d'entrée			Sortie											
	A-WFW (%)	B-NaOH (%)	C-time (hours)	σ_f (MPa)			Y_f (mm)			σ_c (MPa)			Y_c (mm)		
				EXP	ANN	RSM	EXP	ANN	RSM	EXP	ANN	RSM	EXP	ANN	RSM
1	0	0	0	5.58	5.66	5.73	0.74	0.73	0.72	20.35	20.39	20.84	0.78	0.78	0.76
2	1	0	0	5.72	5.77	5.72	0.76	0.75	0.74	21.13	21.58	20.52	0.76	0.74	0.78
3	2	0	0	5.50	5.55	5.44	0.81	0.87	0.86	18.73	17.95	19.23	0.87	0.89	0.91
4	3	0	0	4.71	4.88	4.91	1.06	1.10	1.07	15.90	15.91	16.96	1.13	1.17	1.17
5	1	1	4	6.26	5.98	5.76	0.78	0.70	0.69	21.55	21.42	20.43	0.83	0.80	0.81
6	2	1	4	5.52	5.42	5.37	0.83	0.84	0.81	19.97	19.53	18.93	0.98	0.95	0.95
7	3	1	4	4.77	4.64	4.71	1.12	1.07	1.03	16.97	16.69	16.45	1.30	1.21	1.20
8	1	2.5	4	5.98	5.96	6.03	0.89	0.86	0.82	19.51	19.42	19.87	0.81	0.80	0.80
9	2	2.5	4	5.50	5.57	5.56	0.96	0.97	0.93	17.88	17.81	18.29	0.99	0.98	0.96
10	3	2.5	4	4.75	4.90	4.84	1.10	1.09	1.13	16.79	15.83	15.75	1.22	1.24	1.24
11	1	5	4	5.83	5.88	5.81	0.79	0.74	0.80	16.57	16.39	16.01	0.54	0.53	0.55
12	2	5	4	5.18	5.09	5.23	0.88	0.93	0.88	14.30	14.11	14.32	0.72	0.78	0.76
13	3	5	4	4.62	4.32	4.39	1.09	1.10	1.05	11.60	11.80	11.65	1.16	1.09	1.09
14	1	1	8	5.67	5.63	5.50	0.42	0.47	0.51	21.06	21.17	19.98	0.78	0.76	0.78
15	2	1	8	4.74	4.91	5.03	0.72	0.66	0.65	17.81	18.44	18.32	0.92	0.90	0.90
16	3	1	8	4.19	4.26	4.30	0.93	0.94	0.88	15.62	15.82	15.69	1.11	1.13	1.14
17	1	2.5	8	5.54	5.53	5.71	0.58	0.59	0.62	18.06	19.29	19.59	0.75	0.77	0.77
18	2	2.5	8	5.07	5.00	5.17	0.70	0.74	0.74	17.19	17.36	17.85	0.90	0.93	0.91
19	3	2.5	8	4.72	4.46	4.37	0.92	0.90	0.96	15.14	15.12	15.14	1.14	1.16	1.18
20	1	5	8	5.33	5.34	5.40	0.51	0.50	0.56	15.70	16.01	16.00	0.50	0.51	0.53
21	2	5	8	4.64	4.45	4.74	0.62	0.68	0.65	13.84	13.88	14.14	0.75	0.75	0.72
22	3	5	8	3.69	3.77	3.82	0.85	0.84	0.84	11.46	11.32	11.32	0.99	1.02	1.03
23	1	1	24	5.14	5.20	5.19	0.20	0.21	0.21	17.42	17.29	17.26	0.44	0.43	0.47
24	2	1	24	4.56	4.51	4.41	0.43	0.46	0.41	14.29	14.21	14.95	0.52	0.53	0.50
25	3	1	24	3.42	3.45	3.38	0.72	0.70	0.70	11.97	12.47	11.66	0.70	0.71	0.66
26	1	2.5	24	4.88	4.87	5.17	0.15	0.20	0.22	17.12	17.44	17.50	0.43	0.42	0.46
27	2	2.5	24	4.30	4.29	4.32	0.42	0.42	0.40	14.85	14.32	15.12	0.51	0.52	0.52
28	3	2.5	24	3.25	3.34	3.21	0.64	0.60	0.68	12.42	12.70	11.77	0.69	0.67	0.71
29	1	5	24	4.87	4.41	4.47	0.10	0.12	0.16	15.48	15.41	14.99	0.27	0.24	0.23
30	2	5	24	3.33	3.33	3.50	0.17	0.19	0.15	13.32	13.25	12.49	0.39	0.38	0.34
31	3	5	24	2.24	2.20	2.28	0.35	0.32	0.40	8.01	8.06	9.01	0.52	0.52	0.57

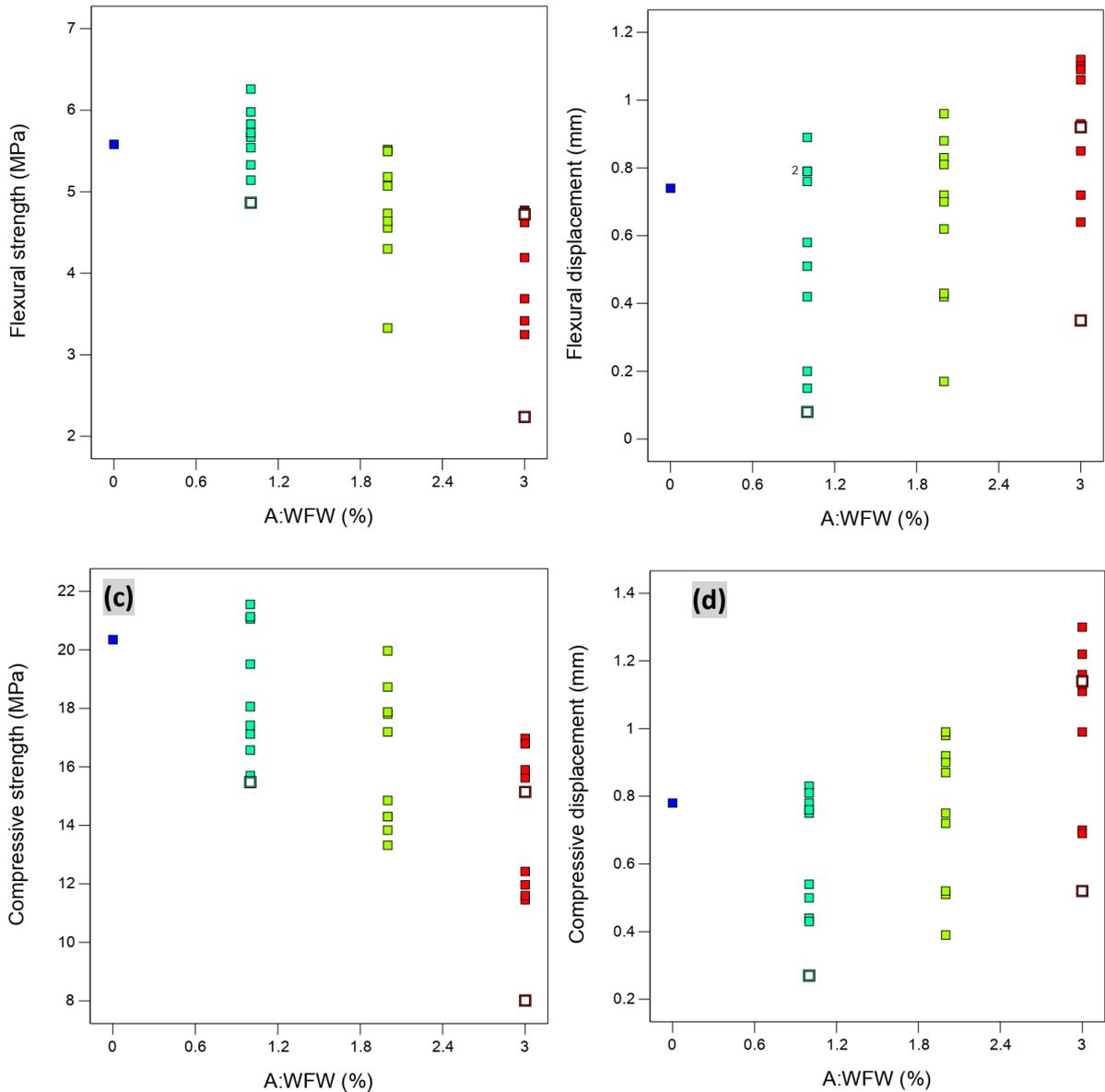


Figure IV-1. Propriétés de compression et de flexion des mortiers renforcés par des WFW non traités et traités en fonction du pourcentage de WFW : (a) contrainte en flexion, (b) déplacement en flexion (c) contrainte en compression, et (d) déplacement en compression.

IV.5.2 Analyse de la variance

Les effets et l'interrelation de trois facteurs, le pourcentage de fibres (A), la concentration de la solution de NaOH (B) et le temps d'immersion (C), sur les caractéristiques mécaniques du mortier/WFW ont été spécifiquement étudiés et prédits par un modèle RSM. Les quatre réponses (contrainte en flexion et déplacement et contrainte en compression et déplacement) ont été examinées individuellement en utilisant divers modèles de régression mathématique polynomiale présentés dans le **Tableau IV-4**, à savoir : cubique, quadratique, interaction à deux facteurs (2FI) et linéaire. Une évaluation statistique de ces modèles est

réalisée pour trouver les paramètres les plus importants qui affectent les propriétés mécaniques des mortiers renforcé avec des fibres WFW. Les modèles quadratique et cubique ont montré les coefficients de corrélation les plus élevés. Cependant, les modèles cubiques sont aléatoires en fonction de leur configuration et ne peuvent donc pas être sélectionnés car leur utilisation entraînerait des graphiques imprécis et déformés. En outre, les modèles 2FI et linéaire sont imprécis, principalement en raison de leurs coefficients de corrélation extrêmement faibles. Par conséquent, les modèles quadratiques ont été préférés.

Tableau IV-4. Résumé des modèles statistiques des réponses de résistance et du déplacement en flexion et de la résistance du déplacement en compression.

Réponse	Modèle	Valeur p séquentielle	R^2 ajusté	R^2 prédit	Remarque
Résistance en flexion	Linéaire	< 0.0001	0.7838	0.7110	
	2FI	< 0.0001	0.9098	0.8653	
	Quadratique	0.0094	0.9396	0.8922	Suggéré
	Cubique	0.3225	0.9468		Aliasé
Déplacement en flexion	Linéaire	< 0.0001	0.8637	0.8358	
	2FI	0.0051	0.9091	0.8773	
	Quadratique	< 0.0001	0.9616	0.9401	Suggéré
	Cubique	0.0307	0.9804		Aliasé
Résistance en compression	Linéaire	< 0.0001	0.8434	0.7978	
	2FI	0.1011	0.8634	0.7795	
	Quadratique	0.0003	0.9355	0.8938	Suggéré
	Cubique	0.0077	0.9750		Aliasé
Déplacement en compression	Linéaire	< 0.0001	0.8709	0.8434	
	2FI	0.0639	0.8920	0.8505	
	Quadratique	< 0.0001	0.9734	0.9516	Suggéré
	Cubique	0.0636	0.9842		Aliasé

Les équations finales des modèles prédits par RSM pour R_f , Y_f , R_c and Y_c figurent dans le [Tableau IV-5](#).

Tableau IV-5. Modèles mathématiques des propriétés mécaniques obtenues par la méthode RSM.

Réponses RSM	Modèles mathématiques
Résistance en flexion	$5.7315 + 0.1124 \times \text{WFW} + 0.4948 \times \text{NaOH} - 0.0640 \times \text{Time} - 0.0469 \times \text{WFW} \times \text{NaOH}$ $- 0.0191 \times \text{WFW} \times \text{Time} - 0.0096 \times \text{NaOH} \times \text{Time} - 0.1283 \times \text{WFW}^2$ $- 0.0660 \times \text{NaOH}^2 + 0.0022 \times \text{Time}^2$
Déplacement en flexion	$0.7289 - 0.0205 \times \text{WFW} + 0.1997 \times \text{NaOH} - 0.0613 \times \text{Time} - 0.0134 \times \text{WFW} \times \text{NaOH}$ $+ 0.0035 \times \text{WFW} \times \text{Time} - 0.0039 \times \text{NaOH} \times \text{Time} + 0.0490 \times \text{WFW}^2$ $- 0.0238 \times \text{NaOH}^2 + 0.001 \times \text{Time}^2$
Résistance en compression	$20.8355 + 0.1697 \times \text{WFW} + 0.5923 \times \text{NaOH} - 0.0604 \times \text{Time} - 0.0480 \times \text{WFW} \times \text{NaOH}$ $- 0.0404 \times \text{WFW} \times \text{Time} + 0.0268 \times \text{NaOH} \times \text{Time} - 0.4867 \times \text{WFW}^2$ $- 0.2926 \times \text{NaOH}^2 - 0.0030 \times \text{Time}^2$
Déplacement en compression	$0.7565 - 0.0418 \times \text{WFW} + 0.0461 \times \text{NaOH} + 0.0057 \times \text{Time} + 0.0176 \times \text{WFW} \times \text{NaOH}$ $- 0.0049 \times \text{WFW} \times \text{Time} + 0.0002 \times \text{NaOH} \times \text{Time} + 0.0602 \times \text{WFW}^2$ $- 0.0215 \times \text{NaOH}^2 - 0.0006 \times \text{Time}^2$

La résistance et le déplacement sont évalués à l'aide de l'ANOVA, comme le montre le [Tableau IV-6](#). Pour évaluer l'adéquation des modèles proposés avec les valeurs expérimentales enregistrées, l'évaluation de la précision du modèle en termes de valeurs F et p avec les valeurs R^2 des paramètres a été prise en compte. Les résultats fournis par l'ANOVA ont indiqué une représentation adéquate de la relation des facteurs indépendants avec les équations de réponse. Les résultats estimés obtenus par les essais mécaniques sont considérés comme significatifs lorsque leur valeur p est inférieure à 0,05. Les résultats de l'ANOVA pour R_f , Y_f , R_c et Y_c ont tous montré des valeurs $p < 0,0001$, indiquant que les modèles sont considérés comme hautement significatifs.

Tableau IV-6. Analyse de la variance des réponses de résistance et de déplacement en flexion, et de résistance et de déplacement en compression pour les bio-mortiers développés.

Résistance en flexion						
<i>Source</i>	<i>Somme des carrés</i>	<i>Degree of Freedom</i>	<i>Moyenne des carrés</i>	<i>F-value</i>	<i>p-value</i>	<i>Observation</i>
Modèle	23.47	9	2.61	52.85	< 0.0001	significatif
A-WFW	3.57	1	3.57	72.32	< 0.0001	
B-NaOH	0.0189	1	0.0189	0.3838	0.5422	
C-Time	3.38	1	3.38	68.59	< 0.0001	
AB	0.1467	1	0.1467	2.97	0.0993	
AC	0.5955	1	0.5955	12.07	0.0023	
BC	0.5692	1	0.5692	11.54	0.0027	
A ²	0.1982	1	0.1982	4.02	0.0581	
B ²	0.4889	1	0.4889	9.91	0.0049	
C ²	0.1873	1	0.1873	3.80	0.0649	
Résidus	1.04	21	0.0493			
Cor Total	24.50	30				
Ajustement statistique	Std. Dev.	0.2221		R²	0.9577	
	Moyenne	4.82		R²ajusté	0.9396	
	CV %	4.61		R² prédit²	0.8922	
				Précision de l'adéquation	29.7174	
Déplacement en flexion						
Model	2.48	9	0.2760	84.46	< 0.0001	significatif
A-WFW	0.1699	1	0.1699	51.99	< 0.0001	
B-NaOH	0.0072	1	0.0072	2.21	0.1516	
C-Time	1.01	1	1.01	309.85	< 0.0001	
AB	0.0121	1	0.0121	3.70	0.0681	
AC	0.0203	1	0.0203	6.22	0.0210	
BC	0.0936	1	0.0936	28.65	< 0.0001	
A ²	0.0289	1	0.0289	8.85	0.0072	
B ²	0.0637	1	0.0637	19.50	0.0002	
C ²	0.0629	1	0.0629	19.26	0.0003	
Résidus	0.0686	21	0.0033			
Cor Total	2.55	30				
Ajustement statistique	Std. Dev.	0.0572		R²	0.9731	
	Moyenne	0.6848		R²ajusté	0.9616	
	CV %	8.35		R² prédit²	0.9401	
				Précision de l'adéquation	34.8910	
Résistance en compression						
Modèle	292.84	9	32.54	49.34	< 0.0001	significatif
A-WFW	33.38	1	33.38	50.61	< 0.0001	
B-NaOH	15.66	1	15.66	23.74	< 0.0001	
C-Time	14.16	1	14.16	21.47	0.0001	
AB	0.1533	1	0.1533	0.2325	0.6347	
AC	2.66	1	2.66	4.03	0.0577	
BC	4.40	1	4.40	6.68	0.0173	
A ²	2.85	1	2.85	4.32	0.0501	
B ²	9.60	1	9.60	14.56	0.0010	
C ²	0.3214	1	0.3214	0.4874	0.4928	
Résidus	13.85	21	0.6595			
Cor Total	306.69	30				
Ajustement	Std. Dev.	0.8121		R²	0.9548	

statistique	Moyenne	16.19		R²ajusté	0.9355	
	CV %	5.01		R² prédit²	0.8938	
				Précision de l'adéquation	25.6386	
Déplacement en compression						
Modèle	2.12	9	0.2351	123.06	< 0.0001	significatif
A-WFW	0.1406	1	0.1406	73.59	< 0.0001	
B-NaOH	0.0406	1	0.0406	21.24	0.0002	
C-Time	0.2460	1	0.2460	128.73	< 0.0001	
AB	0.0206	1	0.0206	10.78	0.0035	
AC	0.0403	1	0.0403	21.10	0.0002	
BC	0.0005	1	0.0005	0.2733	0.6066	
A ²	0.0436	1	0.0436	22.84	0.0001	
B ²	0.0520	1	0.0520	27.22	< 0.0001	
C ²	0.0151	1	0.0151	7.91	0.0104	
Résidus	0.0401	21	0.0019			
Cor Total	2.16	30				
Ajustement statistique	Std. Dev.	0.0437		R²	0.9814	
	Moyenne	0.7871		R²ajusté	0.9734	
	CV %	5.55		R² prédit²	0.9516	
				Précision de l'adéquation	40.6303	

IV.5.3 Influences principales et diagrammes de surface de réponse des mortiers

A cet effet, les variables indépendantes A, C, AC, BC, B² et A², C² pour la résistance à la flexion et le déplacement, respectivement, sont jugées significatives. En revanche, les termes B et AB ne sont pas significatifs pour R_f and Y_f . De même, dans le cas des essais de compression, les paramètres les plus significatifs sont : A, B, C, BC, B² et AB, AC, A², C² for R_c et Y_c respectivement, les autres paramètres étant considérés comme non significatifs.

L'adéquation du modèle doit être jugée sur la base de la disparité entre les valeurs réelles et les valeurs prévues (appelées résidus), qui présentent une dispersion normale. Par conséquent, la ligne droite des **Figures IV-2a, 2d, 2g, 2j** révèle que les résidus étudiés suivent une distribution normale linéaire, ce qui indique l'adéquation des modèles. La relation entre les résultats des tests et les valeurs prédites des essais de flexion et de compression (contrainte en flexion et déplacement ainsi que la contrainte en compression et déplacement) est représentée graphiquement dans les **Figures IV-2b, 2e, 2h, et 2k**, respectivement. Les valeurs R^2 , R^2_{adj} and $R^2_{prédiction}$ sont proches de 1 (**Tableau IV-6**), ce qui implique également d'excellentes interrelations entre les résultats expérimentaux et les modèles prédits. Les résidus sont dispersés de manière aléatoire et symétrique autour de la limite de contrôle de la ligne zéro, selon le tracé des résidus par rapport aux valeurs prédites, ce qui indique une variabilité uniforme des données (**Figures IV-2c, 2f, 2i et 2l**).

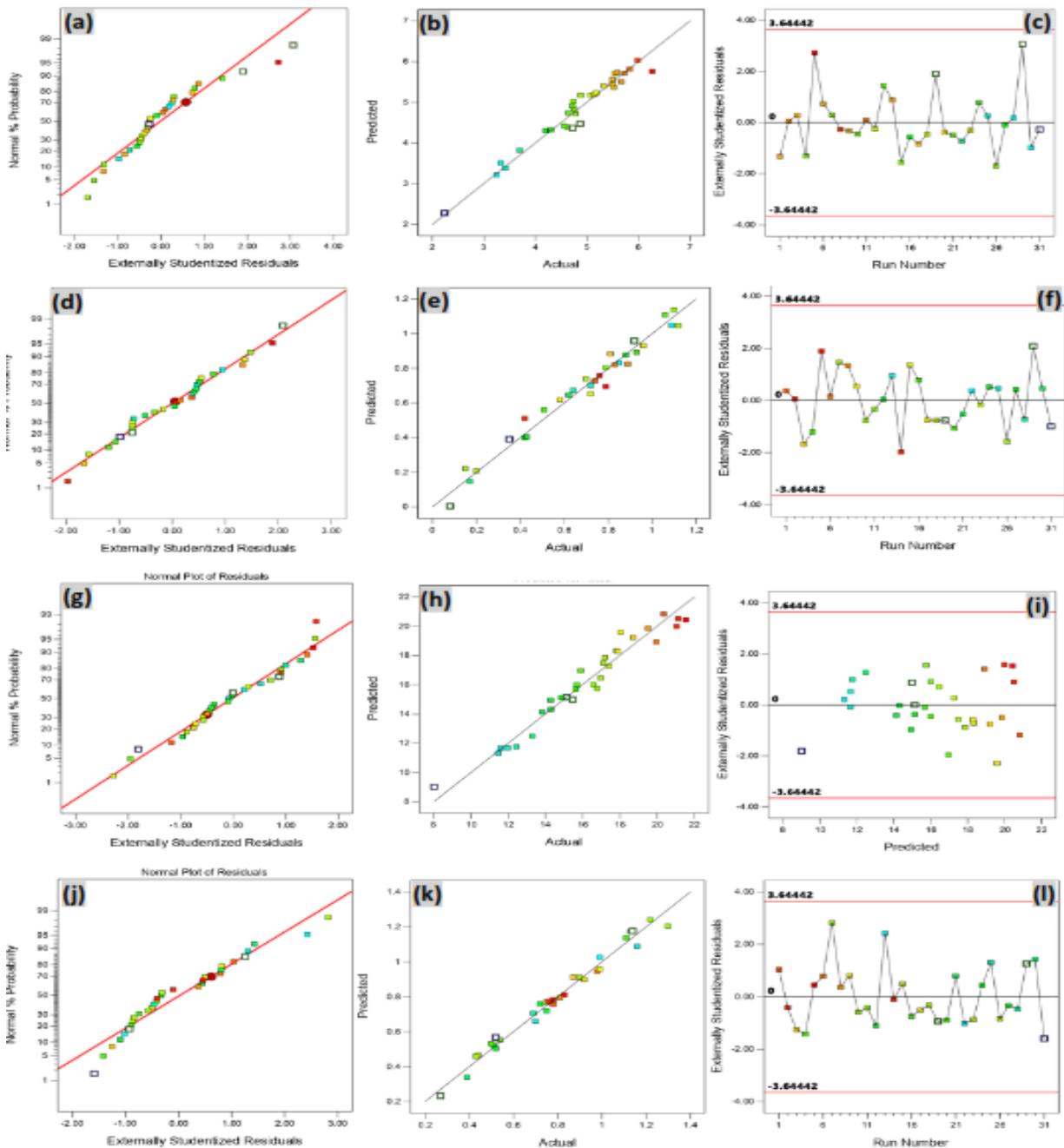


Figure IV-2. Graphiques normaux des résidus, des valeurs prédites en fonction des valeurs réelles et des résidus par rapport aux données d'exécution pour la résistance et le déplacement en flexion dans (a,b,c) et (d,e,f) ainsi que pour la résistance et le déplacement en compression dans (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.

La Figure IV-3 illustre les courbes de surface de réponse de la résistance à la flexion et du déplacement ainsi que de contrainte en compression et du déplacement en fonction des variables du processus. Les courbes ont été générées en traçant les réponses en fonction de deux paramètres indépendants (dimensions x et y), le facteur indépendant restant étant considéré comme constant. La contrainte en flexion et le déplacement ainsi que la contrainte en compression et le déplacement ont été principalement affectés par la teneur en WFW et le

temps d'immersion puisque leur relation linéaire était significativement élevée à $p < 0,01$ (Tableau IV-6 et Figure IV-3).

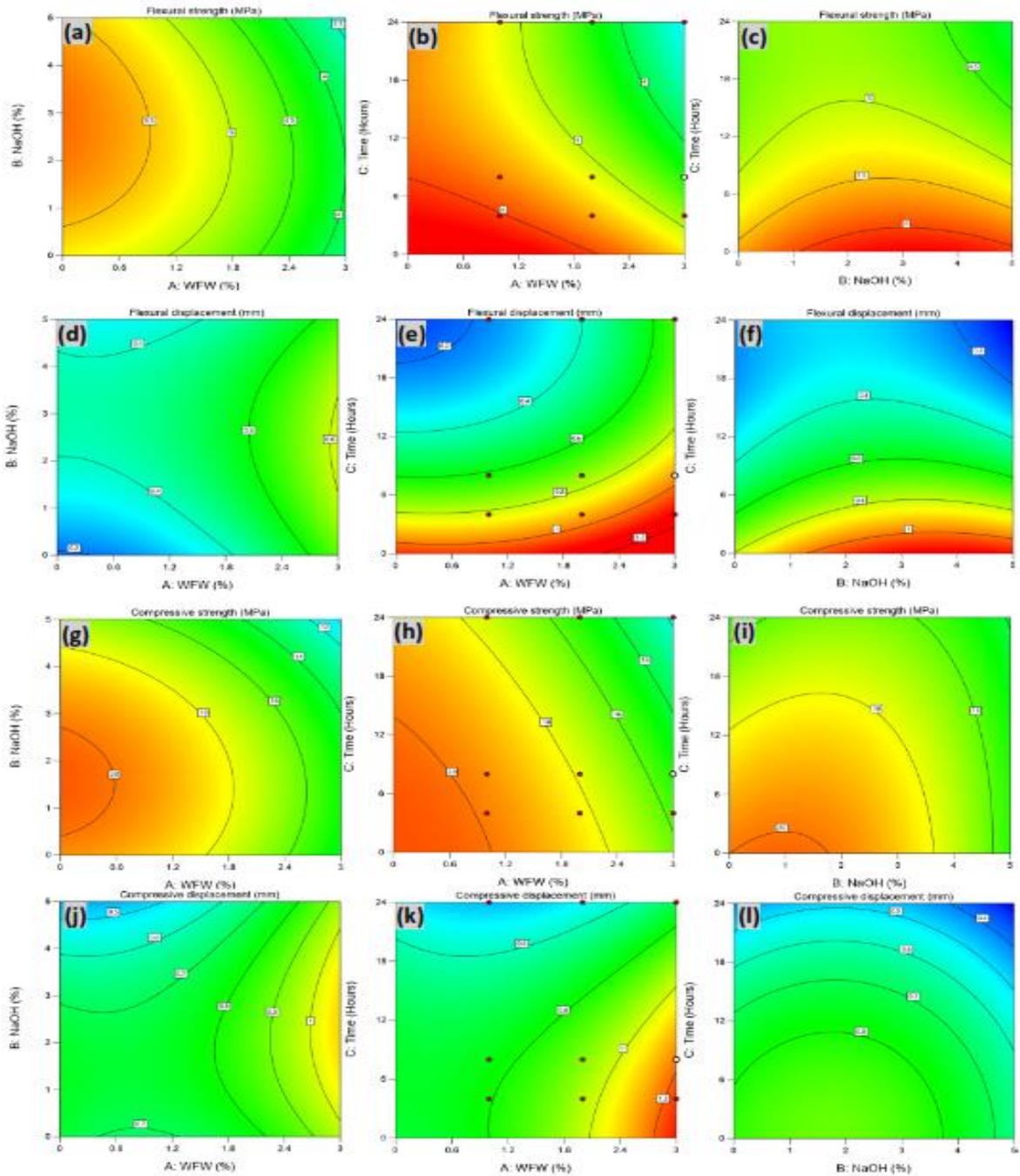


Figure IV-3. Contours de surface des données WFW vs. NaOH, WFW vs. temps, et NaOH vs. temps de la résistance et du déplacement en flexion (a,b,c) et (d,e,f) ainsi que la résistance et le déplacement en compression (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.

IV.5.4 Modélisation des propriétés de flexion et de compression à l'aide ANN

La boîte à outils Matlab pour réseaux neuronaux a servi de base à la construction de la structure du réseau. Trois neurones constituent la couche d'entrée du réseau, neuf, neuf, six et huit neurones dans la couche cachée pour R_f , Y_f , R_c et Y_c , respectivement, suivis d'un neurone pour la couche de sortie (Figure IV-4). L'ensemble de données a été scindé en trois séries pour la formation, la validation et le test afin d'analyser les modèles nouvellement créés. Le plan d'expérience comportait 31 tests au total. Les performances du réseau ont été évaluées à l'aide de 21 séries pour la formation (70 %), 5 séries pour la validation (15 %) et 5 séries pour le test (15 %). Dans cette étude, la méthode de formation du réseau neuronal a été réalisée en utilisant un algorithme de rétropropagation à gradient descendant. Les algorithmes LM de Levenberg-Marquadt (TRAINLM) ont été choisis pour la formation en raison de leur rapidité et de leur faible utilisation de mémoire. La fonction de transfert sigmoïde hyperbolique tangente (TANSIG) a été utilisée comme fonction d'activation.

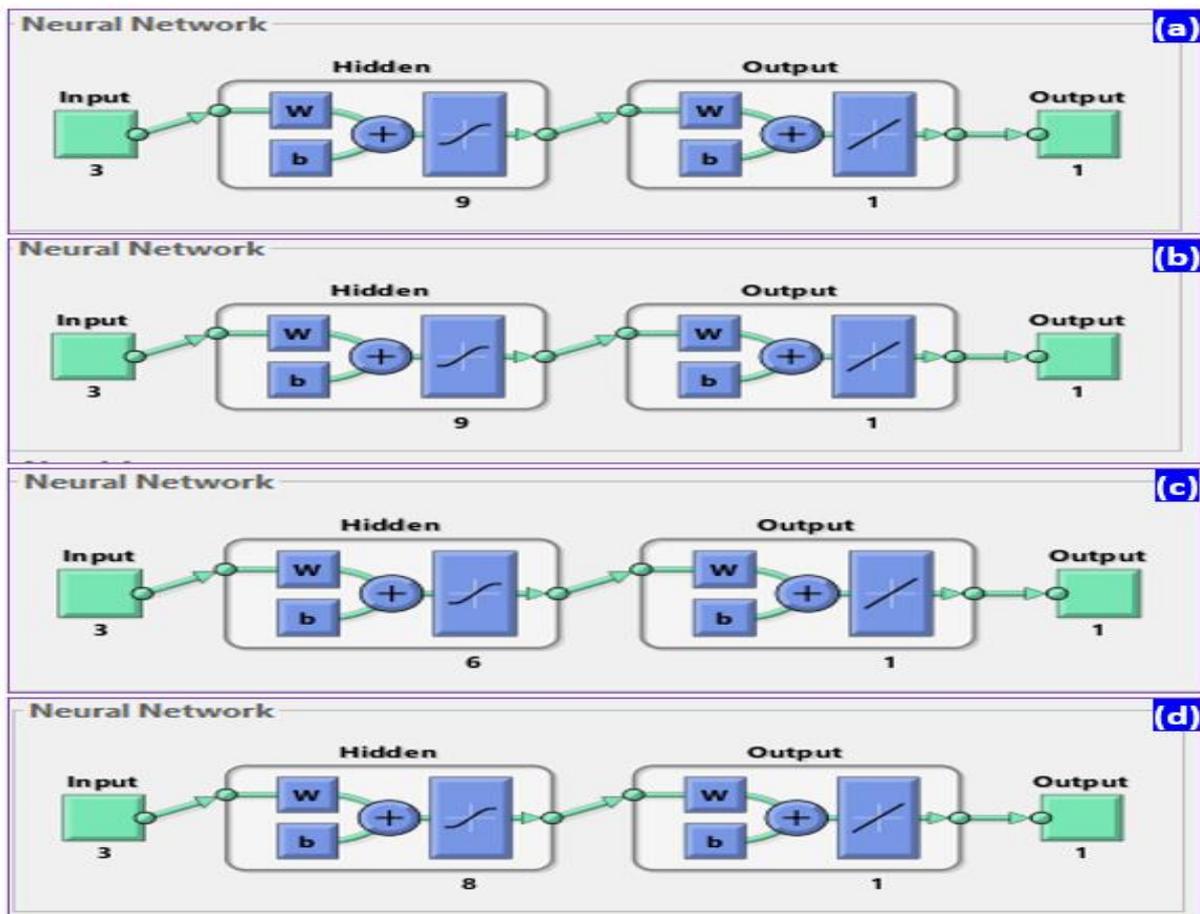


Figure IV-4. Structure ANN des données sur les caractéristiques mécaniques des mortiers à base de fibres de WFW : (a, b) Résistance et déplacement en flexion et (c, d) Résistance et déplacement en compression, respectivement.

Les prédictions du modèle ANN sont générées en ajustant le nombre de couches cachées, les fonctions de transfert ayant le coefficient de détermination R^2 le plus élevé et l'erreur quadratique moyenne MSE la plus faible (Equations. 3 et 4). La valeur idéale des paramètres, qui fournissent la performance la plus élevée, peut être identifiée lorsque les valeurs MSE et R^2 sont faibles et élevées, respectivement.

Les modèles (3-9-1), (3-9-1), (3-6-1) et (3-8-1) obtenus à partir de 21 essais d'apprentissage et de 5 essais de validation et de test sont illustrés dans la Figure IV-4. Le Tableau IV-7 contient des informations sur le nombre de tests, de formations et de validations, ainsi que sur les valeurs R^2 et MSE . Par conséquent, les résultats montrent que le niveau de performance est approprié pour prédire les propriétés mécaniques. Les équations du Tableau IV-8 ont été utilisées pour prédire les résultats des essais expérimentaux à l'aide des modèles ANN pour R_f , Y_f , R_c et Y_c .

Pour évaluer l'adéquation des modèles ANN, les données prédites et réelles ont été comparées, comme le montre la Figure IV-5. Les données ont montré une correspondance satisfaisante, car les résultats prévisionnels attendus ont été jugés similaires aux résultats réels [85]. Le Tableau IV-3 présente les valeurs prévisionnelles obtenues à partir des modèles de réseau neuronal. Le coefficient de corrélation (R^2) entre les données simulées et les données expérimentales de R_f , Y_f , R_c et Y_c était (0.99974, 0.99579, 0.99999 et 0.9979) pour la formation, (0.98788, 0.99216, 0.97375 and 0.96252) pour la validation, et (0.98157, 0.98888, 0.98574 et 0.9912) pour l'ensemble des données. Les valeurs R^2 supérieures à 0,9 reflètent une adéquation favorable entre les valeurs prédites et les valeurs réelles. Par conséquent, les modèles ANN générés, qui ont été formés à l'aide des valeurs expérimentales, ont été capables de prédire les réponses avec une efficacité de réponse [86].

Table IV-7. Informations sur les performances des données pour les ANNs.

Modèle	Architecture	Pourcentage	Spécimens	MSE	R value	
R_f	3-9-1	Apprentissage	70	21	5.10034E-04	0.9997
		Confirmation	15	5	6.17044E-02	0.9878
		Test	15	5	1.20454E-01	0.9810
Y_f	3-9-1	Apprentissage	70	21	8.96605E-04	0.9958
		Confirmation	15	5	3.23208E-03	0.9922
		Test	15	5	4.42296E-03	0.9748
R_c	3-6-1	Apprentissage	70	21	1.31037E-04	0.9999
		Confirmation	15	5	5.40187E-01	0.9737
		Test	15	5	1.39577E-00	0.9843
Y_c	3-8-1	Apprentissage	70	21	3.75815E-04	0.9979
		Confirmation	15	5	4.76498E-03	0.9625
		Test	15	5	2.62117E-03	0.9939

Tableau IV-8. Modèles mathématiques pour la résistance et le déplacement en compression et en flexion de divers matériaux bio composites générés avec la méthode ANN.

Réponses
ANN
$Rf = 1.0793 \times H_1 + 4.8398 \times H_2 - 0.8247 \times H_3 - 0.0102 \times H_4 - 0.9720 \times H_5 - 0.8392 \times H_6 + 9.3426 \times H_7 + 3.6069 \times H_8 - 0.1912 \times H_9 + 0.4696$ $\begin{cases} H_1 = \tanh(0.5 \times (-1.3801 \times \text{WFW} - 0.0736 \times \text{NaOH} - 0.2901 \times \text{Time} + 4.0215)) \\ H_2 = \tanh(0.5 \times (-0.2592 \times \text{WFW} - 0.1170 \times \text{NaOH} + 0.0264 \times \text{Time} - 0.5322)) \\ H_3 = \tanh(0.5 \times (-0.9909 \times \text{WFW} + 1.2142 \times \text{NaOH} + 0.0159 \times \text{Time} - 2.2050)) \\ H_4 = \tanh(0.5 \times (1.1626 \times \text{WFW} - 0.5502 \times \text{NaOH} - 0.1933 \times \text{Time} + 1.5270)) \\ H_5 = \tanh(0.5 \times (-0.1330 \times \text{WFW} + 0.1018 \times \text{NaOH} - 0.0463 \times \text{Time} + 0.9784)) \\ H_6 = \tanh(0.5 \times (-0.2609 \times \text{WFW} + 0.0100 \times \text{NaOH} + 0.1325 \times \text{Time} + 0.3095)) \\ H_7 = \tanh(0.5 \times (0.1358 \times \text{WFW} + 0.1765 \times \text{NaOH} + 0.0101 \times \text{Time} + 0.3556)) \\ H_8 = \tanh(0.5 \times (-0.6887 \times \text{WFW} - 0.1322 \times \text{NaOH} - 0.0822 \times \text{Time} + 4.5799)) \\ H_9 = \tanh(0.5 \times (0.4629 \times \text{WFW} - 0.2319 \times \text{NaOH} + 0.0661 \times \text{Time} - 2.0692)) \end{cases}$
$vf = 0.0567 \times H_1 + 0.4518 \times H_2 - 0.4186 \times H_3 - 0.3227 \times H_4 - 0.5710 \times H_5 + 0.1550 \times H_6 - 0.2151 \times H_7 - 0.5091 \times H_8 - 0.5272 \times H_9 + 0.7715$ $\begin{cases} H_1 = \tanh(0.5 \times (-0.2175 \times \text{WFW} + 0.2277 \times \text{NaOH} - 0.0804 \times \text{Time} + 2.8402)) \\ H_2 = \tanh(0.5 \times (0.5529 \times \text{WFW} + 0.4556 \times \text{NaOH} + 0.0307 \times \text{Time} - 1.7920)) \\ H_3 = \tanh(0.5 \times (0.6171 \times \text{WFW} - 0.7260 \times \text{NaOH} + 0.1123 \times \text{Time} + 0.4086)) \\ H_4 = \tanh(0.5 \times (-0.1456 \times \text{WFW} + 0.2128 \times \text{NaOH} + 0.1277 \times \text{Time} - 1.9771)) \\ H_5 = \tanh(0.5 \times (0.1005 \times \text{WFW} + 0.7724 \times \text{NaOH} - 0.0036 \times \text{Time} - 2.6665)) \\ H_6 = \tanh(0.5 \times (-0.9458 \times \text{WFW} + 1.0386 \times \text{NaOH} + 0.0307 \times \text{Time} - 0.3001)) \\ H_7 = \tanh(0.5 \times (-0.3887 \times \text{WFW} + 0.2674 \times \text{NaOH} - 0.2130 \times \text{Time} + 4.5800)) \\ H_8 = \tanh(0.5 \times (-0.2576 \times \text{WFW} + 0.1152 \times \text{NaOH} + 0.1817 \times \text{Time} - 1.0921)) \\ H_9 = \tanh(0.5 \times (-0.6673 \times \text{WFW} + 0.0317 \times \text{NaOH} - 0.0609 \times \text{Time} + 2.4604)) \end{cases}$
$Rc = 5.8794 \times H_1 - 1.6456 \times H_2 + 6.1165 \times H_3 - 3.6497 \times H_4 - 0.8304 \times H_5 + 4.2292 \times H_6 + 12.9672$ $\begin{cases} H_1 = \tanh(0.5 \times (-1.8399 \times \text{WFW} + 0.9325 \times \text{NaOH} - 0.0893 \times \text{Time} + 2.5650)) \\ H_2 = \tanh(0.5 \times (-1.6208 \times \text{WFW} + 0.9670 \times \text{NaOH} - 0.1735 \times \text{Time} + 1.1552)) \\ H_3 = \tanh(0.5 \times (-0.4517 \times \text{WFW} - 0.4208 \times \text{NaOH} - 0.0417 \times \text{Time} + 2.4988)) \\ H_4 = \tanh(0.5 \times (-0.4602 \times \text{WFW} - 1.4803 \times \text{NaOH} + 0.0424 \times \text{Time} + 1.3059)) \\ H_5 = \tanh(0.5 \times (2.4351 \times \text{WFW} - 0.1045 \times \text{NaOH} - 0.0733 \times \text{Time} - 2.8298)) \\ H_6 = \tanh(0.5 \times (1.8447 \times \text{WFW} - 1.8257 \times \text{NaOH} + 0.0626 \times \text{Time} - 0.2790)) \end{cases}$
$Yc = -4.5840 \times H_1 + 3.9895 \times H_2 + 2.2606 \times H_3 - 4.3709 \times H_4 - 0.6154 \times H_5 - 2.2028 \times H_6 + 8.0248 \times H_7 - 4.0938 \times H_8 - 4.6547$ $\begin{cases} H_1 = \tanh(0.5 \times (-0.1017 \times \text{WFW} - 0.0043 \times \text{NaOH} - 0.0250 \times \text{Time} + 0.1157)) \\ H_2 = \tanh(0.5 \times (-0.0772 \times \text{WFW} + 0.0758 \times \text{NaOH} - 0.0058 \times \text{Time} + 0.3504)) \\ H_3 = \tanh(0.5 \times (0.7513 \times \text{WFW} + 0.0376 \times \text{NaOH} + 0.0126 \times \text{Time} - 2.1442)) \\ H_4 = \tanh(0.5 \times (0.2411 \times \text{WFW} - 0.1511 \times \text{NaOH} + 0.0340 \times \text{Time} - 0.9896)) \\ H_5 = \tanh(0.5 \times (0.0651 \times \text{WFW} - 0.0126 \times \text{NaOH} - 0.0008 \times \text{Time} - 0.1152)) \\ H_6 = \tanh(0.5 \times (0.0642 \times \text{WFW} - 0.0417 \times \text{NaOH} - 0.0003 \times \text{Time} - 0.131009)) \\ H_7 = \tanh(0.5 \times (-0.0726 \times \text{WFW} - 0.1725 \times \text{NaOH} - 0.0134 \times \text{Time} + 1.3130)) \\ H_8 = \tanh(0.5 \times (-0.0906 \times \text{WFW} - 0.0319 \times \text{NaOH} - 0.0214 \times \text{Time} + 0.0058)) \end{cases}$

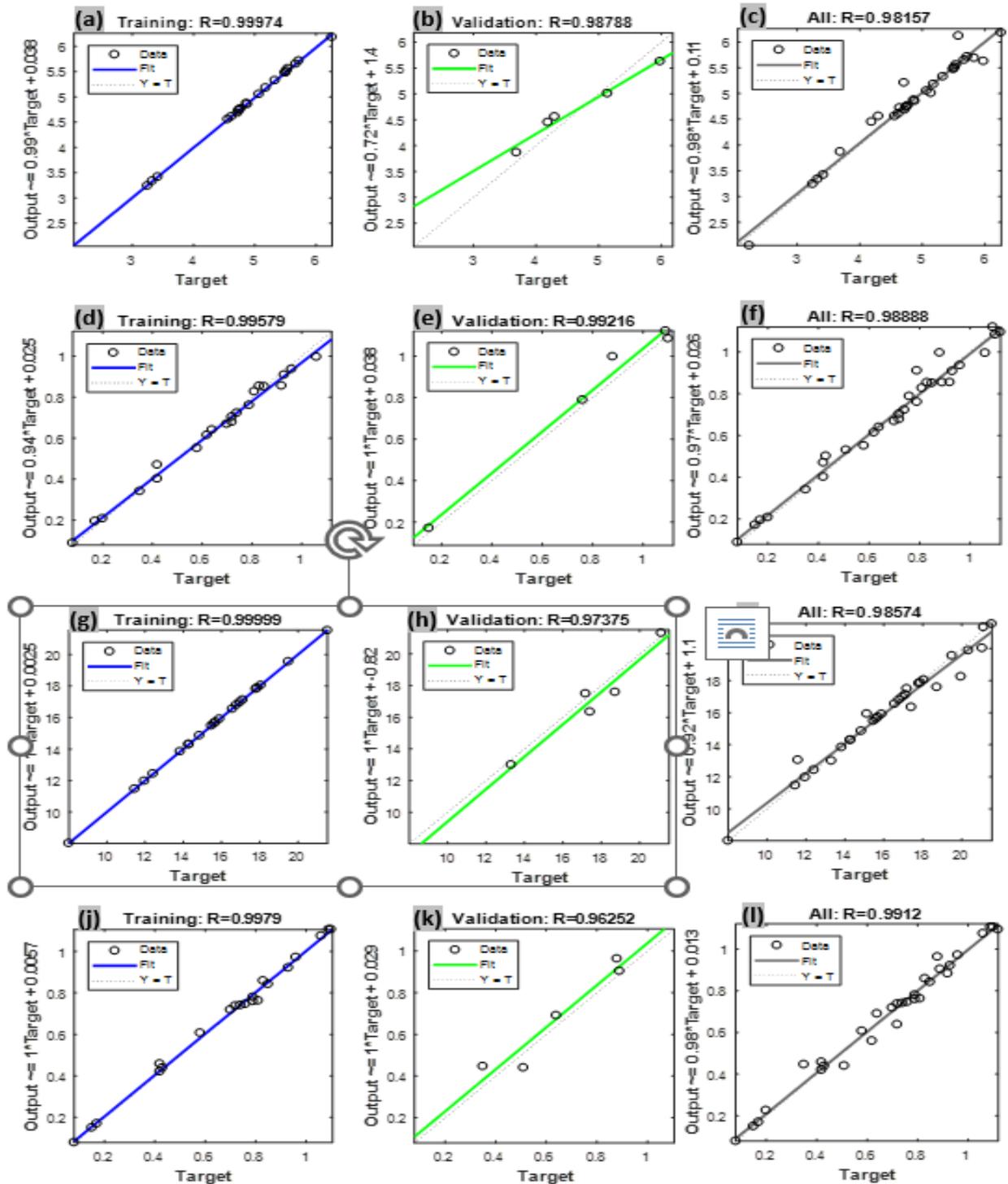


Figure IV-5. Comparaison des valeurs expérimentales et prédictives des données de formation, de validation et d'ensemble pour la résistance et le déplacement en flexion (a,b,c) et (d,e,f) et la résistance et le déplacement en compression (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.

Un élément important du contrôle des performances est le calcul du taux d'erreur, qui correspond à la différence entre les résultats des tests et la sortie des prévisions ANN. D'après la [Figure IV-6](#), la zone d'erreur zéro et ses environs présentent les erreurs les plus faibles. La

phase d'apprentissage du réseau ANN s'est déroulée avec succès, comme en témoignent les faibles taux d'erreur.

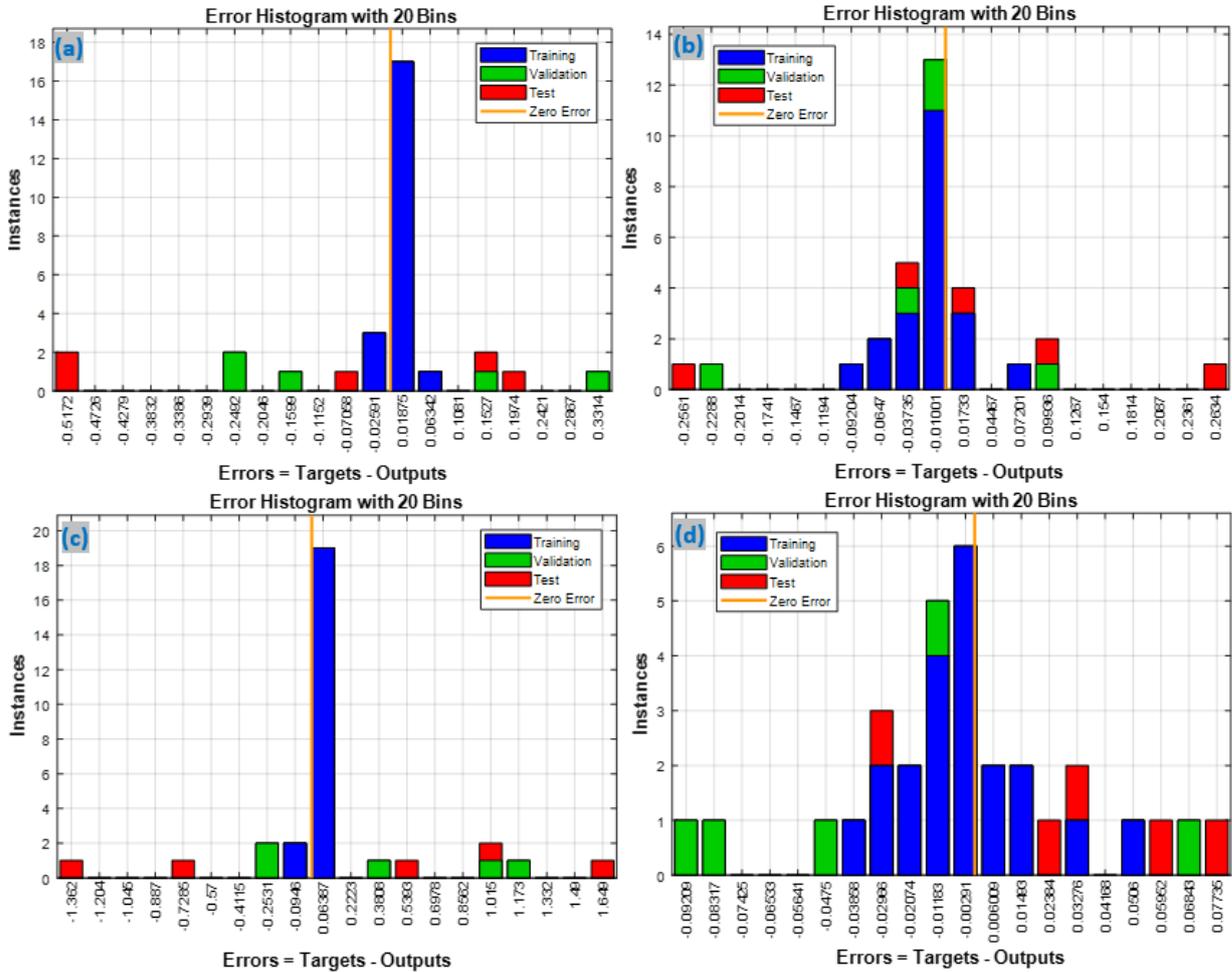


Figure IV-6. Illustration graphique des erreurs ANN à l'aide d'un histogramme des bio-mortiers à base de WFW : (a,b) résistance et déplacement en flexion et (c,d) résistance et déplacement en compression, respectivement.

La **Figure IV-7** présente un diagramme des erreurs qui se sont produites tout au long de la formation, du test et de la validation du réseau neuronal. Il est évident qu'à l'étape initiale de la formation du réseau neuronal, la valeur de *MSE* était significativement élevée, mais qu'elle a diminué au cours des étapes ultérieures du processus de formation du réseau neuronal. Lorsque le *MSE* est minimisée aux 15^{ème}, 5^{ème}, 26^{ème} et 5^{ème} époques pour R_f , Y_f , R_c et Y_c , où les phases d'apprentissage, de validation et de test ont été couplées à la droite de meilleur ajustement, la procédure de formation du RNA est terminée.

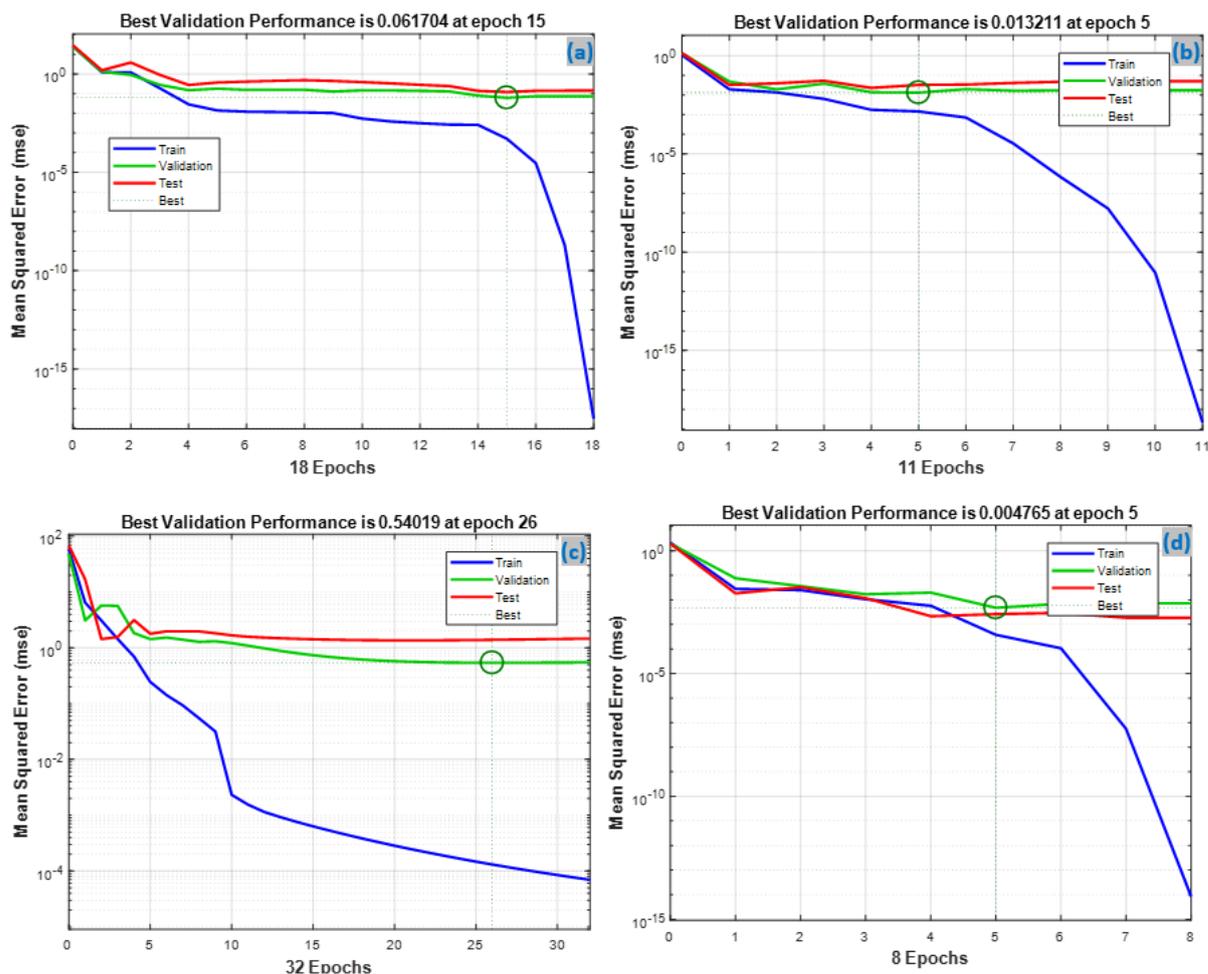


Figure IV-7. Variations de l'erreur quadratique moyenne en fonction des périodes pour les bio-mortiers à base de WFW : (a,b) résistance et déplacement en flexion et (c,d) résistance et déplacement en compression, respectivement.

IV.5.5 Comparaison des modèles RSM et ANN

Dans cette étude, la résistance et le déplacement en compression ainsi que la résistance le déplacement en flexion des bio-mortiers dont le ciment a été partiellement substitué par des fibres WFW ont été prédits à l'aide des approches CCD-RSM et ANN. La précision des modèles CCD-RSM et ANN développés a été évaluée en comparant les données estimées aux données réelles moyennes. Les résultats démontrent que les résultats estimés pour R_f , Y_f , R_c et Y_c dans les deux approches sont étroitement alignés avec les valeurs expérimentales correspondantes [87].

Les **Figures IV-8 et 9** présentent les graphiques en 3D produits par les techniques RSM et ANN. Les graphiques ont été créés en fonction de deux variables indépendantes et d'une troisième variable constante. Les graphiques 3D obtenus par RSM et ANN présentent de bonnes similitudes. La contrainte en compression et en flexion diminue lorsque le

pourcentage de fibres augmente, en raison de la porosité engendrée par les agrégats et la connexion du mortier, ce qui entraîne des lacunes plus importantes dans les bio-mortiers. En effet, l'augmentation des valeurs des deux facteurs entraîne une diminution de La contrainte en compression et en flexion, ce qui confirme les résultats de ces expériences de recherche.

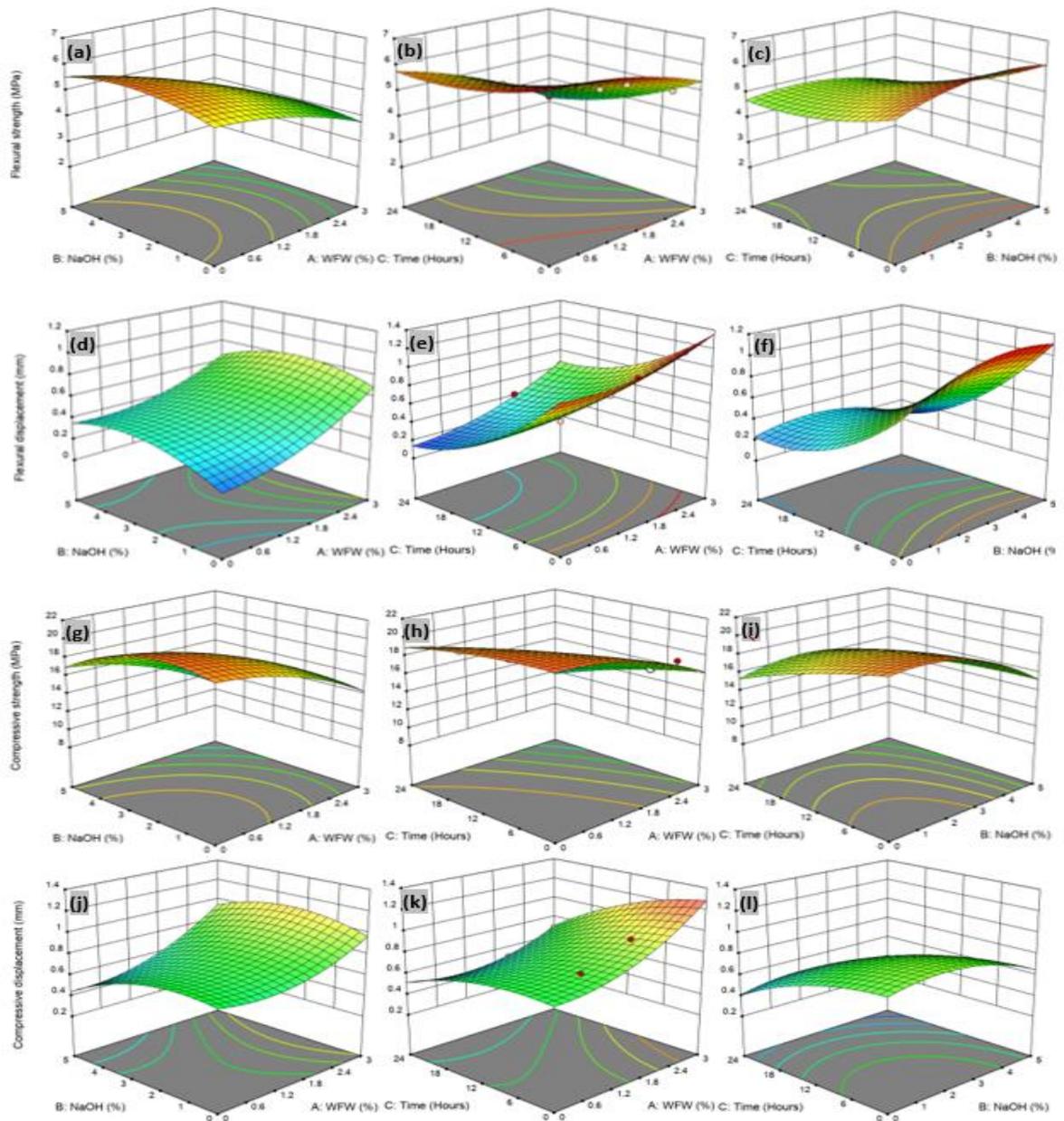


Figure IV-8. Représentation 3D par RSM des données FFW vs NaOH, FFW vs. temps, et NaOH vs. temps de la résistance et du déplacement en flexion (a,b,c) et (d,e,f) ainsi que la résistance et le déplacement en compression (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.

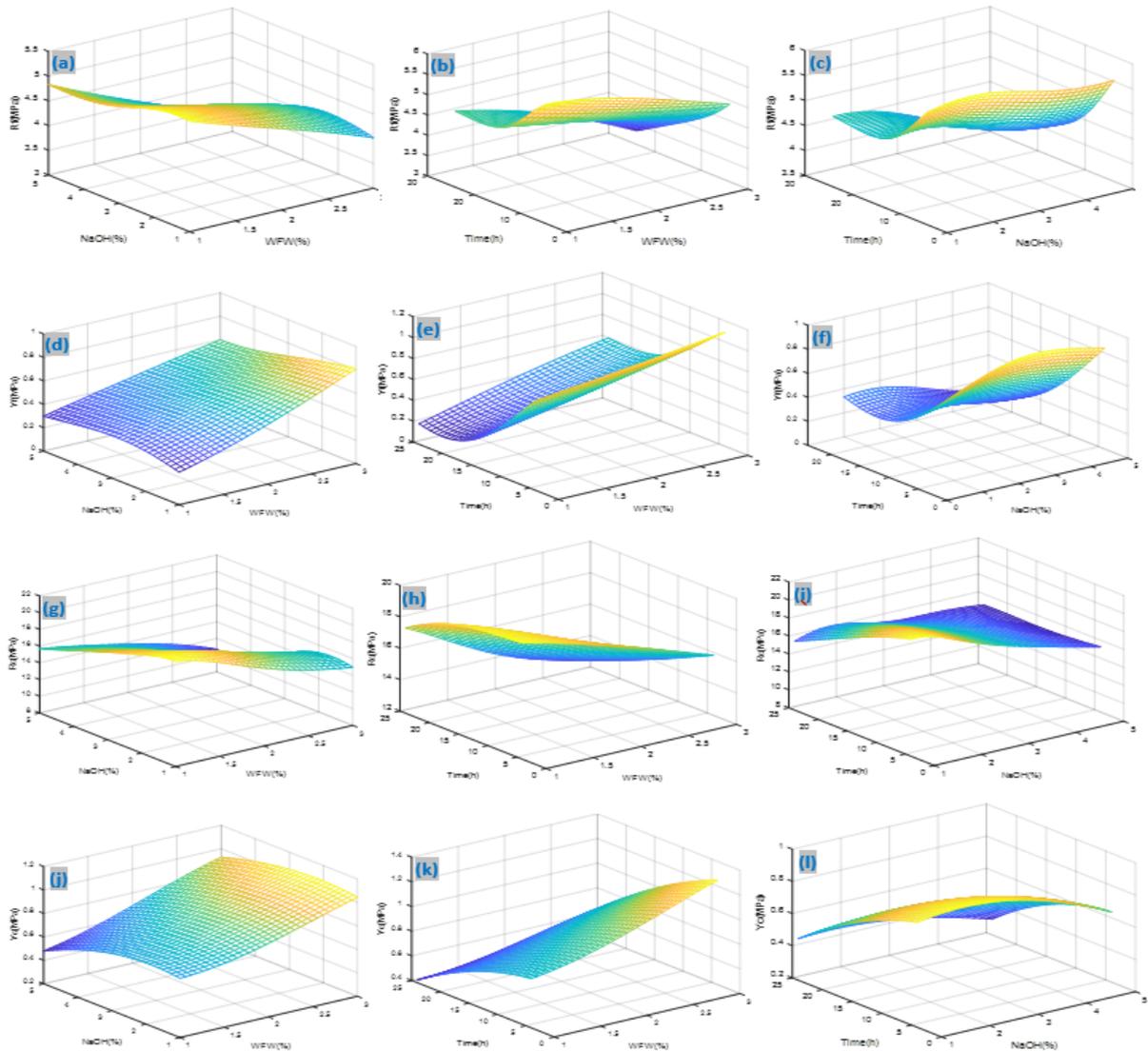


Figure IV-9. Représentation 3D par ANN des données WFV vs NaOH, WFV vs. temps, et NaOH vs. temps de la résistance et du déplacement en flexion (a,b,c) et (d,e,f) ainsi que la résistance et le déplacement en compression (g,h,i) et (j,k,l) respectivement.

La **Figure IV-10** illustre la comparaison entre les valeurs des résultats des tests et les valeurs prédites par les modèles. Il a été observé que les valeurs prédites sont assez similaires à celles obtenues expérimentalement. Pour démontrer l'adéquation des modèles créés, le coefficient de détermination (R^2), ($RMSE$), (MSE), et ($MAPE$) ont été utilisés pour analyser la corrélation entre les résultats prédits et réels pour les modèles RSM et ANN (**Tableau IV-9**). Il a été constaté que les modèles mathématiques créés pour estimer les propriétés des bio-mortiers renforcés par le WMW étaient très pertinents et plus précis, avec moins de 7 % d'erreurs. L'analyse statistique des modèles RSM et ANN donne des prévisions précises. Les valeurs R^2 sont très proches de 1, similaires à celles trouvées par Hammoudi et al. [88], ce qui suggère également que les modèles prédits et expérimentaux présentent des corrélations

élevées. En raison des faibles valeurs de *MSE*, *RMSE*, et *MAPE*, ainsi que de leur coefficient de détermination plus élevé que celui des modèles RSM, qui sont similaires avec les résultats fournis par [67,87,89], les modèles ANN offrent une précision nettement supérieure à celle des modèles RSM.

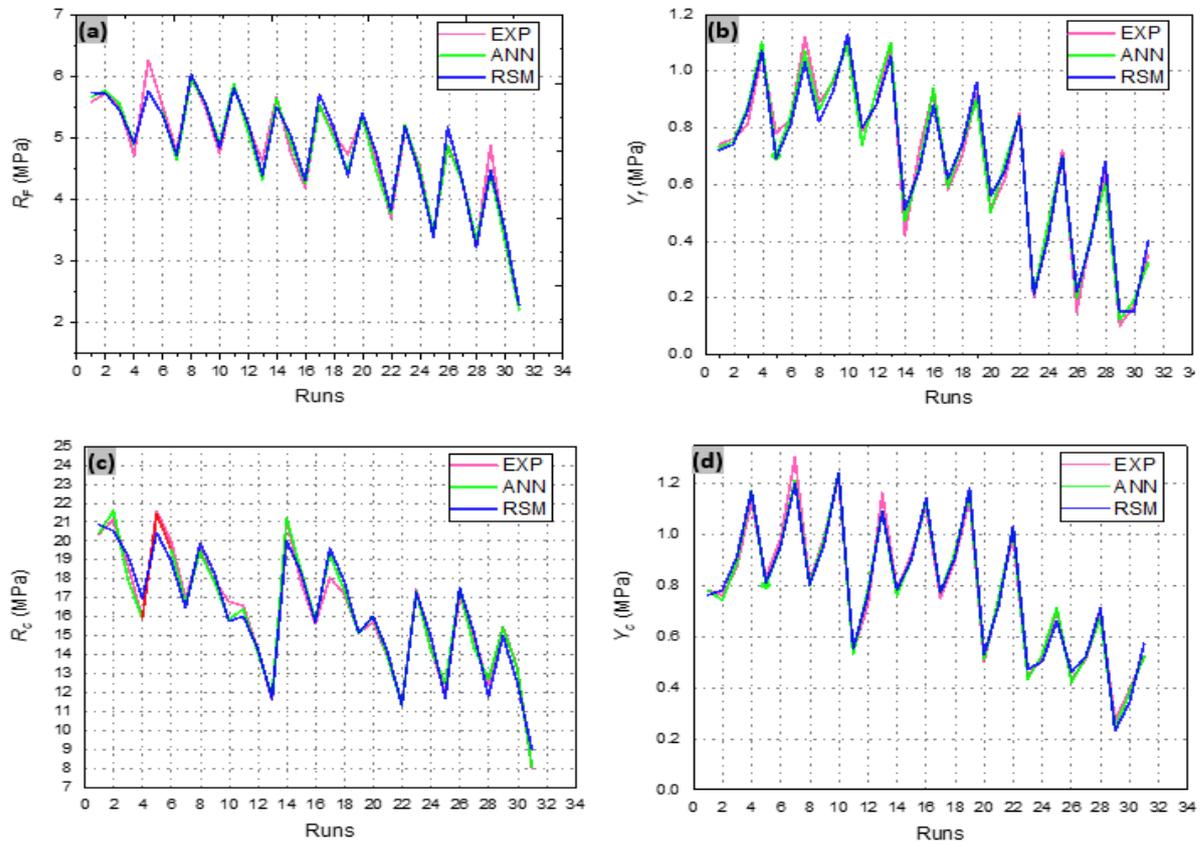


Figure IV-10. Comparaison des valeurs réelles et prédites des bio-mortiers à base de WFWs : (a,b) résistance et déplacement en flexion et (c,d) résistance et déplacement en compression respectivement.

Tableau IV-9. Les résultats statistiques pour le R^2 , *MSE*, *RMSE* and *MAPE* acquis pour les modèles de propriétés mécaniques par RSM et ANN.

	R_f		Y_f		R_c		Y_c	
	RSM	ANN	RSM	ANN	RSM	ANN	RSM	ANN
R^2	0.9577	0.9979	0.9731	0.9958	0.9875	0.9999	0.9814	0.9979
<i>MSE</i>	0.01254	0.00036	0.06365	0.00145	0.04365	0.00089	0.00326	0.00064
<i>RMSE</i>	0.05247	0.08256	0.09831	0.00765	0.01328	0.00423	0.04543	0.00321
<i>MAPE</i>	0.06541	0.06746	0.0373	0.0615	0.08244	0.02112	0.21414	0.00112

IV.5.6 Optimisation

Obtenir la valeur maximale simultanément pour plusieurs réponses est un défi. Par conséquent, de nombreuses solutions sont améliorées à l'aide de méthodes d'optimisation multi-objectifs. Pour les quatre réponses de cette étude, à savoir la résistance et le déplacement en flexion ainsi que la résistance et le déplacement en compression, un compromis d'optimisation a été appliqué. La méthode RSM a été utilisée pour découvrir le contenu approprié des trois variables, telles que la teneur en fibres, la concentration de NaOH et la durée d'immersion, afin d'optimiser les quatre réponses. L'optimisation du processus dans cette recherche a été effectuée en utilisant le logiciel Design Expert 13. La fonction de désirabilité a été utilisée dans le processus d'optimisation RSM. Il existe une plage significative pour chaque variable indépendante et dépendante. L'utilisation d'une approche d'optimisation multi-objectifs (**Tableau IV-10**) permet d'obtenir un résultat similaire qui respecte les contraintes supérieures et inférieures [90]. La désirabilité est la mesure du degré de satisfaction aux objectifs que la solution permet d'atteindre. Pour obtenir de meilleurs résultats, une désirabilité proche de 1 est recommandée. Le pourcentage optimal de WFW, le pourcentage de NaOH et le temps d'immersion pour les quatre réponses, y compris la résistance et le déplacement en flexion ainsi que la résistance et le déplacement en compression, sont indiqués dans les rampes graphiques de la **Figure IV-11**. La valeur de désirabilité de 0,926 a été atteinte, ce qui montre que les réponses peuvent être optimisées. Avec une désirabilité de 92.6%, les quatre meilleures valeurs de réponse pour R_f , Y_f , R_c et Y_c étaient de 6,03 MPa, 0,83 mm, 19,90 MPa et 0,79 mm (**Tableau IV-11**). Ces valeurs ont été identifiées dans le mortier contenant 1 % de WMW qui a été traité avec 2,6 % de NaOH pendant un temps d'immersion de 4 heures. La **Figure IV-12** illustre les profils des valeurs prédites pour les quatre réponses avec une désirabilité de 0,926 en fonction des trois facteurs individuels. Ces résultats confirment ceux obtenus expérimentalement.

Tableau IV-10. Contraintes des variables des bio-mortiers et leurs réponses.

Désignation	Objectif	Limite inférieure	Limite supérieure	Importance
A: WFW	Dans l'intervalle	1	3	3
B: NaOH	Dans l'intervalle	1	5	3
C: Temps d'immersion	Dans l'intervalle	4	24	3
Résistance en flexion	Maximiser	2.237	6.259	3
Résistance en compression	Maximiser	8.013	21.553	1
Déplacement en flexion	Dans l'intervalle	0.08	1.12	1

Déplacement en compression Dans l'intervalle 0.27 1.3 1

Tableau IV-11. Solutions optimales des paramètres pour la fabrication des bio-mortiers avec leurs réponses.

Nombre	WFPW %	NaOH %	Time immersion (h)	R_f (MPa)	Y_f (mm)	R_c (MPa)	Y_c (mm)	Désirabilité
1	1.000	2.462	4.000	6.027	19.897	0.823	0.797	0.926
2	1.000	2.467	4.000	6.027	19.894	0.823	0.797	0.926
3	1.000	2.496	4.000	6.029	19.871	0.825	0.796	0.926
4	1.000	2.427	4.000	6.024	19.924	0.821	0.798	0.926
5	1.000	2.439	4.006	6.024	19.915	0.822	0.798	0.926
6	1.000	2.367	4.000	6.018	19.970	0.818	0.801	0.926

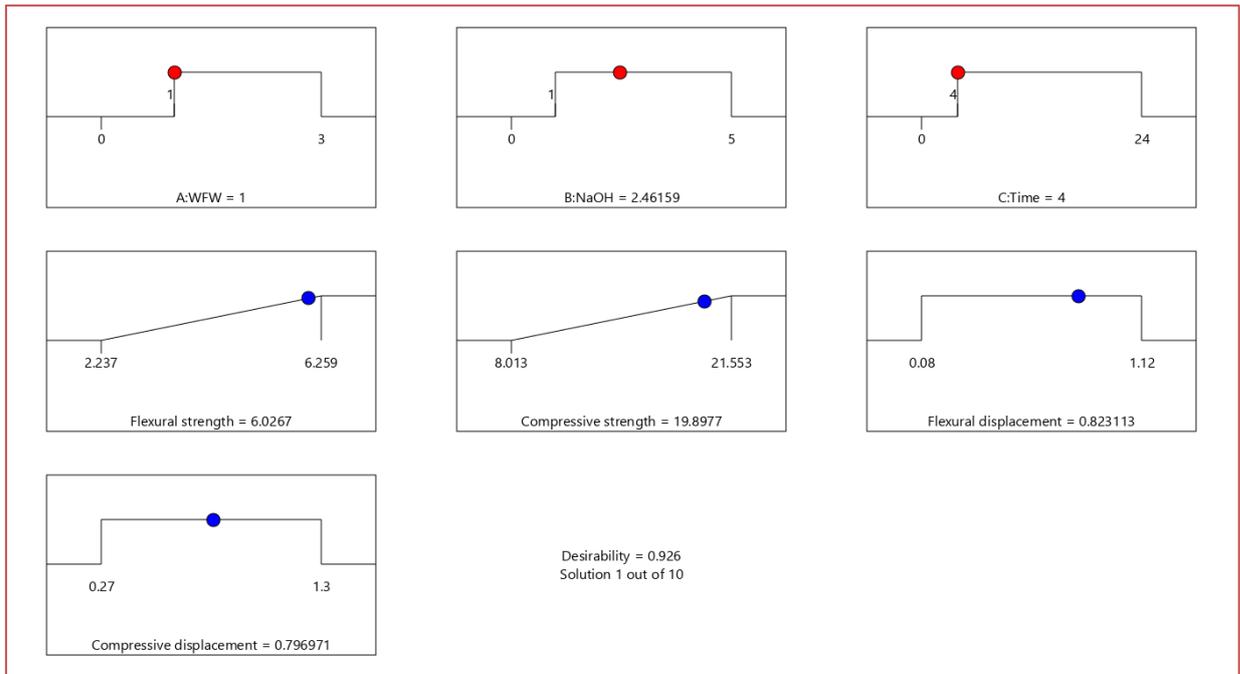


Figure IV-11. Meilleures caractéristiques pour les bio-mortiers fabriqués à base de WFW.

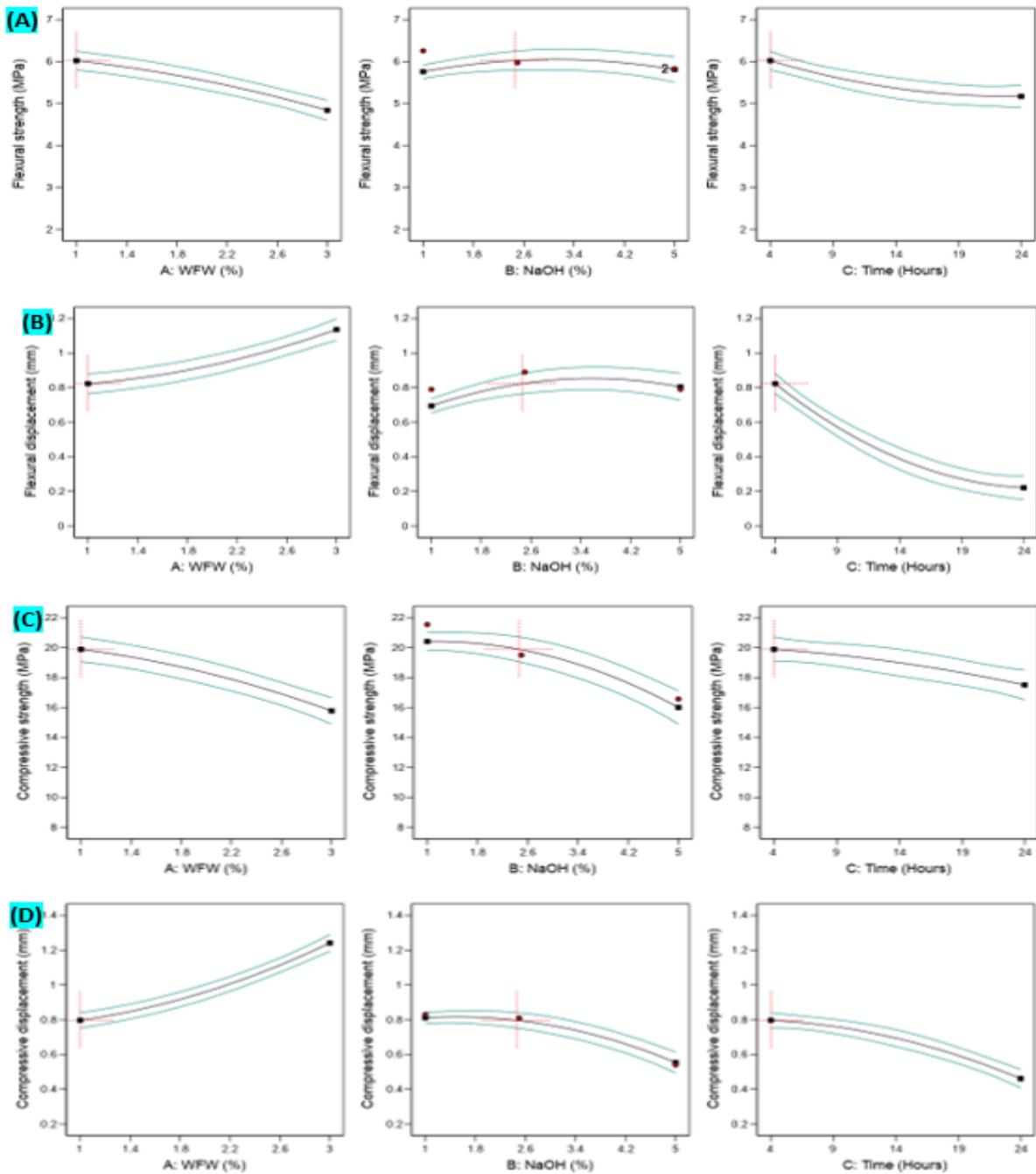


Figure IV-12. Les meilleures formulations des paramètres bio-mortiers produits et leurs résultats associés : (a,b) résistance et le déplacement en flexion et (c,d) résistance et le déplacement en compression respectivement.

IV.6 CONCLUSION

Les méthodes RSM et ANN ont été appliquées pour examiner les effets de l'addition de déchets de maille Washingtonia sur les performances mécaniques et physiques des bio-mortiers développés. Cette étude a permis de dégager quelques résultats significatifs.

- En raison de l'augmentation du volume des vides des fibres incluses, l'ajout de WFW traités a conduit à une réduction des valeurs de densité apparente des bio-mortiers de 15% à 20% par rapport à celles du mortier de contrôle ;
- Le remplissage des vides a été assuré par les WFW, ce qui a amélioré la microstructure. L'augmentation de la porosité de la matrice cimentaire conduit à une augmentation de l'absorption d'eau;
- Les UPV de chaque échantillon développé pour cette étude varient de 3,56 km/s à 3,85 km/s, ce qui démontre la qualité et la cohérence des échantillons de bio-mortiers produits dans le cadre de cette étude ;
- En remplaçant 1% du ciment par des déchets de WFW, les propriétés de flexion et de compression des bio-mortiers ont été améliorées, principalement en raison du remplissage des vides par les déchets ; alors que l'ajout de WFW à partir de 2% et 3% n'a pas augmenté la contrainte en compression et en flexion en raison de la hausse de la porosité de la matrice. Comparativement au comportement fragile présent dans le mortier témoin, l'incorporation de WFW a conduit à un comportement ductile en flexion et en compression ;
- La contrainte en compression et en flexion des mortiers à base de ciment contenant des WFW traités avec 1% de NaOH pendant 4 heures a augmenté de 12,2% et 5,9%, respectivement, par rapport aux autres bio-mortiers ;
- Les modèles RSM et ANN se sont avérés efficaces pour estimer les propriétés en compression et en flexion, et ils permettent également de recueillir un grand nombre d'informations précieuses avec le moins de combinaisons d'essais possible. Les résultats des deux techniques montrent que le modèle ANN surpasse la méthode RSM grâce à un bon coefficient de corrélation remarquablement proche de 1 ;
- Les modèles mathématiques créés pour estimer les propriétés des bio-mortiers renforcées de WFW étaient très pertinents et plus précis, avec moins de 7 % d'erreurs.

Ces types de modèles de conception sont essentiels pour les estimations initiales de la performance des matériaux sur la base d'une substitution souhaitée du ciment par d'autres déchets. En raison des avantages de l'utilisation de moins de ciment pour l'environnement, il est important de choisir avec soin le degré de substitution partielle et de préserver la quantité minimale pour le comportement mécanique des bio-mortiers. Les modèles prédictifs sont importants et utiles dans de telles situations. En outre, les exigences budgétaires, les travaux de recherche sur la rentabilité et le coût prévisionnel des projets de génie civil requièrent également l'utilisation de modèles de prédiction tels que ceux-ci. Les prédictions ANN sont plus rapides et plus abordables que les méthodologies expérimentales.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PRESPECTIVES

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PRESPECTIVES

L'objectif de ce travail de thèse était d'étudier la formulation, le comportement mécanique, physique, rhéologique et la durabilité des bio-mortiers incorporant des fibres végétales issues de déchets de *Washingtonia filifera* (WFW). Les recherches précédentes sur l'incorporation de fibres naturelles dans les matériaux cimentaires ont démontré la faisabilité de cette approche de valorisation. Cependant, des connaissances plus approfondies sont nécessaires pour comprendre les perturbations constatées. De plus, la durabilité et le comportement à long terme sont des aspects essentiels pour le développement de matériaux de construction innovants, notamment en vue de leur industrialisation. Ainsi, plusieurs travaux expérimentaux ont été menés dans le cadre de cette thèse afin de répondre à ces objectifs :

1. Étude de la formulation : Analyse approfondie des différentes formulations de bio-mortiers intégrant les fibres de WFW, en tenant compte des proportions de fibres par rapport au ciment et des méthodes de mélange.
2. Caractérisation mécanique : Évaluation du comportement mécanique des matériaux à l'aide d'essais de résistance à la compression et à la flexion, ainsi que d'autres essais pertinents pour appréhender l'effet des fibres végétales sur les propriétés mécaniques.
3. Caractérisation physique et rhéologique : Analyse des propriétés physiques telles que la densité, la porosité, l'absorption d'eau par capillarité ainsi que des propriétés rhéologiques telles que l'étalement des bio-mortiers contenant des fibres de WFW, substituées aux proportions de 1, 2 et 3 % en poids du ciment.
4. Étude de la durabilité : Investigation des processus de dégradation potentiels des matériaux au fil du temps, en se concentrant sur la résistance aux cycles de mouillage séchage sous l'influence de l'acide sulfurique à une concentration de 05% pendant une durée de 6 mois.

En synthèse, cette thèse vise à combler les lacunes dans la compréhension des mortiers contenant des fibres de WFW, en mettant l'accent sur leur formulation, leur comportement physico-mécanique, leur durabilité et leur potentiel pour une application industrielle. Les résultats de ces recherches fourniront des données précieuses pour le développement de matériaux de construction plus durables et respectueux de l'environnement.

Recommandations

Il est impératif de prolonger et d'approfondir cette étude. Des recommandations précises doivent être formulées afin de guider les futures recherches dans le domaine de l'exploitation des fibres végétales et de leur incorporation dans les mortiers cimentaires. Il serait opportun d'envisager une étude complémentaire, à la fois d'un point de vue technique et économique, pour évaluer la faisabilité de cette approche. De plus, une analyse microscopique détaillée devrait être entreprise pour évaluer l'adhésion entre les fibres et la matrice cimentaire. Les perspectives relatives aux bio-mortiers en fibres de WFW impliquent plusieurs axes de développement et de recherche pour exploiter pleinement leur potentiel dans le domaine des matériaux de construction durables et respectueux de l'environnement. Voici quelques perspectives à considérer :

Optimisation de la formulation : Continuer à étudier et à optimiser les formulations de bio-mortiers en fibres de WFW afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques, rhéologiques et de durabilité. Cela peut inclure l'exploration de différentes proportions de fibres, l'utilisation d'adjuvants spécifiques et l'optimisation des méthodes de fabrication.

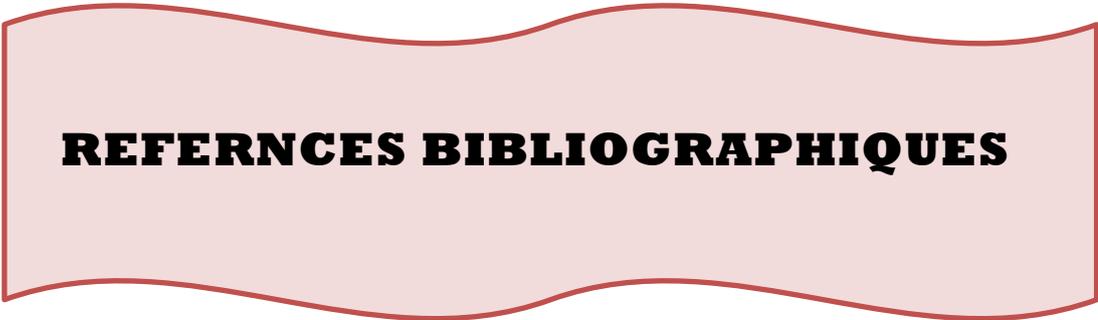
Caractérisation avancée : Approfondir la caractérisation des bio-mortiers en fibres de WFW en explorant des techniques avancées telles que la microscopie électronique à balayage (MEB), la tomographie par rayons X et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) pour mieux comprendre leur structure, leur comportement et leurs interactions avec la matrice cimentaire.

Étude de la durabilité à long terme : Poursuivre les recherches sur la durabilité à long terme des bio-mortiers en fibres de WFW, en examinant leur résistance aux conditions environnementales extrêmes, telles que les cycles de gel-dégel, l'exposition à d'autres environnements agressifs.

Applications spécifiques : Explorer de nouvelles applications pour les bio-mortiers en fibres de WFW dans divers domaines de la construction, tels que les revêtements de surface, les éléments préfabriqués, isolation thermique et les matériaux composites. Cela pourrait également inclure des études sur leur utilisation dans des applications spécifiques telles que la restauration de structures historiques ou la construction écologique.

Étude de la viabilité économique et environnementale : Évaluer la viabilité économique et environnementale de l'utilisation des bio-mortiers en fibres de WFW à grande échelle, en tenant compte des coûts de production, de la disponibilité des matières premières et de leur impact sur le cycle de vie des structures construites.

En somme, les perspectives relatives aux bio-mortiers en fibres de WFW offrent un large éventail d'opportunités pour la recherche et le développement de matériaux de construction innovants, durables et respectueux de l'environnement. En continuant à explorer ces axes de développement, il est possible de maximiser les avantages de ces matériaux tout en contribuant à une construction plus durable et résiliente.



REFERNCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERNCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] A.K. Bledzki, J. Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, *Progress in Polymer Science*. 24 (1999) 221–274. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0079-6700\(98\)00018-5](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0079-6700(98)00018-5).
- [2] C. Baley, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*, Ed. Techniques Ingénieur, 2013.
- [3] M. Dallel, Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, (2012) Thèse de docteur, Université de Haute Alsace.
- [4] D.G. Hepworth, R.N. Hobson, D.M. Bruce, J.W. Farrent, The use of unretted hemp fibre in composite manufacture, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 31 (2000) 1279–1283.
- [5] P.O. Olesen, D. V Plackett, Natural fibres performance forum, Copenhagen, Denmark. (1999).
- [6] H.-J. Gusovius, A. Prochnow, J. Hahn, J. Müssig, Fiber quality of hemp, *LANDTECHNIK*. 54 (1999) 230–231.
- [7] C. Baley, Contribution à l'étude de matériaux composites à matrice organique renforcés par des fibres de lin, (2003) Thèse Université de Bretagne Sud, Lorient, France.
- [8] R. V Da Silva, E.M.F. Aquino, L.P.S. Rodrigues, A.R.F. Barros, Development of a hybrid composite with synthetic and natural fibers, *Matéria (Rio de Janeiro)*. 13 (2008) 154–161.
- [9] L. Bourgeois, T. Williams, M. Mitome, R. Derrien, N. Kawamoto, D. Golberg, Y. Bando, Origin of coproduced boron nitride and carbon helical conical fibers, *Crystal Growth & Design*. 11 (2011) 3141–3148.
- [10] N. Lavoine, I. Desloges, A. Dufresne, J. Bras, Microfibrillated cellulose – Its barrier properties and applications in cellulosic materials: A review, *Carbohydrate Polymers*. 90 (2012) 735–764. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.05.026>.
- [11] S.K. Ritter, Lignocellulose: A complex biomaterial, *Plant Biochemistry*. 86 (2008) 15.
- [12] A. Abderraouf, Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles: valorisation des plantes locales, Thèse Université Aboubakr Belkaïd de Tlemcen, Algérie., (2017).
- [13] S. Amroune, Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier, Thèse de doctorat, Université de Guelma, Algérie, (2016).
- [14] D.B. Dittenber, H.V.S. GangaRao, Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 43 (2012) 1419–1429. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.11.019>.

- [15] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M.M. Khenfer, M. Chabannet, Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate, *Cement and Concrete Composites*. 27 (2005) 554–564. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.09.015>.
- [16] R. Ntenga, Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites, (2007).
- [17] M.M. Kabir, H. Wang, K.T. Lau, F. Cardona, Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview, *Composites Part B: Engineering*. 43 (2012) 2883–2892. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.04.053>.
- [18] S.. A. S . Mouhoubi , H . Osmani , T . Bali, ELABORATION ET ETUDE DES PROPRIETES DES COMPOSITES POLYESTER / ALFA TRAITEE ET NON TRAITEE, 2 (2012) 34–40.
- [19] A. Alawar, A.M. Hamed, K. Al-Kaabi, Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement, *Composites Part B: Engineering*. 40 (2009) 601–606. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2009.04.018>.
- [20] A. El Oudiani, Y. Chaabouni, S. Msahli, F. Sakli, Crystal transition from cellulose I to cellulose II in NaOH treated *Agave americana* L. fibre, *Carbohydrate Polymers*. 86 (2011) 1221–1229. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.037>.
- [21] A. Shalwan, B.F. Yousif, Investigation on interfacial adhesion of date palm/epoxy using fragmentation technique, *Materials & Design*. 53 (2014) 928–937. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.07.083>.
- [22] N. Johar, I. Ahmad, A. Dufresne, Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk, *Industrial Crops and Products*. 37 (2012) 93–99. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.12.016>.
- [23] M.A. Norul Izani, M.T. Paridah, U.M.K. Anwar, M.Y. Mohd Nor, P.S. H'ng, Effects of fiber treatment on morphology, tensile and thermogravimetric analysis of oil palm empty fruit bunches fibers, *Composites Part B: Engineering*. 45 (2013) 1251–1257. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.07.027>.
- [24] P. Saha, S. Manna, S.R. Chowdhury, R. Sen, D. Roy, B. Adhikari, Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment, *Bioresource Technology*. 101 (2010) 3182–3187. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.12.010>.
- [25] G. Raj, E. Balnois, C. Baley, Y. Grohens, Role of Polysaccharides on Mechanical and Adhesion Properties of Flax Fibres in Flax/PLA Biocomposite, *International Journal of Polymer Science*. 2011 (2011) 1–11. <https://doi.org/10.1155/2011/503940>.
- [26] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Gherabli, A. Kareche, A. Boudenne, Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for use as insulating materials in building, *Energy and Buildings*. 81 (2014) 98–104. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.05.032>.
- [27] A. Zanichelli, A. Carpinteri, G. Fortese, C. Ronchei, D. Scorza, S. Vantadori, Contribution of date-palm fibres reinforcement to mortar fracture toughness, *Procedia Structural Integrity*. 13 (2018) 542–547.

- <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.prostr.2018.12.089>.
- [28] A.B. A. Kareche, B. Agoudjil, B. Haba, Study on the Durability of New Construction Materials Based on Mortar Reinforced with Date Palm Fibers Wastes, Waste and Biomass Valorization Volume. 11 (2020) 3801–3809.
- [29] M. Boumhaout, L. Boukhattem, H. Hamdi, B. Benhamou, F. Ait Nouh, Thermomechanical characterization of a bio-composite building material: Mortar reinforced with date palm fibers mesh, Construction and Building Materials. 135 (2017) 241–250. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.12.217>.
- [30] T. Ali-Boucetta, A. Ayat, W. Laifa, M. Behim, Treatment of date palm fibres mesh: Influence on the rheological and mechanical properties of fibre-cement composites, Construction and Building Materials. 273 (2021) 121056. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121056>.
- [31] O. Benaimeche, A. Carpinteri, M. Mellas, C. Ronchei, D. Scorza, S. Vantadori, The influence of date palm mesh fibre reinforcement on flexural and fracture behaviour of a cement-based mortar, Composites Part B: Engineering. 152 (2018) 292–299. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.07.017>.
- [32] H. Khelifi, Matériaux argileux stabilisés au ciment et renforcés de fibres végétales: formulation pour extrusion, Lorient, 2012.
- [33] N. Benmansour, Développement et caractérisation de composites naturels locaux adaptés à l’isolation thermique dans l’habitat, Thèse de doctorat Université de Batna, Algérie, (2015).
- [34] A. Korjenic, J. Zach, J. Hroudová, The use of insulating materials based on natural fibers in combination with plant facades in building constructions, Energy and Buildings. 116 (2016) 45–58. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2015.12.037>.
- [35] R. GHEDAMSI, Développement d’une méthodologie de conception de bâtiments à énergie positive en Algérie, (2019).
- [36] M. Iqbal, J. Ma, N. Ahmad, K. Hussain, M.S. Usmani, M. Ahmad, Sustainable construction through energy management practices in developing economies: an analysis of barriers in the construction sector, Environmental Science and Pollution Research. 28 (2021) 34793–34823. <https://doi.org/10.1007/s11356-021-12917-7>.
- [37] R.D. Tolêdo Filho, K. Ghavami, G.L. England, K. Scrivener, Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability, Cement and Concrete Composites. 25 (2003) 185–196. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(02\)00018-5](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0958-9465(02)00018-5).
- [38] R. Jia, Q. Wang, P. Feng, A comprehensive overview of fibre-reinforced gypsum-based composites (FRGCs) in the construction field, Composites Part B: Engineering. 205 (2021) 108540. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108540>.
- [39] N.K. Krishna, M. Prasanth, R. Gowtham, S. Karthic, K.M. Mini, Enhancement of properties of concrete using natural fibers, Materials Today: Proceedings. 5 (2018) 23816–23823. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.10.173>.
- [40] A. Elsaid, M. Dawood, R. Seracino, C. Bobko, Mechanical properties of kenaf fiber

- reinforced concrete, *Construction and Building Materials*. 25 (2011) 1991–2001. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.11.052>.
- [41] L. Martinie, P. Rossi, N. Roussel, Rheology of fiber reinforced cementitious materials: classification and prediction, *Cement and Concrete Research*. 40 (2010) 226–234. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.08.032>.
- [42] I.C. Mihai, A.D. Jefferson, A micromechanics based constitutive model for fibre reinforced cementitious composites, *International Journal of Solids and Structures*. 110–111 (2017) 152–169. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2017.01.032>.
- [43] B. Boulekbache, M. Hamrat, M. Chemrouk, S. Amziane, Flowability of fibre-reinforced concrete and its effect on the mechanical properties of the material, *Construction and Building Materials*. 24 (2010) 1664–1671. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.02.025>.
- [44] L.H.P. Silva, F.F.G. de Paiva, J.R. Tamashiro, M.P.B. de Almeida, V.P.K. de Maria, V.M.A. de Oliveira, A. Kinoshita, Bamboo as a Sustainable Building Material, in: *Bamboo and Sustainable Construction*, Springer, 2023: pp. 1–23.
- [45] D. Sedan, Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite, (2007).
- [46] A. Govin, A. Peschard, R. Guyonnet, Modification of cement hydration at early ages by natural and heated wood, *Cement and Concrete Composites*. 28 (2006) 12–20. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2005.09.002>.
- [47] A. Govin, Aspects physico-chimiques de l'interaction bois-ciment. Modification de l'hydratation du ciment par le bois, (2004).
- [48] Y. Lamia, Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss), 2011.
- [49] O. Bahloul, A. Bourzam, A. Bahloul, Utilisation des fibres végétales dans le renforcement de mortiers de ciment (cas de l'alfa), in: *1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries*, ENSET Oran, 2009.
- [50] E.T. Dawood, M. Ramli, Mechanical properties of high strength flowing concrete with hybrid fibers, *Construction and Building Materials*. 28 (2012) 193–200. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.08.057>.
- [51] M. Khorami, E. Ganjian, Comparing flexural behaviour of fibre–cement composites reinforced bagasse: Wheat and eucalyptus, *Construction and Building Materials*. 25 (2011) 3661–3667. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.03.052>.
- [52] W.H. Kwan, M. Ramli, C.B. Cheah, Flexural strength and impact resistance study of fibre reinforced concrete in simulated aggressive environment, *Construction and Building Materials*. 63 (2014) 62–71. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.04.004>.
- [53] M.A. Aziz, P. Paramasivam, S.L. Lee, Prospects for natural fibre reinforced concretes in construction, *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*. 3 (1981) 123–132. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0262-5075\(81\)90006-3](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0262-5075(81)90006-3).

- [54] L.H. Tung, M. Boutouil, F. Khadraoui, M. Gomina, Mechanical and microstructural characterization of flax fibre-reinforced cement composite, in: Proceedings of the 11th Japan-Korea-France-Canada Joint Seminar on Geoenvironmental Engineering, 2012: pp. 131–136.
- [55] C. Sawsen, K. Fouzia, B. Mohamed, G. Moussa, Effect of flax fibers treatments on the rheological and the mechanical behavior of a cement composite, *Construction and Building Materials*. 79 (2015) 229–235.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.12.091>.
- [56] P. Lertwattanakruk, A. Suntijitto, Properties of natural fiber cement materials containing coconut coir and oil palm fibers for residential building applications, *Construction and Building Materials*. 94 (2015) 664–669.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.154>.
- [57] G. Ramakrishna, T. Sundararajan, Impact strength of a few natural fibre reinforced cement mortar slabs: A comparative study, *Cement and Concrete Composites*. 27 (2005) 547–553. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.09.006>.
- [58] J. de Almeida Melo Filho, F. de Andrade Silva, R.D. Toledo Filho, Degradation kinetics and aging mechanisms on sisal fiber cement composite systems, *Cement and Concrete Composites*. 40 (2013) 30–39.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.04.003>.
- [59] F. de Andrade Silva, B. Mobasher, R.D.T. Filho, Cracking mechanisms in durable sisal fiber reinforced cement composites, *Cement and Concrete Composites*. 31 (2009) 721–730. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2009.07.004>.
- [60] M.F. Canovas, N.H. Selva, G.M. Kawiche, New economical solutions for improvement of durability of Portland cement mortars reinforced with sisal fibres, *Materials and Structures*. 25 (1992) 417–422.
- [61] ASTM C33, Standard Specification for Concrete Aggregates, ASTM International, (2003).
- [62] ASTM C150, Standard specification for portland cement, (2015).
- [63] B. Salima, Caractéristiques physico-mécaniques et durabilité des éco- composites cimentaires à base de granulats de caoutchouc issus de pneus usagés, Université du 8 Mai 1945, Guelma Algérie, 2017.
- [64] A. Achour, F. Ghomari, N. Belayachi, Properties of cementitious mortars reinforced with natural fibers, *Journal of Adhesion Science and Technology*. 31 (2017) 1938–1962. <https://doi.org/10.1080/01694243.2017.1290572>.
- [65] M. Boumaaza, A. Belaadi, M. Bouchak, The Effect of Alkaline Treatment on Mechanical Performance of Natural Fibers-reinforced Plaster: Optimization Using RSM, *Journal of Natural Fibers*. 18 (2020).
<https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1724236>.
- [66] V. Hospodarova, E. Singovszka, N. Stevulova, Characterization of Cellulosic Fibers by FTIR Spectroscopy for Their Further Implementation to Building Materials, *American Journal of Analytical Chemistry*. 9 (2018) 303–310.
<https://doi.org/10.4236/ajac.2018.96023>.

- [67] M. Boumaaza, A. Belaadi, M. Bourchak, M. Jawaid, H. Satha, Comparative study of flexural properties prediction of *Washingtonia filifera* rachis biochar bio-mortar by ANN and RSM models, *Construction and Building Materials*. 318 (2022) 125985. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125985>.
- [68] A.R.G. de Azevedo, M.T. Marvila, B.A. Tayeh, D. Cecchin, A.C. Pereira, S.N. Monteiro, Technological performance of açai natural fibre reinforced cement-based mortars, *Journal of Building Engineering*. 33 (2021) 101675. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.job.2020.101675>.
- [69] Y. Bellatrache, L. Ziyani, A. Dony, M. Taki, S. Haddadi, Effects of the addition of date palm fibers on the physical, rheological and thermal properties of bitumen, *Construction and Building Materials*. 239 (2020) 117808. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117808>.
- [70] EN 196-1, Methods of testing cement-Part 1: Determination of Stress, European Committee for Standardization. (2005).
- [71] Z. Nafaa, Y. Cheriat, “Eléments de matériaux de construction et essais,” Collection, Collection : le livre de génie civil. Direction de la publication universitaire de Guelma., 2007.
- [72] N.E. 12504-4, “Essais pour béton dans les structures-Partie4:détermination de la vitesse de propagation du son”. Mai 2005., (n.d.).
- [73] A.C. 642, Standard Test Method for Density, Absorption, and Voids in Hardened Concrete C642-97, ASTM International. (1997) 1–3.
- [74] ASTM C 267. “Standard test methods for chemical resistance of mortars, grouts, and monolithic surfacing and polymer concretes”. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Structures. June 1996, (n.d.).
- [75] P. Lawrence, E. Ringot, B. Husson, About the measurement of the air content in mortar, *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*. 32 (1999) 618–621. <https://doi.org/10.1007/bf02480498>.
- [76] A.M. Brandt, Fibre reinforced cement-based (FRC) composites after over 40 years of development in building and civil engineering, *Composite Structures*. 86 (2008) 3–9. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2008.03.006>.
- [77] A.R.G. de Azevedo, A.S.A. Cruz, M.T. Marvila, L.B. de Oliveira, S.N. Monteiro, C.M.F. Vieira, R. Fediuk, R. Timokhin, N. Vatin, M. Daironas, Natural Fibers as an Alternative to Synthetic Fibers in Reinforcement of Geopolymer Matrices: A Comparative Review, *Polymers*. 13 (2021). <https://doi.org/10.3390/polym13152493>.
- [78] A. Thuault, S. Eve, D. Blond, J. Bréard, M. Gomina, Effects of the hygrothermal environment on the mechanical properties of flax fibres, *Journal of Composite Materials*. 48 (2013) 1699–1707. <https://doi.org/10.1177/0021998313490217>.
- [79] T. Uygunoğlu, I.B. Topçu, The role of scrap rubber particles on the drying shrinkage and mechanical properties of self-consolidating mortars, *Construction and Building Materials*. 24 (2010) 1141–1150. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.12.027>.
- [80] D. Pedro, J. de Brito, R. Veiga, Mortars Made with Fine Granulate from Shredded Tires, *Journal of Materials in Civil Engineering*. 25 (2013) 519–529.

- [https://doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0000606](https://doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0000606).
- [81] J. Wang, Q. Dai, R. Si, S. Guo, Mechanical, durability, and microstructural properties of macro synthetic polypropylene (PP) fiber-reinforced rubber concrete, *Journal of Cleaner Production*. 234 (2019) 1351–1364.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.06.272>.
- [82] M.J. DeJong, F.J. Ulm, The nanogranular behavior of C-S-H at elevated temperatures (up to 700 °C), *Cement and Concrete Research*. 37 (2007) 1–12.
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.09.006>.
- [83] A. Belaadi, M. Boumaaza, H. Alshahrani, M. Bouchak, Optimization of Palm Rachis Biochar Waste Content and Temperature Effects on Predicting Bio-Mortar : ANN and RSM Modelling, *Journal of Natural Fibers*. 20 (2023) 2151547.
<https://doi.org/10.1080/15440478.2022.2151547>.
- [84] O.M. Ofuyatan, O.B. Agbawhe, D.O. Omole, C.A. Igwegbe, J.O. Ighalo, RSM and ANN modelling of the mechanical properties of self-compacting concrete with silica fume and plastic waste as partial constituent replacement, *Cleaner Materials*. 4 (2022) 100065. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.clema.2022.100065>.
- [85] Q. Liu, M.F. Iqbal, J. Yang, X. Lu, P. Zhang, M. Rauf, Prediction of chloride diffusivity in concrete using artificial neural network: Modelling and performance evaluation, *Construction and Building Materials*. 268 (2021) 121082.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121082>.
- [86] M.J. Moradi, M. Khaleghi, J. Salimi, V. Farhangi, A.M. Ramezaniapour, Predicting the compressive strength of concrete containing metakaolin with different properties using ANN, *Measurement*. 183 (2021) 109790.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.109790>.
- [87] N.S.A. Yaro, M.H. Sutanto, N.Z. Habib, M. Napiyah, A. Usman, A. Muhammad, Comparison of Response Surface Methodology and Artificial Neural Network approach in predicting the performance and properties of palm oil clinker fine modified asphalt mixtures, *Construction and Building Materials*. 324 (2022) 126618.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.126618>.
- [88] A. Hammoudi, K. Moussaceb, C. Belebchouche, F. Dahmoune, Comparison of artificial neural network (ANN) and response surface methodology (RSM) prediction in compressive strength of recycled concrete aggregates, *Construction and Building Materials*. (2019). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.119>.
- [89] S. Ray, M. Haque, T. Ahmed, T.T. Nahin, Comparison of artificial neural network (ANN) and response surface methodology (RSM) in predicting the compressive and splitting tensile strength of concrete prepared with glass waste and tin (Sn) can fiber, *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*. (2021).
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jksues.2021.03.006>.
- [90] S.A. Raheel Shah, N. Ben Kahla, M. Atig, M. Kashif Anwar, M. Azab, A. Mahmood, Optimization of fresh and mechanical properties of sustainable concrete composite containing ARGF and fly ash: An application of response surface methodology, *Construction and Building Materials*. 362 (2023) 129722.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.129722>.

