



Faculté de Génie

Département de génie civil et du bâtiment

RHEOLOGICAL AND HYGROTHERMAL BEHAVIORS OF COMPOSITES REINFORCED WITH VEGETABLE FIBERS

COMPORTEMENTS RHÉOLOGIQUE ET HYGROTHERMIQUE DES COMPOSITES RENFORCÉS AVEC DES FIBRES VÉGÉTALES

Thèse présentée pour obtenir le grade de docteur de l'Université de Sherbrooke

Spécialité : génie civil

Younes Zouaoui

Jury : Ammar YAHIA, Directeur de recherche
Rafik BELARBI, Codirecteur
Kamel BOUARAB, Rapporteur
Mohammed SONEBI, Examineur
Pierre-Claver Nkinamubanzi, Examineur

Université de Sherbrooke
La Rochelle Université
Université de Sherbrooke
Queen's University Belfast
Canada NRC-CNRC

Résumé

Le secteur de la construction consomme d'énormes quantités d'énergie non renouvelable. L'épuisement des ressources fossiles, l'émission excessive du carbone, le réchauffement climatique poussent les chercheurs à développer une nouvelle génération de matériaux de construction renouvelables et recyclables avec un faible impact environnemental. De ce fait, la mise en place de nouveaux matériaux de construction est bénéfique non seulement en termes de coûts et d'énergie, mais aussi en termes de réduction de la consommation des ressources naturelles et de fréquence d'extraction des matières premières. Parmi les matériaux alternatifs, on trouve les fibres naturelles. Ces dernières sont renouvelables, recyclables et présentent d'excellentes propriétés mécaniques et thermiques. De plus, ces fibres peuvent se substituer aux fibres de verre et de carbone dans de nombreux domaines d'application. En effet, l'industrie des fibres naturelles représente un secteur économique en pleine expansion vu les avantages que procurent ces fibres pour plusieurs secteurs de l'industrie (textile, automobile, bâtiment, etc.). Grâce à leur faible coût d'extraction, l'incorporation des fibres naturelles dans différents matériaux permet de créer un matériau bioéconomique et écologique avec une faible empreinte environnementale. Toutefois, l'association des fibres végétales à la matrice cimentaire présente une problématique à résoudre. En effet, les fibres végétales ont un important caractère hydrophile. Avec les cycles d'absorptions/désorptions, la géométrie des fibres varie, ce qui engendre une perte d'adhérence entre les fibres et la matrice cimentaire. De plus, certains constituants de la fibre, en l'occurrence les pectines fixent le calcium et engendrent un retard de l'apparition du gel de silicate de calcium hydraté C-S-H.

Afin de comprendre le phénomène d'interaction entre les fibres végétales et la matrice cimentaire, il est important d'étudier les différents paramètres qui affectent le comportement des fibres végétales dans la matrice cimentaire. Ainsi, l'objectif principal de la thèse est d'étudier la faisabilité du développement des composites à partir des fibres végétales. Plus spécifiquement, cette étude vise à mettre en place des mortiers fibrés et hybrides destinés à des applications dans le bâtiment. Dans cette étude deux types de mortiers fibrés ont été formulés, un mortier de revêtement, et un autre destiné à l'isolation thermique. Les fibres végétales utilisées dans cette étude constituent une nouvelle variété de fibres extraite à partir des tiges de palmier dattier (PS) et des fibres de chanvre (HF). Avant leur usage comme des matériaux de renfort et/ou d'isolation, les fibres ont été sujettes à une large campagne de caractérisation. La morphologie, la résistance à la traction, la composition chimique, ainsi que les isothermes de sorption ont été mesurées. Une fois la partie de caractérisation

achevée, les fibres végétales ont été sujettes à plusieurs traitements afin de réduire leur caractère hydrophile et de comprendre de près le problème de prise de la pâte cimentaire.

Les résultats obtenus montrent que les fibres extraites à partir des tiges de palmier dattier possèdent une bonne résistance à la traction. Les traitements proposés dans cette étude ont permis à la fois de réduire le taux d'absorption des fibres et d'extraire les particules végétales présentes sur les fibres et responsables du retard de prise de la pâte cimentaire. D'un point de vue composite, la présence des fibres végétales augmente la résistance à la flexion des mortiers fibrés. De plus, les mortiers développés ont montré un bon comportement hygrothermique. Ces résultats montrent que l'utilisation de ce nouveau type de mortier propose une solution intéressante d'un point de vue économique, tout en assurant de bonnes propriétés hygrothermiques.

Mots-clés : Fibres végétales, mortiers fibrés, mortiers hybrides, concentration des fibres, calorimétrie, résistance à la flexion, résistance à la compression, durabilité, microstructure, traitements des fibres, rhéologie, comportement hygrothermique, capacité de tampon hydrique, porosité.

Abstract

The construction sector consumes huge amounts of non-renewable energy. The depletion of material resources, excessive carbon emissions, and global warming are driving researchers to develop a new generation of renewable and recyclable building materials with low environmental impact. The introduction of new building materials is beneficial not only in terms of cost and energy, but also in terms of reduction and frequency of raw material extraction. Alternative materials include natural fibres. Natural fibres, have excellent mechanical and thermal properties. They are renewable and recyclable. These fibres can replace glass and carbon fibres in many areas of application. The natural fibre industry is a fast-growing economic sector because of the advantages of this type of fibre for all industrial sectors (textiles, automotive, construction, etc.). Thanks to their low extraction cost, the incorporation of natural fibres in different materials allows the creation of a bio-economic and ecological material with a low environmental impact. However, the association of vegetable fibres with the cementitious matrix presents a conundrum. Indeed, natural fibres have an important hydrophilic character. With absorption/desorption cycles, the geometry of the fibres varies, resulting in a loss of adhesion between the fibres and the cementitious matrix. In addition, vegetable fibres are made up of cellulose, hemicellulose, lignin and pectin etc. Some of these components of the fibre in their entirety are also found in the cement matrix. Some of the fibre constituents, in this case pectins, bind calcium and delay the appearance of the C-S-H hydrated calcium silicate gel. In order to better understand the phenomenon of interaction between vegetable fibres and the cement matrix, it is important to study the different parameters that affect the behaviour of fibre mortars (percentage of fibres, mixing sequence, setting delay, durability of fibres, etc.). Thus, the main objective of the thesis is to study the hydric and thermomechanical behaviour of fibre mortars. More specifically, this study aims to optimise the percentages of natural fibres used as reinforcement and/or insulation materials in fibre-reinforced mortars. Two types of fibre-reinforced mortars were formulated, a residual mortar and a second mortar intended for thermal insulation. The hydric and thermomechanical behaviour of the mortars were determined.

In this study, the fibres used are a new variety of vegetable fibres extracted from date palm stems (PS). Prior to their use as reinforcement and/or insulation materials, the fibres were subjected to an extensive characterisation campaign. Morphology, tensile strength, chemical composition, percentage of amorphous and/or crystalline constituents of the fibres as well as sorption isotherms were measured. Once the characterisation part was completed, the vegetable fibres were subjected to

several treatments in order to reduce their hydrophilic character and to extract the vegetable particles present on the fibres and responsible for the setting delay of the cementitious paste. As a reminder, commercial hemp fibres (HF) were used for comparison purposes. The specific objective of the fibre treatments is to reduce the setting delay of the cementitious paste, and to remove the vegetable particles present on the fibres and responsible for the setting delay of the cementitious paste. Once the treatments were completed, the sorption isotherms of the fibres were measured. The results obtained show that the fibres extracted from date palm stems have good tensile strength. The proposed treatments allowed both to reduce the absorption rate of the fibres and to extract the vegetable particles present on the fibres and responsible for the delay in the setting of the cement paste. From a composite point of view, the presence of vegetable fibres increases the flexural strength of the fibre mortars. In addition, the mortars developed have shown good hygrothermal behaviour. These results show that the use of this new type of mortar offers an interesting solution from an economical point of view, while ensuring good hygrothermal properties.

Keywords: Vegetable fibers, Fiber-reinforced mortars, Percentage of fibres, Calorimetry, Flexion, Compression, Durability, Microstructure, Fiber treatments, Rheology, Hybrid, Hygrothermal behaviour, Water buffering capacity, Morphology, Porosity.

Remerciements

Je tiens sincèrement à remercier mon directeur de thèse, le professeur Ammar Yahia, pour ses conseils, sa bienveillance, sa disponibilité et son encadrement tout le long de ma formation doctorale.

Je tiens aussi à remercier mon codirecteur de thèse le professeur Rafik Belarbi pour sa disponibilité, ses conseils et son suivi tout le long de mon parcours de doctorat et en particulier lors de mon passage à La Rochelle Université.

Je tiens également à remercier tous mes collègues du groupe de recherche de l'Université de Sherbrooke en particulier : Yasser Rifaai, Aghiles Begriche, Mohammed Kramech, Yacine Hani Bouchilaoun, Abdelraouf Kenai, Masoud Hosseinpoor, Yosra Rmili, Asma Boukhatem, Naima Nouri, Dima Younes.

Un remerciement particulier à mon collègue, frère et ami, monsieur Toufik Fantous avec qui nous avons partagé beaucoup de moments ensemble.

Je tiens aussi à remercier tous mes amis et collègues de La Rochelle Université. Un remerciement particulier à : M. Ferhat Benmahiddine, Fouad Boukhlef, Rachid Chrif, Samira Amrani, Armel Nouviaire.

Je tiens à remercier chaleureusement mes enseignants et enseignantes qui sont devenus avec le temps des membres de ma famille : Karima Arroudj, Siada dorbani, Silmane Metiche, Ammar Nechnech, Mokhtar Touati, Ammari Souad, Lahcen Kali, Sasi Bourzala.

Je tiens également à remercier tout le personnel de l'Université de Sherbrooke avec un remerciement particulier à : Brahim Tighiouart, Stéphane Guitierrez, Rajko Vojnovic, Luc Pinard, Éric Langlois, Chantal Brien.

Enfin, mes remerciements vont à mon **père**, à ma **mère**, à mon **frère**, à ma **sœur**, à ma **femme**, à ma **belle-sœur** et mon **beau-frère**, à mes neveux et mes nièces, et surtout à ma **grand-mère**.

Table des matières

Chapitre 1 : Introduction.....	1
1.1 Introduction générale.....	1
1.2 Problématique.....	2
1.3 Objectifs de cette étude	3
1.4 Originalités de la thèse	5
1.5 Organisation de la thèse	5
Chapitre 2 : État de l’art.....	9
2.1 Bétons armés de fibres conventionnelles	9
2.1.1 Fibres conventionnelles	9
2.1.2 Bétons fibrés	9
2.1.3 Formulation des bétons fluides fibrés.....	10
2.1.4 Effets des fibres sur les propriétés mécaniques des bétons	12
a) Résistance à la flexion.....	12
b) Résistance à la compression.....	13
2.1.5 Tenu au feu	13
2.2 Les fibres naturelles.....	14
2.2.1 Structure et composition chimique des fibres naturelles	14
2.2.2 Propriétés et caractéristiques des fibres végétales	19
2.2.3 Béton fibré avec des fibres végétales.....	22
2.2.4 Durabilités des fibres végétales dans les milieux alcalins	32
2.2.5 Traitement des fibres végétales	36
2.3 Synthèse de la revue de littérature.....	44
2.4 Références	46

Chapitre 3 : Matériaux et méthodes d’essais..... 46

3.1 Choix des matériaux52

 3.1.1 Liant et pouzzolane.....52

 3.1.2 Sable53

 3.1.3 Fibres végétales53

3.2 Programme expérimental54

 3.2.1 Phase 1 : revue de littérature.....54

 3.2.2 Phase 2 : Conditionnement et fonctionnalisation des fibres55

 3.2.3 Phase 3 : Optimisations des pourcentages des fibres.....56

 3.2.4 Étude du comportement thermomécanique des biocomposites et optimisations des mortiers fibrés à faible conductivité thermique57

 3.2.5 Phase 5 : Étude du comportement hygrothermique et mécanique des mortiers hybrides 57

3.3 Procédures expérimentales58

 3.3.1 Extraction des fibres de palmier58

 3.3.2 Traitement des fibres végétales60

 3.3.3 Préparation des pâtes cimentaires61

 3.3.4 Préparation et mûrissement des mortiers fibrés.....61

 3.3.5 Préparation et mise en place des mortiers fibrés à faible conductivité thermique.....62

 3.3.6 Préparation et mise en place des mortiers hybrides63

 3.3.7 Essais de caractérisations des fibres64

 3.3.8 Essais de caractérisations des pâtes65

 3.3.9 Essais de caractérisations des mortiers66

3.4 Conclusions68

3.5 Références69

Chapitre 4 : Extraction, characterization, and performance evaluation of palm-stem fibers in cement-based materials..... 70

4.1 Avant-propos70

4.2 Résumé70

4.3	Abstract	71
4.4	Introduction	72
4.5	Extraction and characterization of PS fibers	74
4.6	Effect of PS fibers on hydration heat of cement paste	79
4.7	Effect of PS fibers on rheology of cement paste	83
4.8	Effect of PS fibers on flexural strength of cement-based mortar	85
4.9	Effect of fibers treatment on their physical characteristics	88
4.10	Conclusions.....	91
4.11	References.....	93

Chapitre 5 : Comportements hygrothermiques et mécaniques des mortiers fibrés..... 98

5.1	Avant-propos	98
5.2	Résumé	98
5.3	Abstract	99
5.4	Introduction	100
5.5	Material and methods	102
5.5.1	Phase 1-Extraction and Treatment of Natural Fibers	104
5.5.2	Phase 2-Fibers-Reinforced Mortar Mixtures	106
5.6	Results and Discussion.....	108
5.6.1	Morphological Characteristics of the Fibers.....	108
5.6.2	Sorption Isotherms of the Investigated Fibers	110
5.6.3	Porosity of the Fibers-Reinforced Mortar Mixtures	111
5.6.4	Thermal Conductivity of the Investigated Fiber Mortars	113
5.6.5	Sorption/Desorption Isotherms of the Investigated Mixtures.....	115
5.6.6	Moisture Buffer Value (MBV)	116
5.6.7	Compressive Strength Development of the Investigated Mortar Mixtures	117
5.7	Conclusions	118
5.8	References	120

Chapitre 6: Hygro-thermo-mechanical behavior of a new generation of bio-based mortar 125

6.1 Avant-propos 125

6.2 Résumé 125

6.3 Abstract..... 126

6.4 Introduction 126

6.5 Materials and test methods 127

6.5.1 Materials 127

6.5.2 Test methods 129

6.6 Results and discussion 131

6.6.1 Microscopic observations on the interfacial zones of the composite 131

6.6.2 Porosity assessment of HF and HYB materials 132

6.6.3 Effect of fiber and polystyrene on thermal conductivity 133

6.6.4 Adsorption/desorption isotherms of the investigated materials..... 135

6.6.5 Moisture buffer value (MBV)..... 137

6.6.6 Compressive strength..... 138

6.7 Conclusions 139

6.8 References 140

Chapitre 7 : Conclusion générale et perspectives..... 144

7.1 Conclusions générales 144

7.2 Perspectives 149

Annexe A : Performance evaluation of palm steams fibers in cement- based materials 154

Liste des figures

Figure 2.1 : Illustration de la consistance des pâtes de ciment renforcées avec des fibres rigides et avec des concentrations et facteurs d'aspect différents [4].	10
Figure 2.2 : Effet des fibres sur la compacité [8].	11
Figure 2.3 : Relation entre l'élanement des fibres et la compacité [8].	12
Figure 2.4 : Courbes contrainte déformation obtenus lors d'un essai de flexion à 4 points [9].	12
Figure 2.5 : Origine des fibres naturelles [14].	14
Figure 2.6 : Schéma de la structure d'une fibrille cellulosique [15].	15
Figure 2.7 : Molécule de la cellulose [17, 18].	15
Figure 2.8 : Structure d'un type de xyloglucane [19, 20].	16
Figure 2.9 : Représentation schématique de la lignine [21].	17
Figure 2.10 : Structure des précurseurs de la lignine [21].	18
Figure 2.11 : Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose [23, 24].	19
Figure 2.12 : Formation d'un complexe chélaté entre les ions calcium et les molécules pectine selon un modèle dit egg-box [38].	23
Figure 2.13 : Formation d'une couche protectrice autour du grain de ciment empêchant la réaction de l'hydratation [37].	23
Figure 2.14 : Temps d'écoulement des mortiers renforcés avec des fibres de lin [40].	24
Figure 2.15 : Résistance à la compression des bétons renforcés avec des fibres d'Alfa après 28 et 112 jours [43].	25
Figure 2.16 : Résistance à la compression du béton renforcé avec des fibres de palmier conservé à l'air libre [44].	26
Figure 2.17 : Résistance à la compression du béton renforcé avec des fibres de palmiers soumis à une cure humide [44].	27
Figure 2.18 : Résistance à la traction par flexion des bétons fibrés avec des fibres de palmier (cure 1) [46].	28

Figure 2. 19 : Résistance à la traction par flexion des bétons fibrés avec des fibres de palmier (cure 2) [46].....28

Figure 2.20 : Résistance à la traction par flexion des bétons fibré avec des fibres de palmier (cure 3) [46].....29

Figure 2.21 : Résistance à la flexion du béton renforcé avec des fibres d’Alfa après 28 et 112 jours [43].....29

Figure 2.22 : Conductivité thermique du béton de lin [47].....30

Figure 2.23 : Dissolution de la lignine et de l’hémicellulose dans la solution interstitielle du ciment i.e minéralisation) [56].32

Figure 2. 24 : Image montrant l’impact de la minéralisation des fibres de sisal [58].33

Figure 2.25 : Observation microscopique sur une fibre de lechiguila non traitée après 12 mois de conservation dans un milieu alcalin [61].34

Figure 2. 26 : Dégradation des filaments de celluloses dans une matrice cimentaire Mohr et al [58].35

Figure 2.27 : Mécanisme de dégradation des fibres dans la matrice cimentaire **Ardanuy et al.** [57].35

Figure 2.28 : Mécanisme de dégradation des fibres cellulosiques dans la matrice cimentaire **Pavasars et al** [62].....36

Figure 2.29 : Absorption d'eau pour les différents traitements superficiels des fibres [61].37

Figure 2.30 : Absorption à l'eau des fibres traitées et non traitées [63].....38

Figure 2.31 : Temps de prise des différents mortiers fibrés avec des fibres de lins traitées [63].39

Figure 2.32 : Résistance à la flexion des mortiers fibrés avec des fibres de lins traitées [63].....39

Figure 2.33 : Absorption d'eau des AFRP après 3 et 120 jours d'immersion dans l'eau [64].40

Figure 2.34 : Résistance à la traction des AFRP en fonction du pourcentage massique de fibres [64].41

Figure 2.35 : Évolution du Module de Young des PRFA en fonction du pourcentage massique des fibres [64].....41

Figure 2.36 : Résistance à la traction des AFRP renforcés avec des fibres d'alfa traitées et non traitées [65].42

Figure 2.37 : Modules de Young des AFRP renforcés avec des fibres d'Alfa traitées et non traitées [65].43

Figure 2.38 : Résistance à la flexion des composites en polyester renforcés avec des fibres de chanvre [66].44

Figure 3.1 : Programme expérimental54

Figure 3.2 : Extraction et caractérisation des fibres végétales.....55

Figure 3.3 : Grappes de palmier dattier.59

Figure 3.4 : Constituants du broyeur à disques.....59

Figure 3.5 : Fibres de palmier dattier.....59

Figure 3.6 : Homogénéisation des billes en polystèrene.64

Figure 3.7: Belsorp auqa 3 [5].65

Figure 3.8 : Protocole de rhéologie rotationnelle des pâtes.66

Figure 3.9 : λ -Meter EP500e.....66

Figure 3.10: Sorptions Prüfsystem (SPS).....67

Figure 3.11 : Classification Nordtest des matériaux en fonction du MBV [14].68

Figure 4.1 : Different extraction steps of PS fibers.76

Figure 4.2 : Tensile tests on PS fibers.....76

Figure 4.3 : SEM images of PS Fibers.....78

Figure 4.4 : SEM cross-section of PS Fibers.78

Figure 4.5 : Water absorption of PS and HF fiber types.....79

Figure 4.6 : Liquid filtered after infusion of fibers a) PS and b) HF.80

Figure 4.7 : Instantaneous hydration and cumulative heat curves of cement paste mixtures.81

Figure 4.8 : Heat flow of the investigated cement paste mixtures.....81

Figure 4.9 : Variation of the compressive strength of paste mixtures proportioned with the second infused liquid.....83

Figure 4.10 : Flow curves and apparent viscosity of the investigated cement paste mixtures made with PS and HF fibers at 10 minutes of age.84

Figure 4.11 : Flow curves and apparent viscosity of the investigated cement paste mixtures made with PS and HF fibers at 60 minutes of age.84

Figure 4.12 : Flexural strength of mortar containing different fiber contents and cured in dry conditions (curing 1).86

Figure 4.13 : Flexural strength of mortar mixtures containing different dosages of fibers and subjected to wet curing (curing 2).87

Figure 4.14 : Water absorption of PS and HF fiber types.89

Figure 4.15 : Formation of portlandite inside PS fibers cell.90

Figure 4.16 : Microscopic images of PS fibers soaked in silica fume suspension.91

Figure 5.1 : Summary of the experimental programme.104

Figure 5.2 : Different extraction steps of palm fibers. **(a)** Salvaged date stems; **(b)** cut palm stalk; **(c)** mill components; **(d)** palm stem fibers.105

Figure 5.3 : SEM images of PS fibers, including (a) rough surface of the fiber; (b) longitudinal section of unit fibers; (c) presence of lignin, pectin, and hemicellulose particles; (d) presence of cavities on the surface of the fibers.109

Figure 5.4 : SEM cross-section of PS fibers.109

Figure 5.5 : Sorption isotherms of PS fibers.110

Figure 5.6 : Sorption isotherms of HF fibers. It is worthy to mention the fiber’s abbreviations, as follows: PS/HF corresponds to the raw fibers (i.e., without treatment), PS1/HF1 corresponds to the treated fibers after the first infusion, PS2/HF2 after the second infusion, and PSR/HFR are those impregnated in resin.111

Figure 5.7 : **(a)** Porosity of fiber mortar and **(b)** standard deviation.112

Figure 5.8 : Evolution of the thermal conductivity of fiber mortar at different temperatures, including **(a)** 10, **(b)** 23, and **(c)** 40 °C.113

Figure 5.9 : Sorption isotherms of fiber mortar with different contents of fibers, including **(a)** 2.5 %; **(b)** 5 %.115

Figure 5.10 : (a) Moisture buffer value (MBV) of fiber mortar; (b) standard deviations. 116

Figure 5.11 : (a) Compressive strength of fiber mortar; (b) standard deviation..... 117

Figure 6.1 : Dry homogenization of polystyrene balls and lime..... 128

Figure 6.2 : Nordtest project classification of materials versus Moisture Buffer Values [35]. 130

Figure 6.3 : Microscopic observations of the HYB mortar mixture, including a) Hemp fiber and polystyrene particle distribution, b) Bond quality between the matrix and fibers/polystyrene; c) Hemp fiber/matrix (air lime) interfacial zone; d) Polystyrene particles/matrix interfacial zone. 131

Figure 6.4 : SEM image of polystyrene ball with a magnification of (a) x100 and (b) x500 [37]. . 132

Figure 6.5 : (a) Porosity of the HYB and HF mortar mixtures and (b) Standard deviation. 132

Figure 6.6 : Evolution of thermal conductivity of HYB and HF mortar mixtures at different temperatures, including (a) 10 °C, (b) 23 °C, (c) 40 °C. 134

Figure 6.7 : Sorption isotherms of HYB and HF mortar mixtures with different fiber contents, including (a) 2.5 % and (b) 5%. 136

Figure 6.8 : (a) Moisture buffer value (MBV) of HYB and HF mortar mixtures, (b) Standard deviations. 137

Figure 6.9 : (a) Compressive strength of HYB and HF mortar mixtures and (b) standard deviation. 138

Liste des Tableaux

Tableau 2-1 : Composition chimique des différentes fibres végétales [25, 26].	20
Tableau 2- 2 : Propriétés physiques de différentes fibres végétales [27, 28].	20
Tableau 2- 3 : Propriétés mécaniques en traction des différents types de fibres végétales [29, 30].	21
Tableau 2- 4 : Traitement des fibres d'Alfa avant leur utilisation comme matériau de renfort dans les AFRP [63].	42
Tableau 3-1 : Composition chimique des poudres utilisées.	53
Tableau 3- 2 : Composition chimique de la Chaux Tradical PF70.....	53
Tableau 3-3 : Traitements appliqués sur les fibres végétales.	56
Tableau 3-4 : Identification des mortiers fibrés.....	57
Tableau 3-5 : Identification des différentes formulations.....	57
Tableau 3-6 : Identification des mortiers hybrides.	58
Tableau 3-7 : Séquence de malaxage des mortiers fibrés.	62
Tableau 4-1 : Physical properties of the investigated PS fibers.	76
Tableau 4- 2 : Chemical composition of cement GU.	80
Tableau 4-3 : Mixing sequence of fiber-reinforced mortar mixtures.	85
Tableau 4- 4 : Chemical composition of silica fume.....	88
Tableau 5-1: Identification of the investigated mixtures.	103
Tableau 6-1: Identification of the investigated mixtures.	128

Chapitre 1 : Introduction

1.1 Introduction générale

L'utilisation des fibres dans le béton présente une bonne solution pour améliorer le comportement mécanique du composite. L'introduction des fibres dans le béton permet d'avoir un composite durable avec de bonnes propriétés mécaniques. En effet, l'association des fibres dans le béton permet d'améliorer de nombreuses caractéristiques dont : i) réduction de l'apparition des fissures dues au retrait de séchage, ii) diminution de la propagation des fissures et de leur largeur, iii) augmentation de la ductilité et la résistance à la traction et iiiii) augmentation de la résistance à l'abrasion. Cependant, le coût élevé des fibres a conduit les chercheurs à introduire les fibres naturelles comme alternative de remplacement des fibres conventionnelles. Ces fibres sont aussi résistantes et moins coûteuses que les fibres commercialisées.

Les fibres naturelles présentent d'excellentes propriétés mécaniques et thermiques. Elles sont renouvelables et recyclables. Ces fibres peuvent se substituer aux fibres de verre et de carbone dans de nombreux domaines d'application. L'industrie des fibres naturelles représente un secteur économique en pleine expansion vu les avantages que procure ce type de fibre pour tous les secteurs de l'industrie (textile, automobile, bâtiment, etc.). De plus, d'un point de vue économique, le marché des fibres naturelles devrait enregistrer une croissance élevée au cours de la période de prévision de 2019 à 2025 [1]. Le coton représente l'un des meilleurs exemples d'une production de rente et représente plus de 80 % de la production mondiale des fibres naturelles [2]. Grâce au faible coût d'extraction, l'incorporation des fibres naturelles dans différents matériaux permet de concevoir un matériau bioéconomique et écologique qui protège l'environnement et qui diminue l'émission des gaz à effet de serre.

L'utilisation des biocomposites connaît un essor rapide grâce notamment à la nouvelle politique mondiale axée sur un changement de cap énergétique. Unissant légèreté et résistance mécanique exceptionnelle avec un impact réduit sur le milieu ambiant, ces matériaux permettent, en effet, de nombreuses applications dans différentes industries, notamment l'industrie automobile et le bâtiment. Généralement, l'utilisation des fibres végétales dans les matériaux cimentaires est orientée vers l'isolation thermique et phonique. L'incorporation des filaments cellulotiques réduit considérablement la conductivité thermique des matériaux cimentaires. En effet, la conductivité thermique du béton de chanvre est de l'ordre de $0,15 \text{ W}/(\text{m.K})$, comparativement à $0,9 \text{ W}/(\text{m.K})$ obtenue avec le béton de

fibres conventionnelles [3]. Cette réduction est due au pouvoir isolant des fibres végétales et à leur caractère hydrophile qui accroît la porosité et, par conséquent, augmente la conductivité thermique du composite. Contrairement au bien fait que procure la présence des fibres végétales dans le domaine de l'isolation thermique, leur utilisation comme matériaux de renfort dans la matrice cimentaire n'est pas très évidente. En effet, les fibres végétales présentent un caractère hydrophile important et une faible résistance dans les milieux alcalins. À titre d'exemple, la cristallisation de la portlandite dans les parois des fibres apporte une certaine rigidité aux fibres, ce qui conduit à leur fragilisation ainsi qu'à leur perte de résistance. Ainsi, pour pouvoir valoriser ces matériaux issus de la biomasse, des traitements appropriés ont été mis en place et de nouveaux composites destinés à diverses applications dans le domaine du bâtiment ont été développés.

1.2 Problématique

La majorité des travaux de recherche portant sur le comportement des fibres végétales dans la matrice cimentaire sont soit orientés vers l'isolation thermique et/ou vers l'incorporation des fibres comme matériaux de renfort à leur état brut. La longueur et le dosage des fibres sont les paramètres les plus étudiés. La première difficulté rencontrée lors de l'utilisation des fibres végétales comme matériaux de renfort dans les matrices cimentaires est le retard des temps de prises. Ce phénomène est dû principalement à la présence de certains constituants des fibres, en l'occurrence les pectines, qui fixent le calcium et causent un retard de durcissement de la pâte cimentaire. En effet, sans prêts traitements des fibres, la présence de ces substances cause un problème de développement des résistances mécaniques à court terme. La deuxième difficulté rencontrée est le caractère hydrophile des fibres naturelles. À cause des cycles séchages/mouillages des biocomposites, les fibres absorbent et libèrent l'eau absorbée dans la matrice cimentaire. Cette action cause une variation dimensionnelle des fibres conduisant à la perte d'adhérence à l'interface fibre/matrice et, par conséquent, la réduction de la résistance mécanique du composite. Ainsi, sans traitement préalable des fibres, les biocomposites sont sujets à perdre leurs performances mécaniques à long terme. La troisième problématique est l'hydrolyse des fibres cellulosiques dans les milieux à pH élevé tels que les milieux cimentaires. Sans traitement préalable, les fibres naturelles perdent leur résistance au fil du temps. La minéralisation des fibres et la cristallisation de la portlandite sont les facteurs qui affectent le plus la durabilité des fibres cellulosiques. Il est donc nécessaire de développer un traitement adéquat pour les fibres avant leur utilisation comme matériaux de renfort à fin d'accroître leur durabilité dans les

milieux alcalins. De ce fait, plusieurs questions sont posées afin de mieux maîtriser le comportement des fibres naturelles dans les matrices cimentaires. On peut citer :

- Quels sont les traitements chimiques les plus appropriés afin de réduire le caractère hydrophile des fibres végétales ?
- Quel est l'impact du caractère hydrophile des fibres naturelles sur les propriétés hygrothermiques et mécaniques des fibres végétales ?
- Quels sont les traitements le plus appropriés pour extraire les particules présentes sur les fibres végétales et responsables du retard de prise de la pâte cimentaire ? Comment ces particules affectent-elles les propriétés rhéologiques des pâtes cimentaires ?
- Comment réduire la vulnérabilité des fibres végétales dans les milieux alcalins ?
- Quel est le dosage optimal en fibres naturelles (végétales) pour avoir les meilleures propriétés mécaniques ?
- Les fibres seront-elles convenablement orientées pour reprendre les chargements mécaniques dans la matrice cimentaire ?
- La présence des fibres végétales affecte-t-elle la porosité du composite ?
- Quel est le domaine de performance des fibres naturelles, mécanique ou hygrothermique ?
- Peut-on développer un composite hybride tout en utilisant des fibres végétales et industrielles ?

1.3 Objectifs de cette étude

Ce projet de recherche vise à mettre en place une nouvelle génération de mortier fibré et hybride à faible impact environnemental. Les composites développés ont pour objectifs d'avoir de bonnes propriétés mécaniques et hygrothermiques. Pour ce faire, une étude approfondie sur l'interaction des fibres/matrice, le pourcentage de fibres, le type de fibres et la durabilité des fibres dans un milieu alcalin est nécessaire. Les objectifs spécifiques de cette étude se résument comme suit :

- Extraire une nouvelle variété de fibres à partir des tiges de palmiers dattiers.
- Étudier la morphologie, la composition et les propriétés physicochimiques des fibres naturelles extraites à partir des tiges de palmiers dattiers.

- Mettre en place des traitements chimiques pour contrer le caractère hydrophile des fibres végétales ainsi qu'identifier et extraire les particules végétales présentes sur les fibres et responsables du retard de prise de la pâte cimentaire.
- Développer une nouvelle méthode de conservation des fibres pour accroître leur durabilité dans les milieux alcalins à pH élevé.
- Déterminer le dosage optimal des fibres végétales pour développer et optimiser des formulations des mortiers fibrés avec de bonnes propriétés hygrothermiques et mécaniques.
- Développer une nouvelle génération de mortier fibré et hybride dont les performances hygrothermiques et mécaniques sont similaires, voir meilleures que celles des mortiers fibrés présents sur le marché.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons mis en place un plan d'étude qui est composé de **5 Phases** complémentaires. Pour rappel, le programme expérimental a été divisé en deux parties, la première partie a été réalisée à l'Université de Sherbrooke, la seconde partie a été réalisée aux laboratoires de de La Rochelle Université. Les différentes Phases réalisées sont décrites comme suit :

- **Phase 1** : Revue bibliographique
- **Phase 2** : Conditionnement et fonctionnalisation des fibres. Cette Phase est divisée en deux parties distinctes :
 - **Phase 2.1** : Extraction et caractérisation des fibres végétales
 - **Phase 2.1** : Traitements des fibres végétales
- **Phase 3** : Optimisation des pourcentages de fibres dans les matrices cimentaires

Les Phases 4 et 5 ont été effectuées à La Rochelle Université (France). Les deux Phases sont décrites comme suit :

- **Phase 4** : Étude du comportement hygrothermique et mécanique des biocomposites.
Développement des mortiers fibrés à faible conductivité thermique
- **Phase 5** : Étude du comportement hygrothermique et mécanique des mortiers hybrides.
(Fibres de chanvres et billes en polypropylènes)

1.4 Originalités de la thèse

Le développement de nouveaux matériaux biosourcés est un sujet d'actualité. Avec le réchauffement climatique et l'épuisement des ressources fossiles, le développement de nouvelles générations de matériaux renouvelables et recyclables est devenu primordial. Dans cet axe de recherche, de nombreux matériaux de construction à base de fibres végétales ont vu le jour. On peut citer notamment le béton de lin, de chanvre et de coco, etc. Cependant, un nombre important de paramètres et de facteurs doivent être pris en considération pour améliorer les performances hygrothermiques et la durabilité de ces composites. Les originalités de cette étude se résument comme suit :

- 1) Extraction d'une nouvelle variété des fibres végétales issues des tiges des palmiers dattiers.
- 2) Développement et validation des différents traitements physicochimiques afin de réduire le caractère hydrophile des fibres végétales et d'améliorer leurs performances dans les matériaux de construction en général et dans les matrices cimentaires spécifiquement.
- 3) Mise en place d'un traitement physicochimique pour améliorer la durabilité des fibres végétales dans les milieux alcalins.
- 4) Développement et validation des performances hygrothermiques et mécaniques d'une nouvelle génération de mortier fibré.
- 5) Développement d'une nouvelle génération de mortier hybride (fibres végétales et billes en polystyrènes) à faible conductivité thermique.

1.5 Organisation de la thèse

Cette thèse est composée de huit chapitres présentés comme suit :

- **1^{er} chapitre** : Ce chapitre expose la problématique, les objectifs, l'originalité, et l'organisation de la thèse.
- **2^{ème} chapitre** : Dans ce chapitre, l'état de l'art des travaux accomplis sur les fibres végétales et leur domaine d'application sont présentés. De plus, les différents problèmes et paramètres qui affectent l'association des fibres végétales avec la matrice cimentaire, utilisées comme matériaux de renfort et d'isolation dans le domaine du bâtiment sont présentés. Les points

cernés dans ce chapitre permettront une meilleure compréhension du comportement des fibres végétales et contribueront à identifier les problématiques associées à l'utilisation des fibres dans les matrices cimentaires.

- **3^{ème} chapitre :** Ce chapitre présente les matériaux et la méthodologie utilisés. De plus, il décrit d'une façon détaillée les protocoles expérimentaux et les normes utilisés dans cette étude.
- **4^{ème} chapitre :** Ce chapitre traite le comportement des fibres végétales dans la matrice cimentaire. Cinq différentes formulations de mortier fibré ont été préparés. Trois types de fibres, incluant les fibres de palmier (PS), les fibres de chanvre (HF) et des fibres en polypropylène sont utilisés. Plusieurs pourcentages en volume des fibres de 0%, 0,5% 1%, 1,5% et 2% ont été utilisés. Les composites fabriqués ont été conservés dans deux types de cure : (i) cure sèche et (ii) cure humide. L'objectif est de comprendre l'effet du caractère hydrophile des fibres végétales sur le comportement mécanique des mortiers fibrés.
- **5^{ème} chapitre :** Ce chapitre traite le comportement hygrothermique et mécanique des mortiers fibrés. Différents pourcentages de fibres végétales de 2.5% et 5% ont été utilisés. La conductivité thermique, la porosité à l'eau, les isothermes de sorption, et la résistance à la compression des mortiers fibrés ont été mesurées.
- **6^{ème} chapitre :** Dans ce chapitre, les propriétés hygrothermiques et mécaniques d'une nouvelle génération de mortiers hybrides (Fibres de chanvres et billes en polystyrènes) sont présentées. La conductivité thermique, la porosité à l'eau, la perméabilité à la vapeur, les isothermes de sorption et la résistance mécanique des mortiers ont été mesurées.
- **7^{ème} chapitre :** Dans ce chapitre, l'ensemble des résultats obtenus sont présentés sous forme de conclusion, et des perspectives sont proposées pour de futurs travaux de recherche.

Les chapitres 4, 5 et 6 présentent des articles scientifiques publiés et/ou soumis dans des journaux scientifiques pour évaluations :

- **Le chapitre 4 est composé d'un article scientifique soumis à la revue Materials Today Communications (Novembre 2021):** Younes Zouaoui, Ammar Yahia, Rafik Belarbi, Slimane Metiche : Extraction, characterization, and performance evaluation of palm-stem fibers in cement-based materials.
- **Le chapitre 5 est composé d'un article scientifique publié en octobre 2021 dans la revue Energies:** Younes Zouaoui, Ferhat Benmahiedine., Ammar Yahia, Rafik Belarbi,

Hygrothermal and mechanical behaviours of fiber-reinforced mortar: Comparative study between palm and hemp fibers.

- **Le chapitre 6 est composé d'un article scientifique soumis en février 2022 à la revue Construction and Building Materials : Y. Zouaoui, F. Benmahiedine., A. Yahia, R. Belarbi, « Hygro-thermo-mechanical behavior of a new generation of bio-based mortar ».**

1.6 Références

- [1] Market Analysis Report, Natural Fibers Market Size, Share & Trends Analysis Report By Application, By Regional Outlook, By Competitive Strategies, And Segment Forecasts, 2019 to 2025. (2018).
- [2] K. Jayaprakash, A. Osama, R. Rajagopal, B. Goyette, O. P. Karthikeyan, Agriculture Waste Biomass Repurposed into Natural Fibers: A Circular Bioeconomy Perspective. *Bioengineering*. 9 (2022) p 1-12.
- [3] T. T. Nguyen, Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre. Université Bretagne. (2010) p 168.

Chapitre 2 : État de l'art

2.1 Bétons armés de fibres conventionnelles

2.1.1 Fibres conventionnelles

Une fibre désigne un matériau représenté par un élément unitaire indivisible dont la longueur est supérieure aux autres dimensions [1]. Comme préconisé par les différentes normes, les fibres sont souvent caractérisées par plusieurs paramètres, tels que leur origine (naturelle, synthétique, métallique), leur dimension ou bien par leur forme (droite, à crochet, etc.). Les caractéristiques des fibres conditionnent leur caractère hydrophile ou hydrophobe, leur adhérence à la matrice cimentaire et leur rigidité. Les fibres peuvent être aussi classées selon leur action dans le béton. La capacité de dispersion des fibres dans le béton est considérée comme une condition sine qua non à leur utilisation. En effet, certaines fibres rigides perturbent le squelette granulaire du matériau et modifient les propriétés du béton à l'état frais (rhéologique) et à l'état durci (mécanique).

2.1.2 Bétons fibrés

Par définition, un béton fibré est un béton contenant des fibres dispersées aléatoirement. L'incorporation des fibres dans les bétons réduit la maniabilité du composite et rend sa mise en place difficile. Ce problème est plus accentué dans le cas des bétons fluides [1]. La problématique est de formuler un béton fluide fibré (BFF) unissant à la fois une bonne maniabilité et une déformabilité maximale. D'après la littérature, plusieurs paramètres affectent considérablement les performances des BFF. On peut citer notamment le dosage des fibres, leur longueur ainsi que leur orientation [2]. De ce fait, la formulation du béton doit être optimisée de manière à garantir de meilleures propriétés mécaniques et de conserver une bonne maniabilité. Pour se faire, il est nécessaire que le volume de fibres soit inférieur au seuil de percolation, c'est-à-dire la fraction volumique à partir de laquelle les fibres sont susceptibles de former un réseau percolé de fibres en interaction [3]. Ce phénomène correspond généralement à la formation d'oursin. La **Figure 2.1** présente une même pâte cimentaire divisée en trois parts et renforcée avec des fibres rigides à des concentrations et facteurs d'élanement différents. À la **Figure 2.1 (a)**, la pâte cimentaire renforcée avec 5 % en volume de fibres ayant un facteur d'élanement de 17 s'écoule librement et donc, présente une mise en place facile. Sur la **Figures 2.1 (b)**, l'augmentation du pourcentage des fibres de 5 % à 20 % réduit considérablement la

maniabilité du mélange, et la pâte devient trop ferme pour s'écouler. Enfin, la **Figure 2.1 (c)** présente la formation d'oursins.

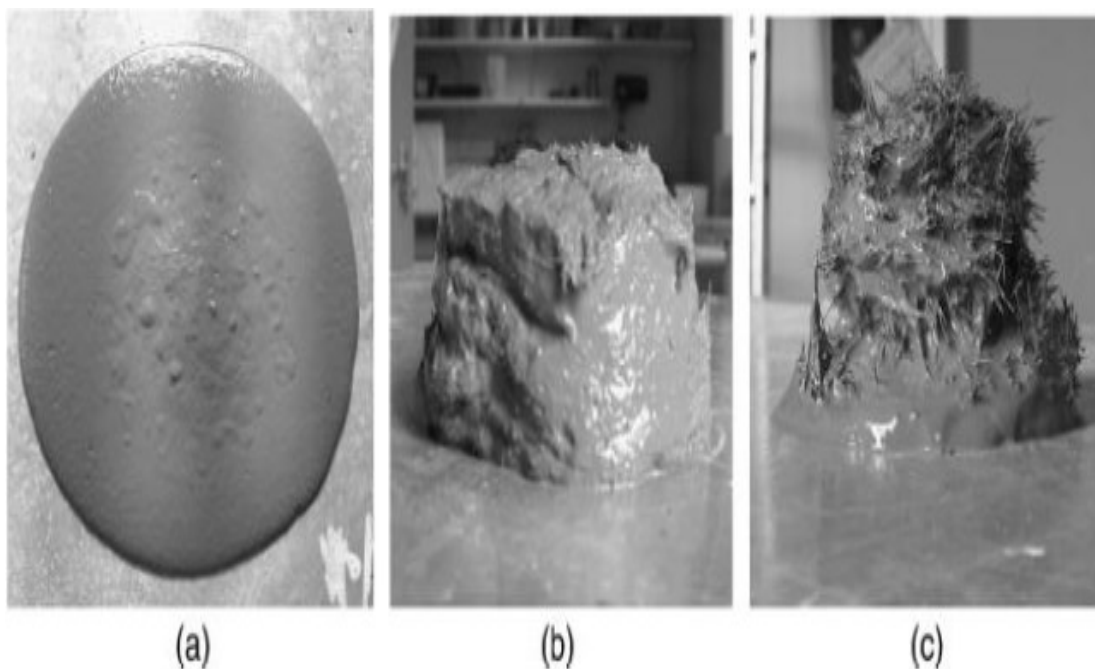


Figure 2.1 : Illustration de la consistance des pâtes de ciment renforcées avec des fibres rigides et avec des concentrations et facteurs d'élanement différents [4].

2.1.3 Formulation des bétons fluides fibrés

L'ajout direct des fibres à une formulation de béton peut causer des problèmes de maniabilité au mélange hétérogène. Afin d'avoir des propriétés désirées à l'état frais, les BFF doivent être formulés différemment des bétons fluides sans fibres. En effet, l'incorporation des fibres dans le béton doit être réalisée en tenant compte de la teneur des constituants solides (sable + gravier) du béton. Afin de ne pas nuire à sa capacité d'écoulement, la dimension des granulats et le pourcentage des fibres ont un rôle similaire sur la réduction de la maniabilité du béton [4]. Plus le pourcentage des fibres est important, moindre est sa maniabilité. L'interaction entre les gros granulats et les fibres affecte la rhéologie du béton fibré, ce qui modifie les conditions de malaxage et de mise en place. Ainsi, le comité de l'**ACI 544** [5] propose de limiter la taille maximale des gros granulats à 10 mm et la quantité des granulats de diamètre inférieure à 5 mm à la moitié de la teneur totale en granulat.

Afin d'avoir une bonne maniabilité avec un dosage en fibres donné, le rapport sable/gros granulats (S/GG) est modifié jusqu'à l'obtention de l'écoulement visé. Ainsi, **Pons et al.** [6] ont rapporté que pour un dosage en sable donné, il est nécessaire de diminuer le volume des gros granulats équivalents à celui des fibres incorporées dans le béton, car les deux constituants

(granulats + fibres) ont le même effet sur la maniabilité du béton. L'utilisation des superplastifiants (SP) est fortement recommandée pour améliorer la maniabilité. **Grunewald et al.** [7] a résumé les paramètres recommandés dans un BFF contenant une teneur élevée en fibres comme suit :

- Un seuil de cisaillement quasi nul.
- Ajuster la teneur en pâte en optimisant la compacité du mélange avec l'introduction des fibres.
- Augmenter le volume de la pâte afin d'assurer une épaisseur adéquate de la couche de pâtes en excès.
- Optimiser la teneur en gros granulats afin d'augmenter l'espacement requis pour éviter le blocage de l'écoulement.

Ainsi, l'incorporation des fibres réduit la compacité du béton. **Roussel et al.** [8] a rapporté que l'incorporation des fibres dans un mélange de pierres crée plus de vide que dans le sable. D'après les auteurs, l'insertion d'une seule fibre peut causer l'augmentation de l'aire de trois à quatre fois par rapport à l'aire propre de la fibre comme il est montré dans la **Figure 2.2 (c)**. De plus, il a été rapporté que l'élançement des fibres affecte considérablement la compacité du mélange. La **Figure 2.3** montre que plus l'élançement de la fibre (L/d) augmente, plus la compacité des mélanges diminue.

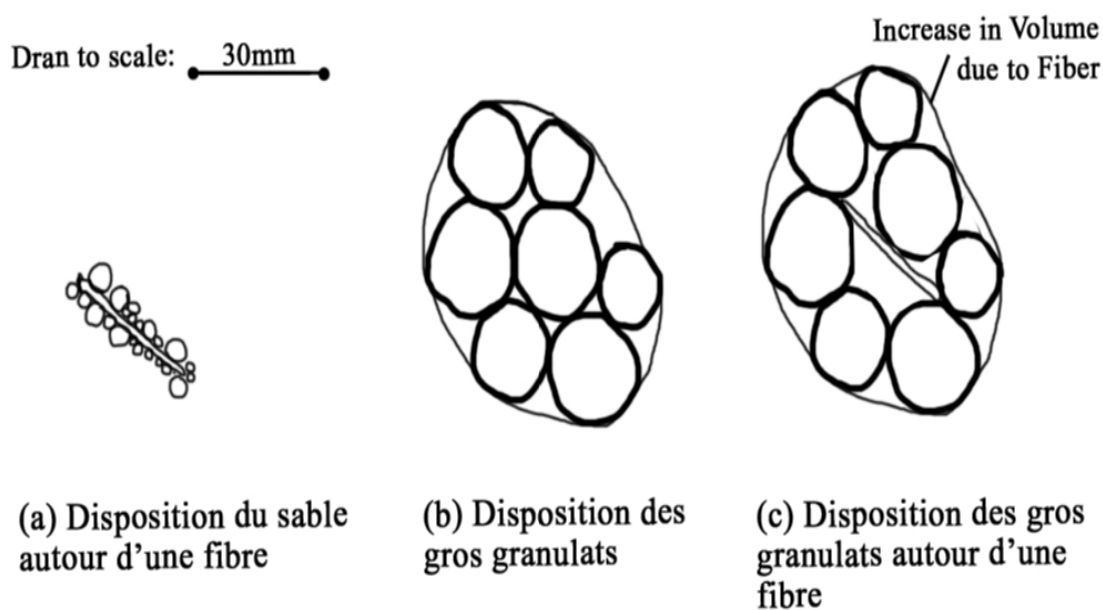


Figure 2.2 : Effet des fibres sur la compacité [8].

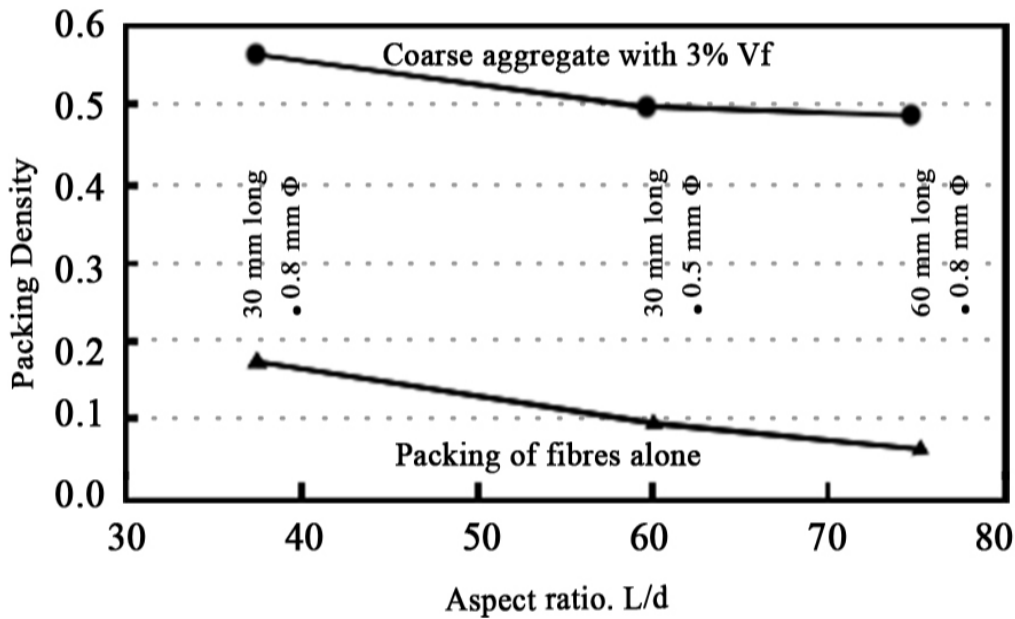


Figure 2.3 : Relation entre l'élanement des fibres et la compacité [8].

2.1.4 Effets des fibres sur les propriétés mécaniques des bétons

a) Résistance à la flexion

L'incorporation des fibres ayant un module d'élasticité élevé dans le béton permet de lui conférer une déformabilité élastique plus importante, ce qui peut améliorer son comportement à la rupture. La présence des fibres ne réduit pas la contrainte d'apparition de la première fissure, mais limite sa progression [9]. La **Figure 2.4** présente la courbe contrainte déformation des bétons fibrés ultra hautes performances (BFUHP).

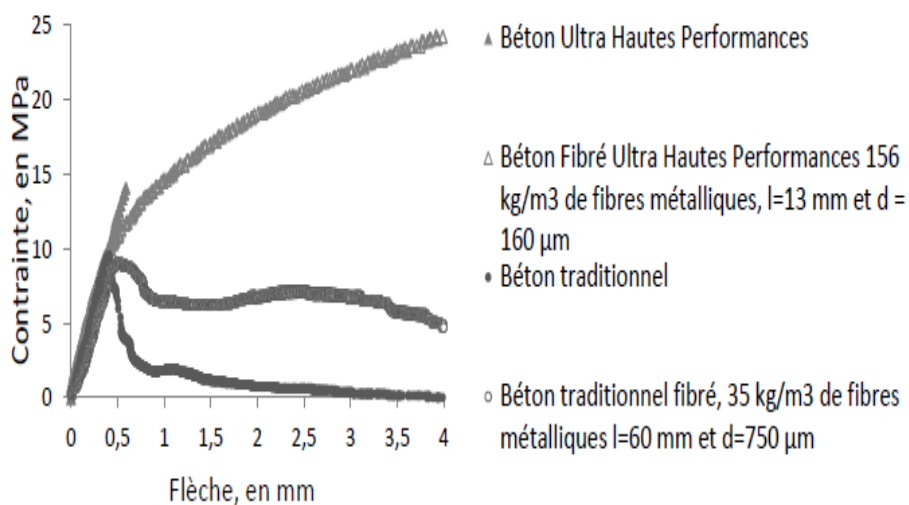


Figure 2.4 : Courbes contrainte déformation obtenues lors d'un essai de flexion à 4 points [9].

b) Résistance à la compression

La présence des fibres dans le béton ne garantit pas une meilleure résistance à la compression du composite. Plusieurs chercheurs ont montré que l'incorporation des fibres dans le béton réduit la résistance à la compression du béton et augmente la porosité et l'homogénéité du béton [10, 11]. Ainsi, l'ajout des fibres dans le béton comme matériau de renfort brise l'homogénéité de la matrice cimentaire et augmente la teneur en air dans le béton, tout en conduisant à une perturbation de l'empilement granulaire. La présence des fibres dans le béton n'améliore pas forcément la résistance à la compression du composite à cause de la restructuration du squelette granulaire. Des chercheurs ont réalisé une étude comparative entre le béton autoplaçant fibré (BAPF) et le béton ordinaire fibré (BOF) [6]. Après 7 jours de conservation dans une cure humide, la résistance à la compression des BAPF était supérieure de 15% par rapport à celle des BOF. En effet, les BAP renforcés de fibres sont plus performants que les bétons ordinaires renforcés de fibres à cause d'une meilleure consolidation du BAP, ce qui améliore l'adhérence fibres/matrice.

2.1.5 Tenue au feu

Le béton fibré résiste moyennement au feu. En effet, l'élévation de la température cause l'éclatement du béton. Selon les recherches accomplies [12], l'éclatement du béton soumis au feu est principalement dû à deux phénomènes :

- La dilatation du matériau qui se manifeste à haute température.
- La pression importante dans les pores du béton engendré par l'évaporation de l'eau.

Cependant, des investigations approfondies sur les bétons fibrés avec des fibres en polypropylène ont montré que ces fibres entraînent une diminution de la pression dans le matériau à haute température (170 °C). En effet, les fibres de polypropylène fondent et forment ainsi un réseau poreux qui permet l'évacuation du gaz, réduisant ainsi la surpression dans les pores et évitant l'écaillage du béton. De ce fait, la norme européenne recommande l'usage des fibres de polypropylène à une teneur de 2 kg/m³ au minimum, et ce pour lutter contre l'éclatement du béton soumis au feu [13].

2.2 Les fibres naturelles

2.2.1 Structure et composition chimique des fibres naturelles

Les fibres naturelles sont d'origines végétales ou animales. Les différents types de fibres qui existent sont présentés dans la **Figure 2.5** [14].

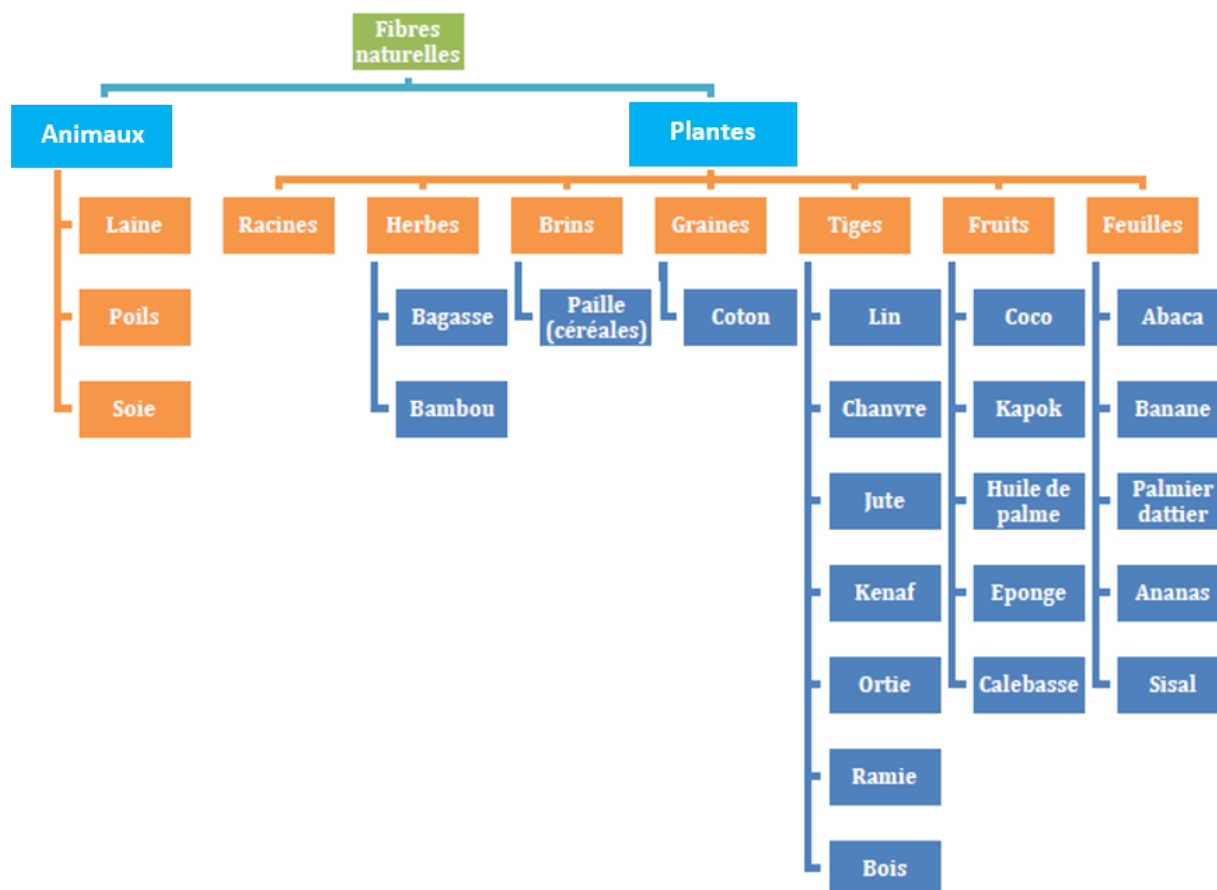


Figure 2.5 : Origine des fibres naturelles [14].

Les fibres naturelles issues des plantes sont assimilables à un matériau composite. Elles sont composées essentiellement de celluloses, l'hémicelluloses de lignines et de pectines. L'hémicellulose et la lignine jouent le rôle d'une matrice alors, que la cellulose représente les fibres (renfort). Généralement, une fibre naturelle comporte un ensemble de fibrilles (10 à 40 fibrilles) liées entre elles par la pectine contenue dans la lamelle moyenne [15]. Chaque fibrille est composée d'une paroi cellulaire principale et de trois parois cellulaires secondaires, S1, S2 et S3 (**Figure 2.6**). Ainsi, les parois cellulaires sont constituées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Les microfibrilles de cellulose sont entourées par l'assemblage des lignines-hémicellulose qui joue le rôle d'une matrice. Ainsi, d'après **Azwa et al.** [15], chaque

microfibrille est formée d'environ 30 à 100 chaînes celluloses liées entre elles par des liaisons hydrogènes.

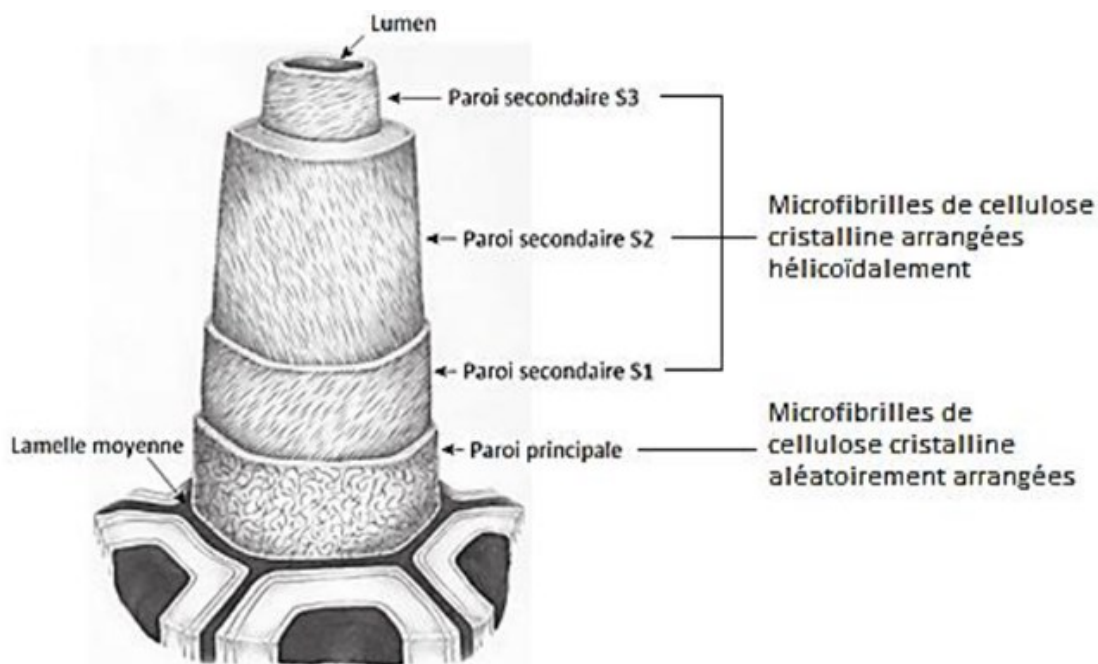


Figure 2.6 : Schéma de la structure d'une fibrille cellulosique [15].

a) La cellulose

La cellulose constitue 35 à 50 % de la biomasse végétale terrestre. Ce polymère naturel est constitué de molécules formées de longues chaînes D- anhydroglucopyranoses liées par des liaisons β -(1,4)-glycosidiques en position C1 et C4 (**Figure 2.7**). Le degré de polymérisation (DP) de la cellulose est d'environ 10 000 [16, 17]. Chaque unité de répétition comporte trois groupes hydroxyles. Ces groupes hydroxyles représentent leur capacité à former des liaisons hydrogènes jouant un rôle important dans la cristallinité [17, 18].

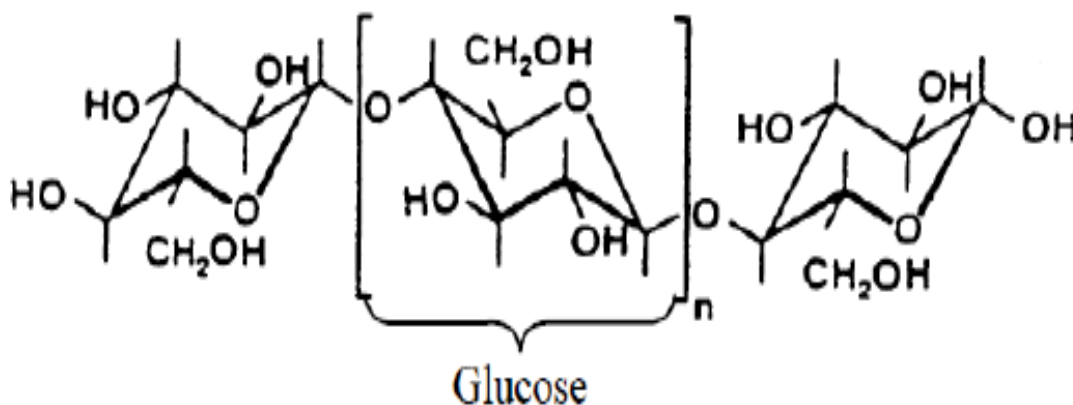


Figure 2.7 : Molécule de la cellulose [17, 18].

Avec un diamètre allant de 2 à 20 nm, chaque microfibrille peut être considérée comme des chaînes de cristaux de cellulose liés par des domaines amorphes [18]. La fonction principale de la cellulose est d'assurer le maintien et la stabilité de la structure de la plante. Toutefois, il est établi que la cellulose présente un caractère hydrophile important et elle est fortement hydrolysée par les bases et acides forts.

b) L'hémicellulose

L'hémicellulose est un biopolymère constitutif de la paroi cellulaire végétale et une des composantes du bois. Elle constitue 30 à 45 % de la biomasse végétale terrestre derrière la cellulose, formant ainsi la deuxième famille de composés par ordre d'abondance dans les plantes et les écosystèmes terrestres où domine la biomasse végétale morte ou vive. Les xylanes, les mannanes et les galactanes sont parmi les familles d'hémicelluloses les plus communes dans les parois cellulaires. La classe de l'hémicellulose la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes (**Figure 2.8**). Ces polysaccharides sont constitués d'une chaîne de glucose et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fucose [19, 20].

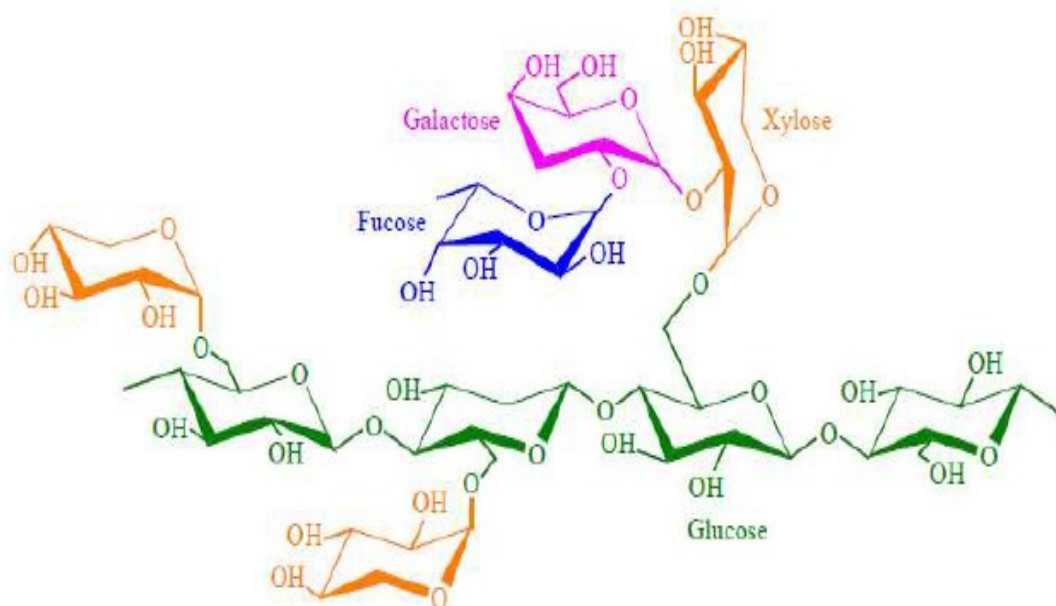


Figure 2.8 : Structure d'un type de xyloglucane [19, 20].

Contrairement à la cellulose, trois aspects différents existent entre les deux constituants :

- 1) L'hémicellulose est composée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, mannose et acides uroniques alors que la cellulose ne contient que les unités 1,4-β D-glucopyranose.

- 2) L'hémicellulose présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non cristalline.
- 3) L'hémicellulose possède un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est de 10 à 100 plus élevé.

La structure chimique de l'hémicellulose diffère selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou encore l'âge du tissu. Toutefois, comparativement à la cellulose, l'hémicellulose est plus hydrophile et facilement hydrolysée par des acides et bases, même ceux ayant une faible concentration. De plus, certaines hémicelluloses peuvent être dissoutes par l'eau à température élevée.

c) La lignine

La lignine est une macromolécule extrêmement hétérogène composée de polymère aromatique. Elle est la troisième constituante entrant dans la composition des fibres végétales après la cellulose et l'hémicellulose. La lignine est présente principalement dans les plantes vasculaires et dans quelques algues. Ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, l'imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition. Après la cellulose et l'hémicellulose, la lignine présente la troisième famille des composés par ordre d'abondance dans la plante et les écosystèmes terrestres. La lignine est une molécule à trois dimensions composées d'unités de phénylpropanes (**Figure 2.9**). Les unités primaires (monolignols) constituantes de lignine sont l'alcool coniférylique, l'alcool sinapylique et l'alcool p-coumarylique (**Figure 2.10**) [21].

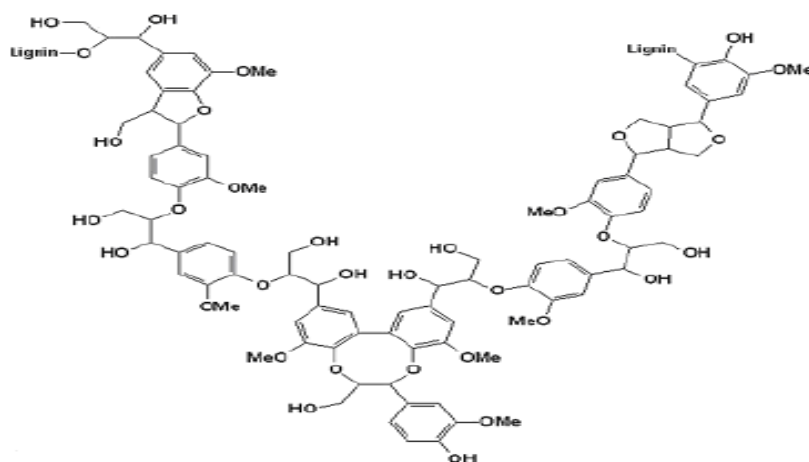


Figure 2.9 : Représentation schématique de la lignine [21].

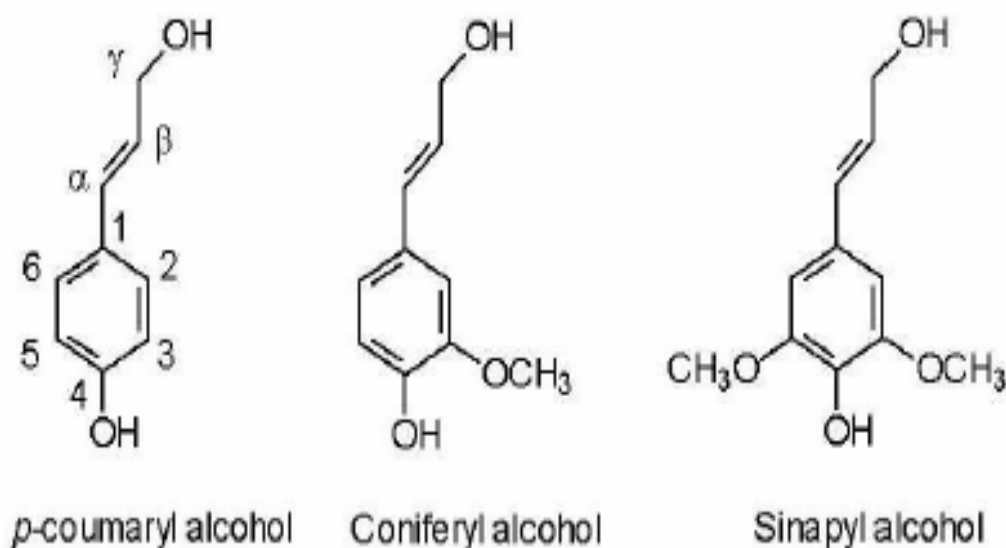


Figure 2.10 : Structure des précurseurs de la lignine [21].

Il est bien établi que la lignine est totalement amorphe et hydrophobe. Elle est moins polaire que la cellulose du fait de sa structure aromatique et de son degré de réticulation élevé, ce qui la rend plus hydrophobe [20]. Cependant, elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble à chaud dans la soude, facilement oxydée et facilement condensable avec le phénol [22].

d) Les pectines

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique liés en 1-4 (**Figure 2.11**). Les pectines possèdent des caractéristiques similaires à l'hémicellulose. Elles sont présentes dans les parois cellulaires et sont responsables de la nature flexible des plantes. Cependant, dans les cas des matériaux composites, la présence des pectines affecte considérablement la durabilité des composites vu leur caractère hygroscopique et thermolabile. Régulièrement, les molécules de rhamnose s'intercalent entre les monomères d'acide uronique par des liaisons 1-2 et 1-4. Ces types de liaisons entre les molécules d'acide uronique et le rhamnose forment des coudes, ce qui donne à la macromolécule de pectine une forme de zigzag. Cet agencement procure aux plantes une certaine flexibilité [23, 24].

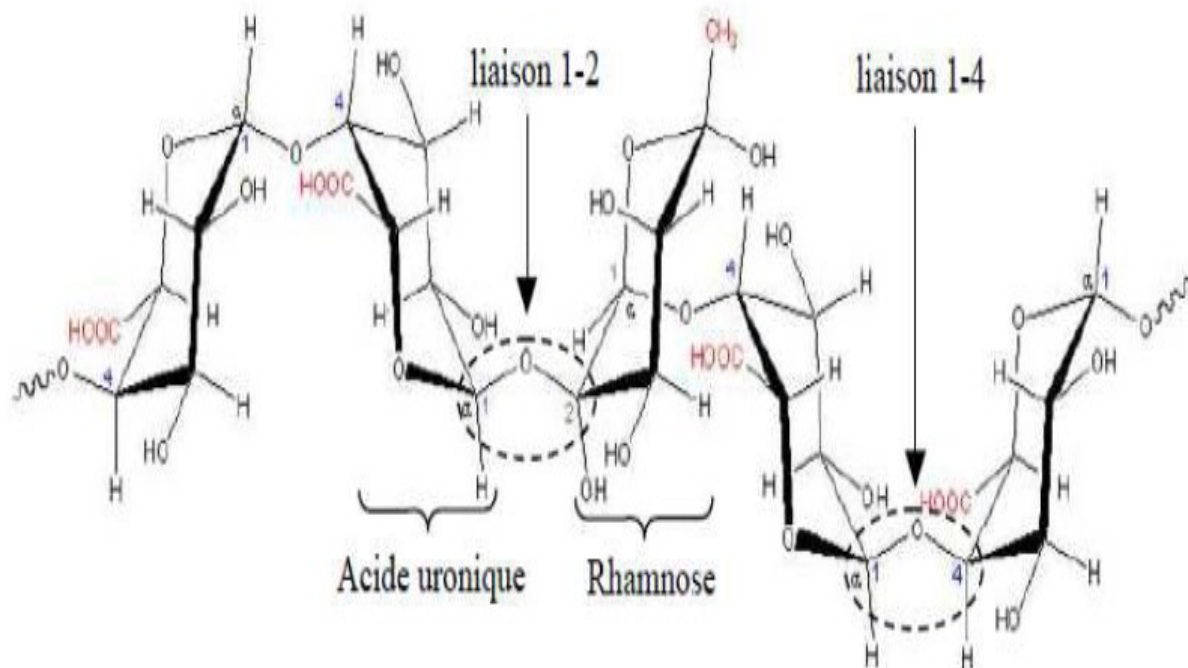


Figure 2.11 : Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose [23, 24].

e) Les substances grasses

La cire et l'huile sont des constituants des fibres naturelles. Ces matériaux se composent de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides, tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique. Ils sont présents à la surface des plantes et les protègent du milieu extérieur. Ils peuvent être extraits avec des solutions organiques [25].

2.2.2 Propriétés et caractéristiques des fibres végétales

Les fibres végétales présentent d'excellentes propriétés mécaniques. Elles peuvent se substituer aux différentes fibres synthétiques dans différents domaines d'applications. Cependant, ces fibres présentent un caractère variable dû principalement à la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle microfibrillaire de la section et le degré de polymérisation.

La composition chimique, les propriétés physiques et mécaniques des fibres végétales les plus utilisées au monde sont respectivement présentées dans **les Tableaux 2-1, 2-2 et 2-3**.

Tableau 2-1 : Composition chimique des différentes fibres végétales [26, 27].

Fibres	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Cire (%)
Coton	85-90	5,7	0,7-1,6	0-1	0,6
Chanvre	70-74	17,9 - 22.4	3,7 - 5,7	0,9	0,8
Lin	71	18.6 - 20.6	2.2	2.3	1.7
Ramie	68,6 - 76.2	13,1 - 16.7	0,6 - 0.7	1,9	0,3
Jute	61,1 - 71.5	13,6 – 20,4	12 - 13	0,2	0,5
Sisal	66 - 78	10-14	10-14	10	2
Coco	32 - 43	0,15 – 0,25	40 - 45	3 - 4	-
Alfa	45	24	24	5	2

Tableau 2- 2 : Propriétés physiques de différentes fibres végétales [28, 29].

Fibres	Cellulose (%)	Angle microfibrillaire (°)	Diamètre (µm)	Longueur (mm)	Élancement L/d
Coton	85-90	33	19	35	1842
Lin	71	10	5 - 76	4 - 77	1687
Chanvre	70 - 74	6.2	10 - 51	5 - 55	960
Jute	61,1 - 71,5	8	25 - 200	9 - 70	110
Ramie	68,6 - 76,2	7.5	16 - 126	40 - 250	3500
Sisal	66 - 78	20	7 - 47	0.8 - 8	100
Coco	32 - 43	45	12 - 24	0,3 - 1	35
Alfa	45	-	5 - 95	5 - 50	1964

Tableau 2- 3 : Propriétés mécaniques en traction des différents types de fibres végétales [30, 31].

Fibres	Module d'élasticité E (GPa)	Allongement (%)	Contrainte σ (MPa)	Densité
Coton	5,5 – 12,6	7 - 8	287 - 597	1,5 – 1,6
Lin	58	3.27	1339	1,53
Chanvre	35	1,6	389	1,07
Jute	26,5	1,5 – 1,8	393 - 773	1,44
Ramie	61,4 - 128	1,2 – 3,8	400 - 938	1,56
Sisal	9 -21	3 – 7	350 - 700	1,45
Coco	4 - 6	15 - 40	131 - 175	1,15
Alfa	12,7	1.6	75 - 154	1,51

Parmi les avantages que procurent les fibres végétales, on peut citer notamment [30] :

- Un faible bilan de carbone.
- Faible pourcentage de résidus après incinération.
- De bonnes propriétés thermiques et acoustiques.
- Faible impact environnemental (Limite l'épuisement des ressources fossiles).
- Renouvelables et recyclables.
- Un faible coût d'extraction.
- Faible comportement abrasif.
- Bonnes propriétés mécaniques avec une faible densité.
- Un caractère hydrophile important.

Cependant, les fibres végétales présentent quelques inconvénients qui peuvent nuire à leur utilisation comme matériau de renfort dans la matrice cimentaire, on peut citer [29] :

- Faible stabilité dimensionnelle.
- Faible tenue thermique (dégradation à une température de 200 °C à 230 °C)
- Un caractère biodégradable avec un caractère hydrophile important.
- Variabilité des propriétés des fibres selon l'âge, le lieu de croissance, le climat.

- Comportement anisotropique.
- Un caractère hydrophile important.

2.2.3 Béton fibré avec des fibres végétales

2.2.3.1 Effet des fibres sur le temps de prise

Les fibres végétales ont un effet retardateur sur le temps de prise des pâtes cimentaires. Les résultats des premiers travaux ont montré que l'association des fibres conduit à un allongement du temps de prise de la pâte cimentaire [32, 33]. Dans certains cas, les chercheurs ont observé une inhibition totale de la prise. D'après les chercheurs, ce retard de prise peut être causé par la composition chimique des végétaux, la nature du terrain, la période de l'abatage ou de récolte [33, 34]. Selon **Simatupang et al.** [35], le retard de prise est attribué à la solubilisation partielle des hémicelluloses au cours de l'interaction entre la pâte et le bois. D'après **Reading et al.** [34], le retard de prise de la pâte cimentaire est dû à la conversion de l'hémicellulose en oligosaccharides, cette dernière inhiberait le durcissement du ciment. D'autres recherches accomplies sur les fibres de chanvre ont permis de comprendre les mécanismes d'interaction entre les fibres et la matrice cimentaire [36, 37]. Les résultats obtenus ont montré que les fibres de chanvre semblent être capables de fixer une quantité importante des ions de calcium sur leur surface. En effet, les molécules d'eau entourant le calcium bivalent se lient à des atomes d'oxygène électronégatifs et assurent la liaison entre deux chaînes de pectines. Si le calcium est fixé entre les deux chaînes d'acide galacturonique, ils forment une structure stable, cette dernière est appelée « egg-box », (**Figure 2.12**) [37]. Cette fixation des ions Ca^{++} par les pectines du chanvre inhibe la croissance des hydrates de silicate de calcium et se traduit par un retard de prise de la pâte cimentaire. La **Figure 2.13** schématise le phénomène de retard de prise de la pâte cimentaire associé aux fibres végétales.

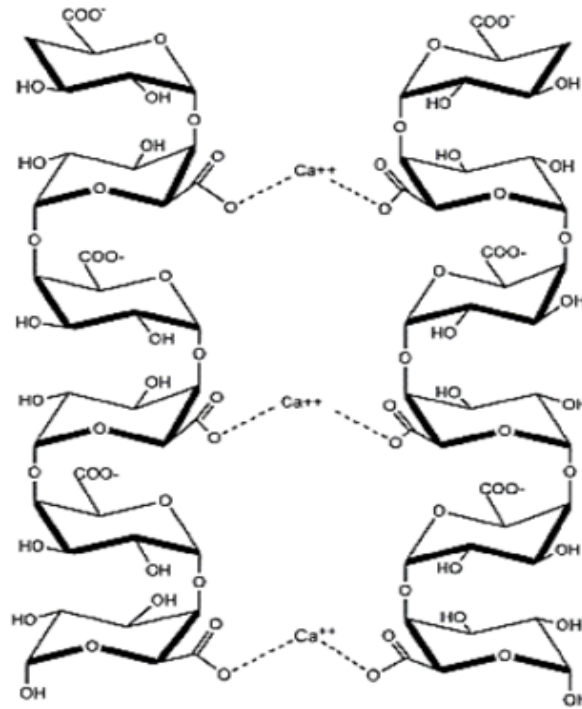


Figure 2.12 : Formation d'un complexe chélaté entre les ions calcium et les molécules pectine selon un modèle dit egg-box [38].

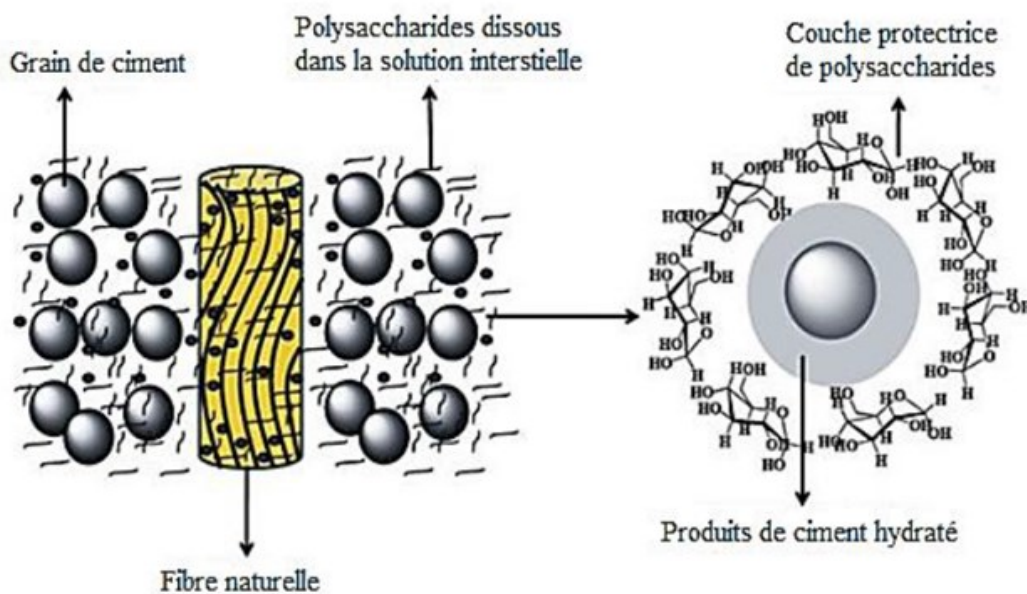


Figure 2.13 : Formation d'une couche protectrice autour du grain de ciment empêchant la réaction de l'hydratation [37].

L'influence des adjuvants accélérateur ou retardateurs de prise selon leur origine organique ou inorganique a été étudiée par **Wilding et al.** [39]. Les résultats obtenus ont montré que la majorité des molécules organiques induisent à un retard de prise. Toutefois, il a été enregistré

que les adjuvants phénoliques avec des groupes hydroxyles adjacents sont des puissants retardateurs de prise. Ce fait est expliqué par la faculté de ces molécules de former des complexes avec des ions de calcium.

2.2.3.2 Maniabilité des composites à l'état frais

L'une des principales propriétés des bétons et mortiers est leur maniabilité à l'état frais. L'incorporation des fibres végétales dans les bétons et mortiers a tendance à réduire la maniabilité du composite. En effet, la concentration, la longueur et le taux d'absorption des fibres sont des paramètres qui affectent considérablement la maniabilité du mélange et par conséquent la qualité des bétons et mortiers fabriqués. De ce fait, il est important que les mélanges soient suffisamment maniabiles pour assurer une bonne mise en place. Afin de quantifier l'effet de la concentration des fibres végétales sur la maniabilité du composite, **Le Hoang et al.** [40] ont mesuré le temps d'écoulement des mortiers fibrés avec des fibres de lin. Les résultats obtenus (**Figure 2.14**) ont montré que l'incorporation des fibres de lin augmente fortement le temps d'écoulement du composite. En effet, le temps d'écoulement passe de 6 seconds pour le mortier normalisé à 20 secondes pour le mortier fibré avec 1 % de fibres et à 25 secondes pour les mortiers fibrés avec 2 % de fibres de lin.

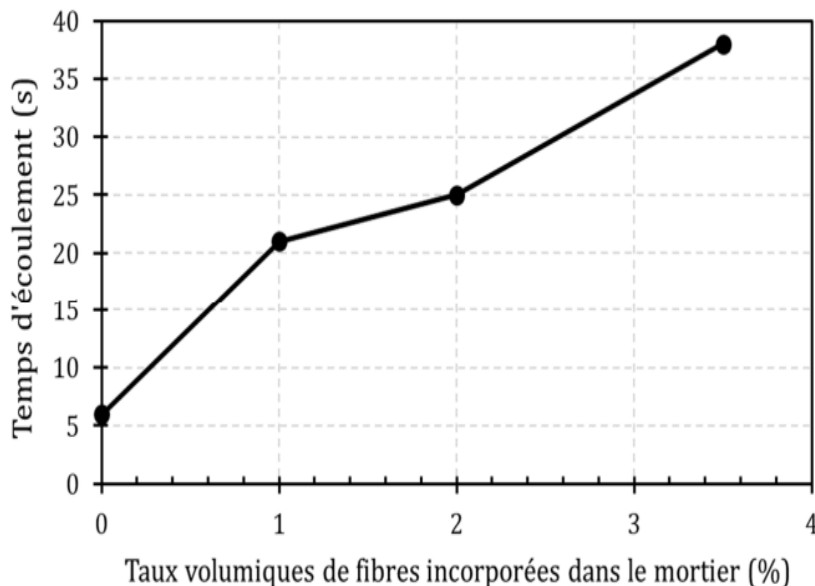


Figure 2.14 : Temps d'écoulement des mortiers renforcés avec des fibres de lin [40].

Dans le même contexte, **Chafei et al.** [41, 42] ont étudié la rhéologie des mortiers renforcés avec des fibres de lin. Les résultats obtenus ont montré que la maniabilité du mortier fibré est fortement affectée par la concentration des fibres. En effet, les chercheurs ont montré qu'à partir

de 4 % de fibres, la mise en place du mortier avec les méthodes conventionnelles était quasiment impossible.

2.2.3.3 Effet des fibres sur la résistance à la compression

Le comportement à la compression des mortiers et bétons fibrés renforcés avec des fibres végétales ont fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. Le comportement à la compression des bétons fibrés avec des fibres d'Alfa à des dosages de 0,5%, 1%, 1,5%, 2%, 2,5%, en volume, a été étudié par **Khelifa et al.** [43]. En plus des bétons renforcés avec l'Alfa, les chercheurs ont formulé deux bétons renforcés avec des fibres synthétiques pour des fins de comparaison. Les échantillons ont été soumis à des essais de compression après 28 et 112 jours de durcissement. Les résultats obtenus (**Figure 2.15**) ont montré que la résistance à la compression du béton fibré avec des fibres d'Alfa diminue avec l'augmentation du pourcentage des fibres. Cette réduction de résistance peut être expliquée par la présence des vides due à l'incorporation des fibres d'Alfa. Les vides présents dans les biocomposites diminuent la compacité du composite et conduisent à une perte de la résistance à la compression.

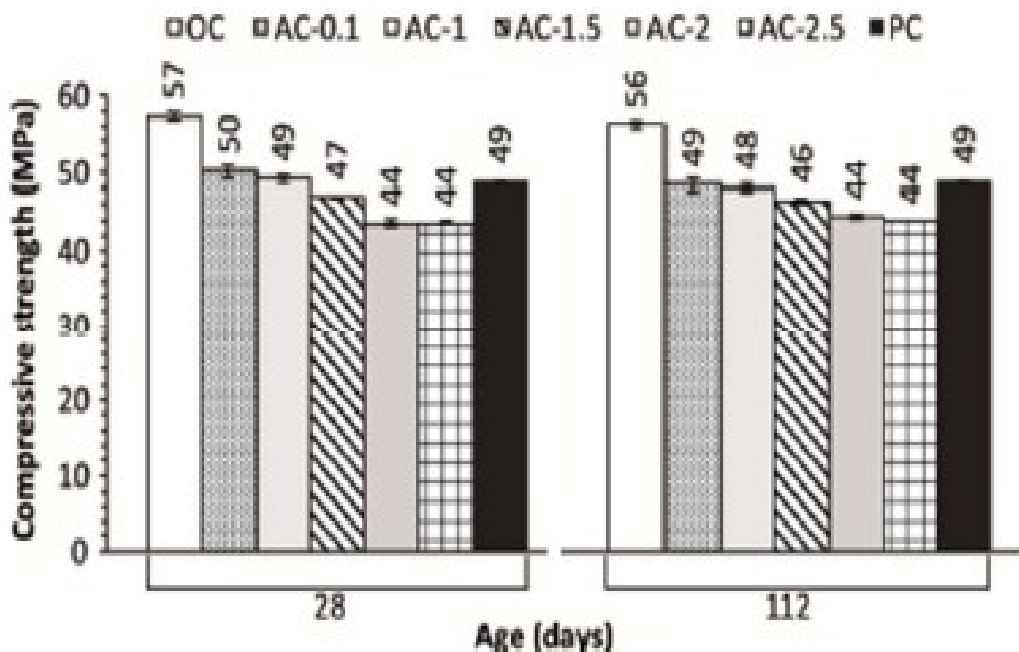


Figure 2.15 : Résistance à la compression des bétons renforcés avec des fibres d'Alfa après 28 et 112 jours [43].

Le comportement mécanique du béton renforcé avec des fibres de palmier (fibre extraite du tronc du palmier dattier) a été étudié en variant le pourcentage de fibres ainsi que leur longueur [44]. Les éprouvettes de bétons ont été soumises à trois différents modes de conservation : i) le

premier mode de conservation consiste à placer les spécimens dans l'eau à une température qui varie entre 20 °C et 25 °C, ii) le deuxième mode de conservation consiste à placer les spécimens à l'air libre sous haute et basse températures et enfin iii) le troisième mode de conservation consiste à placer les éprouvettes dans une chambre à vapeur à une température de 32 °C ± 2 avec une humidité relative de 28%. Les résultats obtenus ont montré que le béton fibré avec 2% en volume de fibres de palmier dattier produit une résistance à la compression de l'ordre de 90% de celle du béton de référence dans une cure humide. Cependant, pour le même pourcentage et longueur de fibre, la résistance à la compression est de l'ordre de 70% de celle du béton non fibré dans le cas d'une cure à l'air libre. Ceci est principalement dû à la porosité du béton qui est moins compacte suite à l'évaporation de l'eau absorbée par les fibres. En effet, l'évaporation de l'eau absorbée par les fibres entraîne une variation dimensionnelle des fibres. Cette variation peut causer une porosité importante dans les biocomposites. Les **Figures 2.16** et **2.17** montrent la résistance à la compression des composites dans différents modes de conservation à l'air libre et dans le milieu humide à différents âges 28, 90 et 180 jours.

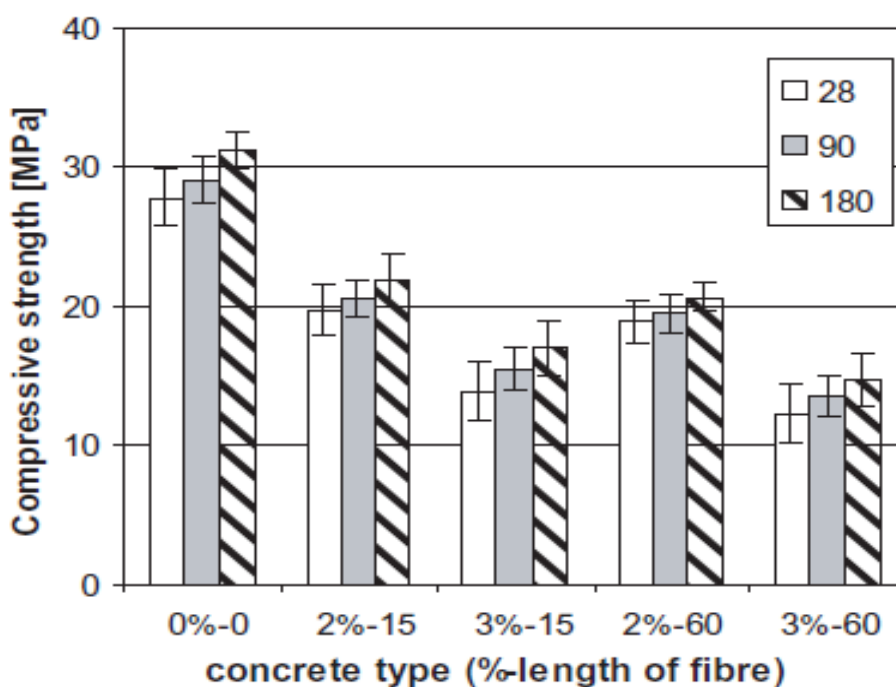


Figure 2.16 : Résistance à la compression du béton renforcé avec des fibres de palmier conservé à l'air libre [44].

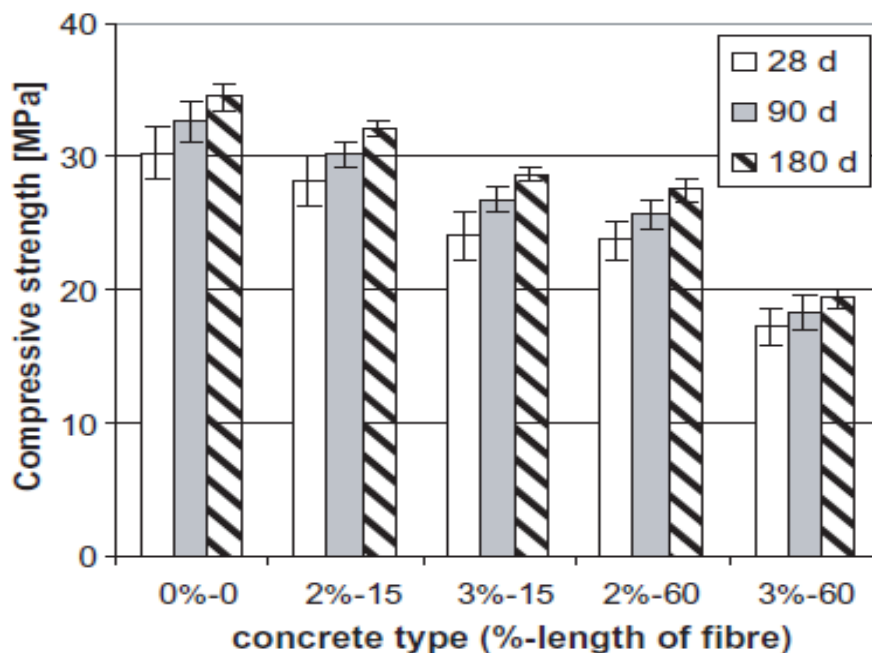


Figure 2.17 : Résistance à la compression du béton renforcé avec des fibres de palmiers soumis à une cure humide [44].

Le comportement des bétons fibrés avec les tiges de la rachi de la palme du palmier dattier a été étudié par **Abdel-Rahman et al.** [45]. Les chercheurs ont conclu que les fibres de bois sont des matériaux fortement hygroscopiques. Cette propriété des fibres végétales influe sur le comportement et la durabilité des fibres utilisées comme matériaux de renfort dans la matrice cimentaire.

2.2.3.4 Effet des fibres sur la résistance à la flexion

Le comportement à la flexion des bétons renforcés avec des fibres végétales a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches. En effet, **Abani et al.** [46] ont étudié le comportement à la flexion des bétons renforcés avec des fibres de palmier. Trois paramètres ont été variés, il s'agit du dosage des fibres, de la longueur des fibres et du type de conservation. Les chercheurs ont utilisé cinq dosages massiques des fibres de 0,2%, 0,4%, 0,6%, 0,8% et 1%. Les fibres étudiées avaient des longueurs de 20 mm, 40 mm et 60 mm. Après la fabrication des composites, les éprouvettes ont été placées dans différents modes de conservation :

- 1) le premier mode de conservation consiste à placer les échantillons dans de l'eau à une température variante entre 20 °C et 25 °C.
- 2) le deuxième mode de conservation consiste à placer les éprouvettes à une température de 30 °C. Les échantillons ont été couverts par un tissu humide et ont été arrosés deux fois par jour, soit à 6 h et à 12 h.

3) le troisième mode de conservation consiste à placer les éprouvettes à l'extérieur, soit une température de $40\text{ °C} \pm 5$ et une humidité relative entre 20 et 50 %. Les résultats de cette étude sont présentés dans les **Figures 2.18, 2.19 et 2.20**.

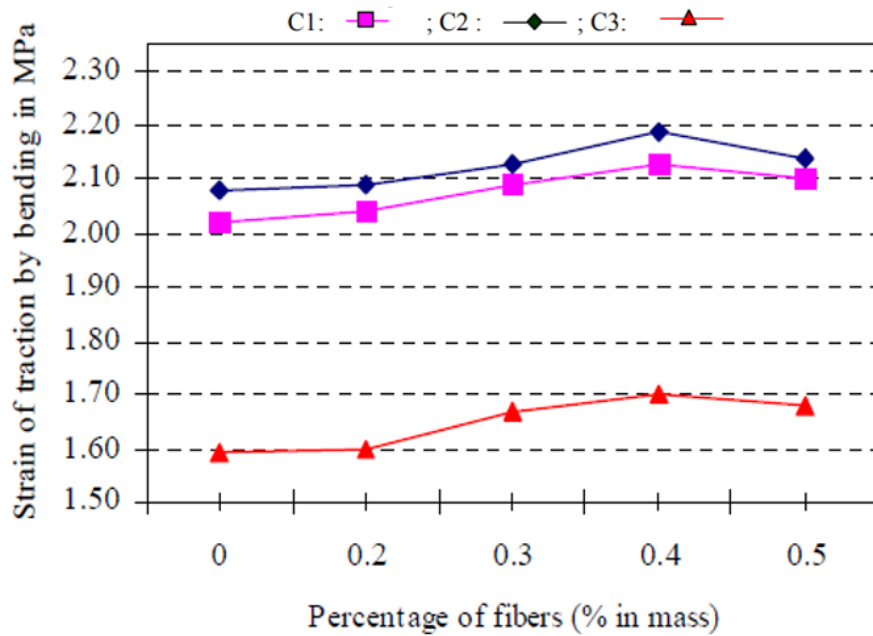


Figure 2. 18 : Résistance à la traction par flexion des bétons fibrés avec des fibres de palmier (cure 1) [46].

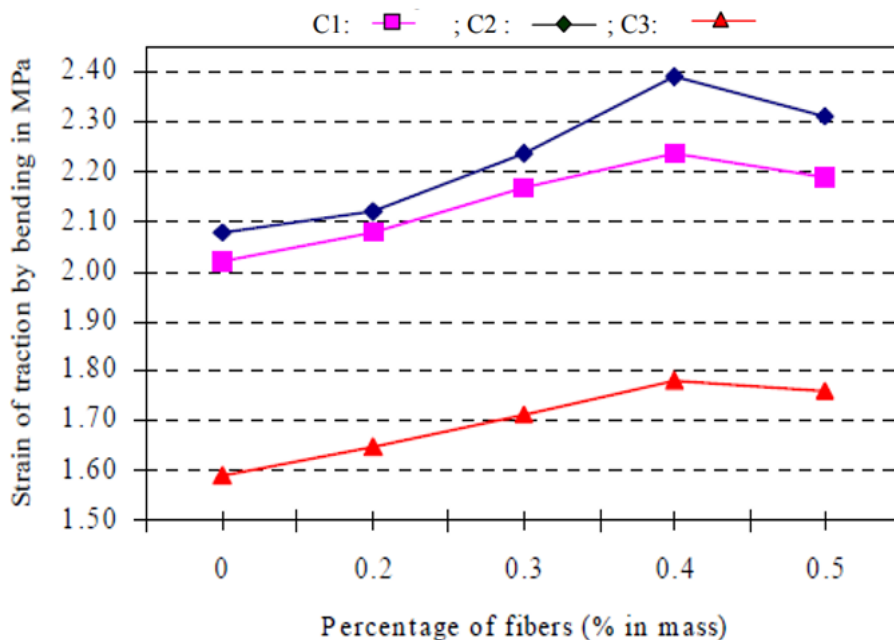


Figure 2. 19 : Résistance à la traction par flexion des bétons fibrés avec des fibres de palmier (cure 2) [46].

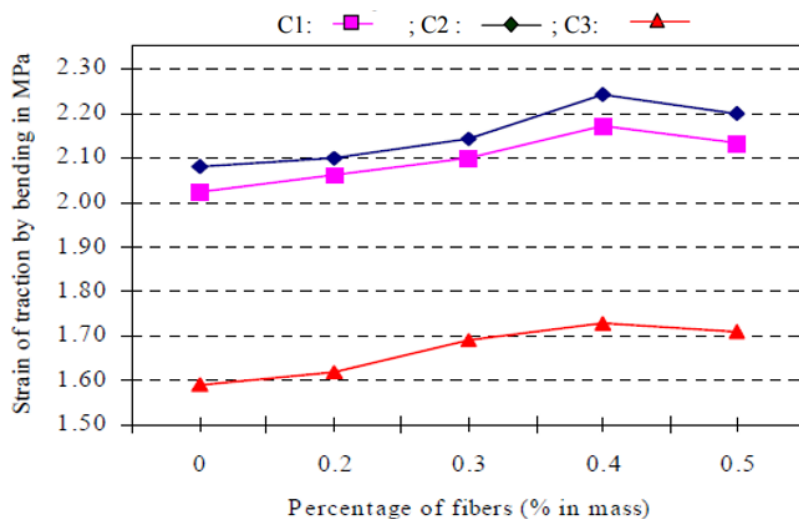


Figure 2.20 : Résistance à la traction par flexion des bétons fibré avec des fibres de palmier (cure 3) [46].

Les résultats de cette recherche ont montré une nette amélioration de la résistance à la traction par flexion du béton renforcé avec des fibres de palmier jusqu'à un certain pourcentage (0,4%). Au-delà de cette valeur, la résistance à la traction commence à diminuer. De plus, il a été observé que la longueur des fibres améliore légèrement la résistance à la traction du composite. Dans le même contexte, **Khelifa et al.** [43] ont étudié le comportement à la flexion des bétons renforcés avec des fibres d'Alfa. Cinq pourcentages de fibre en volume de 0,5%, 1%, 1,5%, 2% et 2,5% ont été utilisés. Pour des fins de comparaison, des bétons renforcés avec des fibres synthétiques ont été préparés. Les bétons fabriqués ont été testés à la flexion après 28 et 112 jours de conservations dans une cure humide. Les résultats obtenus sont présentés dans la **Figure 2.21**.

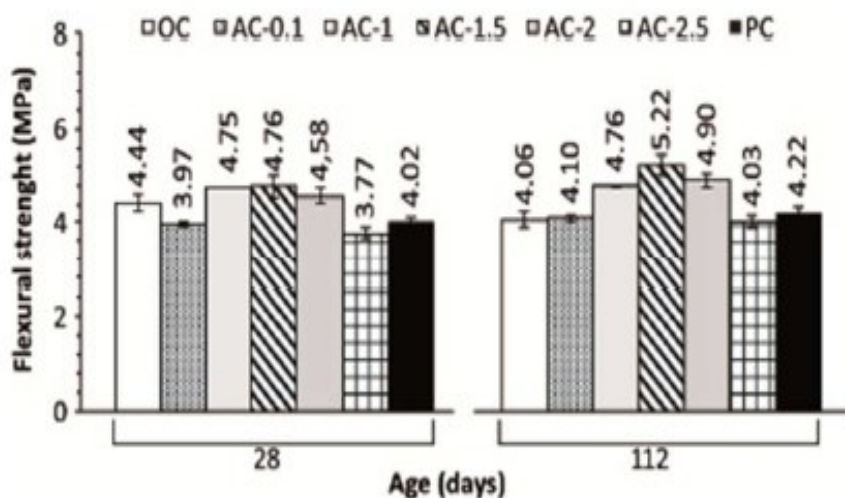


Figure 2.21 : Résistance à la flexion du béton renforcé avec des fibres d'Alfa après 28 et 112 jours [43].

D'après les résultats obtenus, la résistance à la traction des spécimens dont le dosage de fibres varie entre 1% et 2% est supérieure à celle du béton témoin (**Figure 2.21**). De plus, à l'âge (112 jours), tous les mélanges ont donné une résistance à la flexion supérieure à celle du béton de référence, à l'exception du mélange dont le pourcentage de fibres est de 2,5%.

2.2.3.5 Comportement thermique des bétons biosourcés

L'utilisation des fibres et Anas des végétaux dans les bétons et mortiers réduit considérablement la conductivité thermique des mélanges. Ainsi, les matériaux biosourcés deviennent l'outil clé pour le développement des composites à faible empreinte environnementale tout en possédant de bonnes propriétés hygrothermiques et mécaniques. Dans ce contexte, plusieurs types de fibres végétales ont été utilisés, on peut citer le chanvre, le lin, le bambou, etc. **Benmahidine et al.** [47] ont formulé des bétons de lin en fonction de la taille des particules, ils ont utilisé trois types de grandeurs : moyenne, grande et en vrac. Par la suite, pour chaque taille des particules végétales, ils ont proposé trois pourcentages de fibres de 11,5%, 14,5% et 17,5%. Les résultats obtenus ont montré que le béton de lin a une faible conductivité thermique (0,082 W/(m.K) et 0,127 W/(m.K)). Cette dernière, varie en fonction du pourcentage des fibres. De plus, les chercheurs ont conclu que la conductivité thermique est inversement proportionnelle au pourcentage de fibres [47].

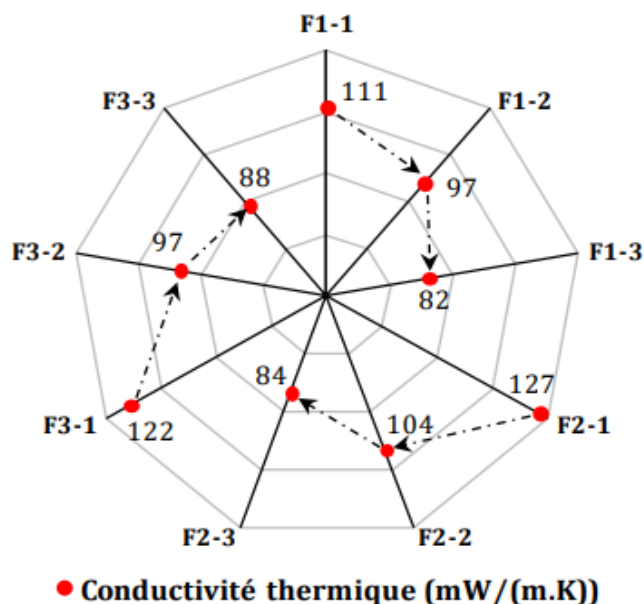


Figure 2.22 : Conductivité thermique du béton de lin [47].

Umurigirwa et al. [48] ont formulé un agro-composite à base de chènevotte et de liant végétal à base d'amidon de blé. Les résultats obtenus ont montré que la conductivité thermique des biocomposites est inférieure à celle constituée de chanvre-chaux. Dans le même contexte, **Tran Le et al.** [49] ont étudié la faisabilité d'un composite chanvre-amidon. Les résultats obtenus ont montré que le composite chanvre-amidon a un meilleur comportement thermique comparativement au composite chanvre-chaux. Le remplacement de la chaux par l'amidon a réduit considérablement la conductivité thermique du mélange. La conductivité thermique de la terre crue a été évaluée par **Aboudou et al.** [50]. Les chercheurs ont prélevé et caractérisé la terre de la région de Bamako au Mali. Cependant, pour réduire la conductivité thermique du matériau qui varie entre 0,54 W/(mK) et 0,73 W/(mK), les chercheurs ont ajouté plusieurs pourcentages de balle de riz. Les résultats obtenus ont montré que l'ajout de la balle de riz réduit considérablement la conductivité thermique du mélange. En effet, les auteurs ont reporté que l'ajout de 14 % de balle de riz en masse réduit jusqu'à 0,25 (W/m.K) la conductivité thermique du composite. **El Bakkouri et al.** [51] ont étudié l'effet de granulats de liège et des grignons d'olives sur le comportement thermomécanique du béton. Les résultats obtenus ont montré que l'incorporation du liège et des grignons d'olives réduit considérablement la conductivité thermique du béton. En effet, l'incorporation de liège et des grignons d'olives réduit la conductivité thermique du béton de l'ordre 43% et 44% respectivement. Toutefois, l'incorporation de ces particules végétales affecte de façon très significative la résistance à la compression du composite. Le comportement thermomécanique du béton mélangé avec des pailles d'orge a été étudié par **Belhadj et al.** [52]. Les chercheurs ont constaté que l'incorporation des pailles d'orge réduit la conductivité thermique du béton de (5,71%). De plus, il a été constaté que l'incorporation de ces particules végétales réduit la résistance à la compression de l'ordre de 38%. La conductivité thermique des mortiers renforcés par des fibres de durians et de cocos a été étudiée par **Khedari et al.** [53]. Les chercheurs ont conclu que les fibres de coco et de durian réduisent la conductivité thermique de l'ordre de 85% et de 52% comparativement au mortier témoin. D'autre part, le comportement thermomécanique des bétons légers fabriqués avec les déchets de palmier dattier a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche. **Chikhi et al.** [54] ont associé les déchets du pétiole et du rachi broyé avec le gypse. Les chercheurs ont utilisé différents longueurs et pourcentages de fibre. Les résultats obtenus ont montré que l'incorporation de 10% en masse des fibres permet la réduction de la conductivité thermique de l'ordre de 66% et 62%, et ce pour une longueur de fibre de 3 mm et 6 mm. Dans le même contexte, **Braiek et al.** [55] ont étudié le comportement thermique du

composite gypse/fibres de palmier. Les résultats obtenus ont montré que l'incorporation de ces fibres réduit considérablement la conductivité thermique du gypse.

2.2.4 Durabilités des fibres végétales dans les milieux alcalins

Les fibres végétales sont vulnérables dans les milieux alcalins. **Wiht et Meyer** [56] ont étudié la dégradation des fibres naturelles dans les matrices cimentaires. Les auteurs ont soumis les biocomposites renforcés de fibres de sisal à plusieurs cycles de mouillage-séchage. La dégradation des fibres a été évaluée par l'analyse morphologique de la surface, la composition chimique des fibres, le taux de cristallinité, les propriétés thermiques et la résistance à la traction de ces fibres. Les chercheurs ont observé une diminution de la résistance à la traction des fibres avec une augmentation de la cristallinité des fibres et une perte de la composition des fibres (lignine et Hémicellulose). L'hydrolyse alcaline de ces deux composés essentiels des fibres est due à leur forme amorphe. La dégradation de la lignine et de l'hémicellulose mène à l'hydrolyse alcaline de la cellulose.

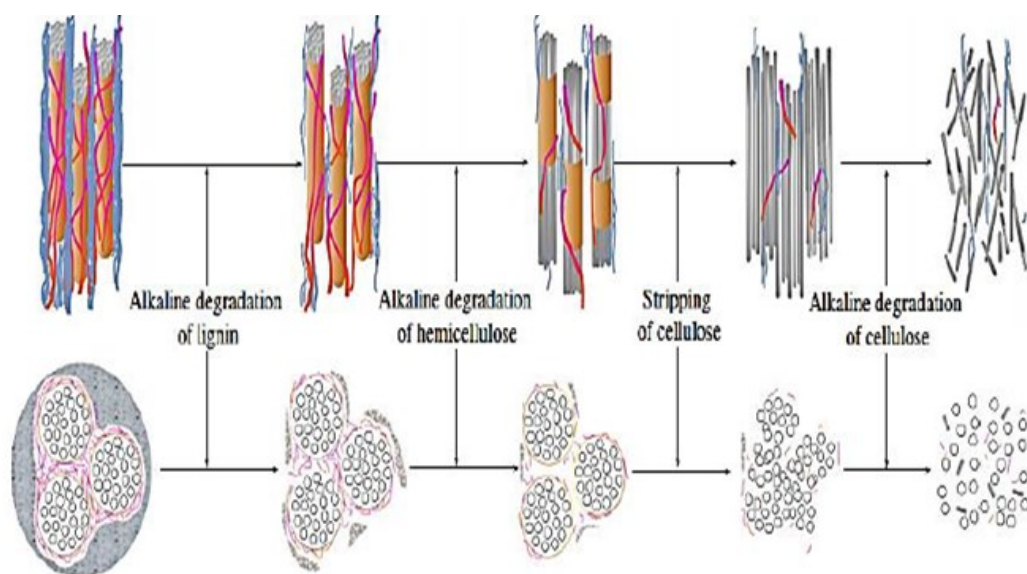


Figure 2.23 : Dissolution de la lignine et de l'hémicellulose dans la solution interstitielle du ciment i.e minéralisation) [56].

Dans le but de comprendre les phénomènes responsables de dégradation des fibres naturelles dans les matériaux cimentaires, **Ardanuy et al.** [57] ont étudié l'interaction fibres/matrice de trois types de fibres, qui sont : les fibres de bambou, fibres de coton et pulpe de Kraft. En plus de la décomposition partielle des fibres causées par le milieu alcalin, les chercheurs ont conclu que la précipitation des minéraux à la surface et dans le lumen des fibres accentue leur

dégradation. La figure **Figure 2.24** montre la précipitation des minéraux au sein du lumen et sur les parois des fibres de sisal.

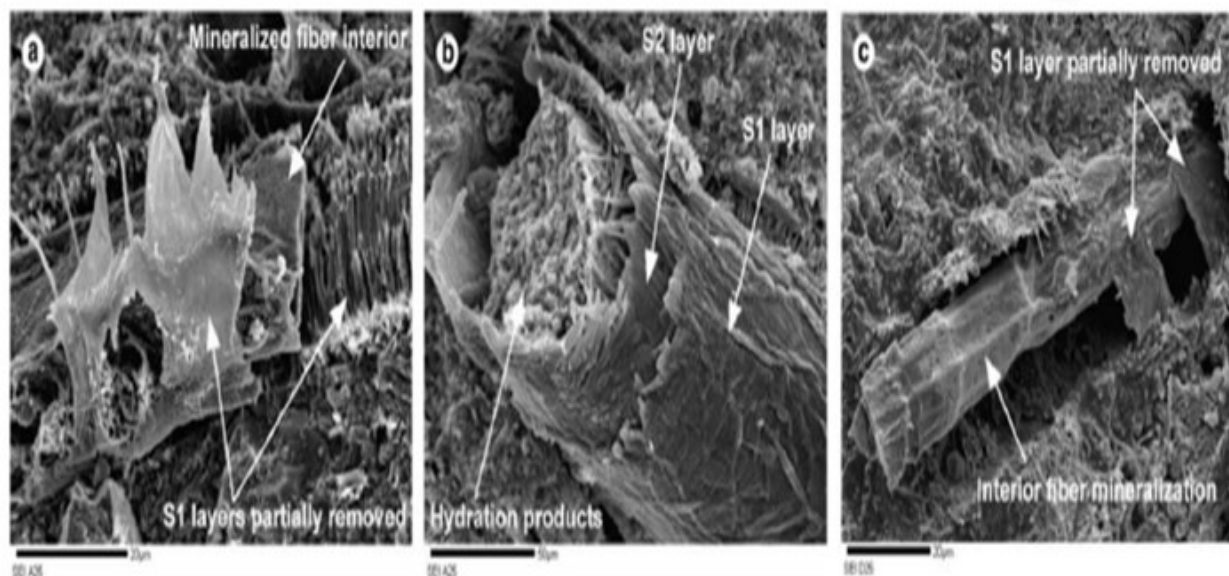


Figure 2. 24 : Image montrant l'impact de la minéralisation des fibres de sisal [58].

Kriker et al. [59] ont étudié la durabilité des fibres de palmier dattier dans les milieux alcalins. Les résultats obtenus ont montré que la résistance à la traction des fibres est sérieusement affectée dans les milieux alcalins. En effet, après six mois d'immersion dans une solution d'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$, les fibres de palmier ont montré une réduction de 69%, 40% et 10% de leur résistance initiale, et ce pour des diamètres de fibres respectivement de 0,8 mm, 0,6 mm et 0,4 mm. De plus, il a été constaté que l'hydroxyde de calcium affecte sévèrement la résistance à la traction des fibres comparativement à l'hydroxyde de sodium. **Filho et al.** [60] ont étudié la durabilité des fibres de sisal et de noix de coco immergées dans des solutions alcalines. Les auteurs ont observé qu'après une immersion des fibres dans une solution de l'hydroxyde de calcium durant 210 jours, les fibres de sisal et de coco ont gardé respectivement 33,7% et 58,7% de leur résistance initiale à la traction. Une perte totale de la résistance à la traction des fibres a été déterminée après 300 jours d'immersion. D'autre part, les fibres de sisal et de coco immergées dans une solution d'oxyde de sodium ont respectivement gardé 72,7% et 60,9% de leur résistance initiale après 420 jours d'immersion. Les chercheurs ont conclu que l'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ affecte sévèrement la résistance à la traction des fibres comparativement à l'hydroxyde de sodium NaOH . Dans le même axe de recherche, **Juarez et al.** [61] ont montré que la principale cause de modification des caractéristiques des fibres est l'endommagement chimique de la lignine et de l'hémicellulose des fibres lorsqu'elles sont

exposées à un milieu cimentaire. En effet, l'alcalinité de la solution interstitielle peut conduire à la dissolution de la lignine et de l'hémicellulose, ce qui produit une rupture des microcellules. Par conséquent, les fibres peuvent se fragmenter en petites unités et perdent ainsi leur capacité de renforcement. De plus, les cellules se remplissent de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ce qui affecte leur flexibilité. La micrographie réalisée sur des fibres végétales (lechiguila) placées dans un milieu alcalin pendant 12 mois est présentée dans la **Figure 2.25**.

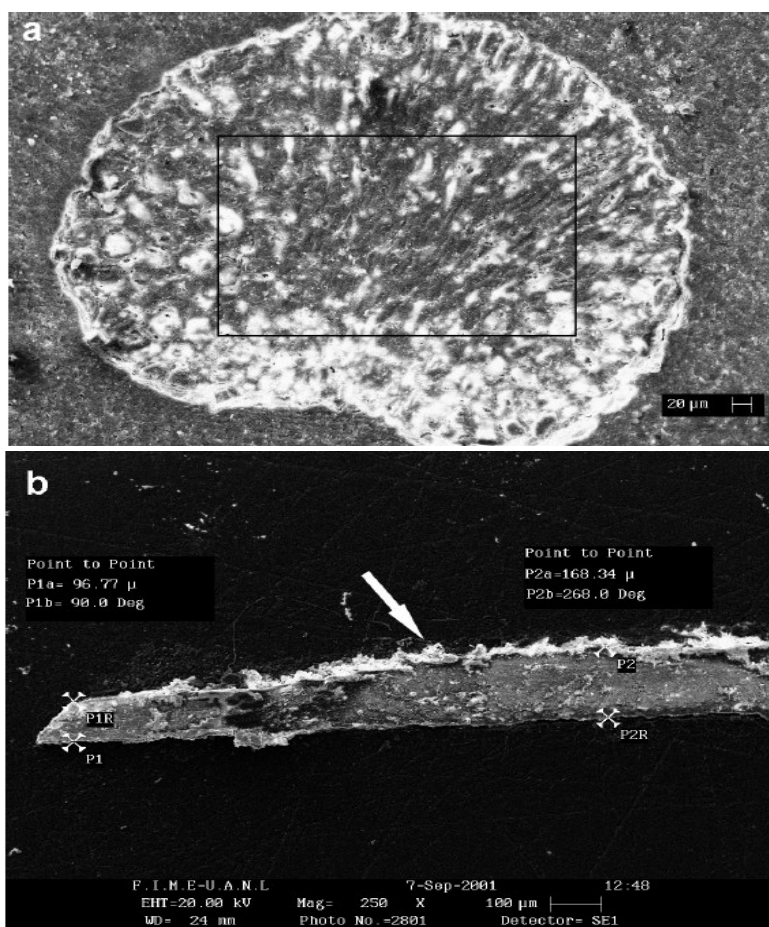


Figure 2.25 : Observation microscopique sur une fibre de lechiguila non traitée après 12 mois de conservation dans un milieu alcalin [61].

Ainsi, la dégradation des fibres naturelles dans les milieux cimentaires peut se résumer dans les schémas ci-dessous :

a) Mécanisme 1 (Mohr et al. [58])

Le mécanisme de dégradation proposé par Mohr et al [58], est présenté dans la **Figure 2.26**.

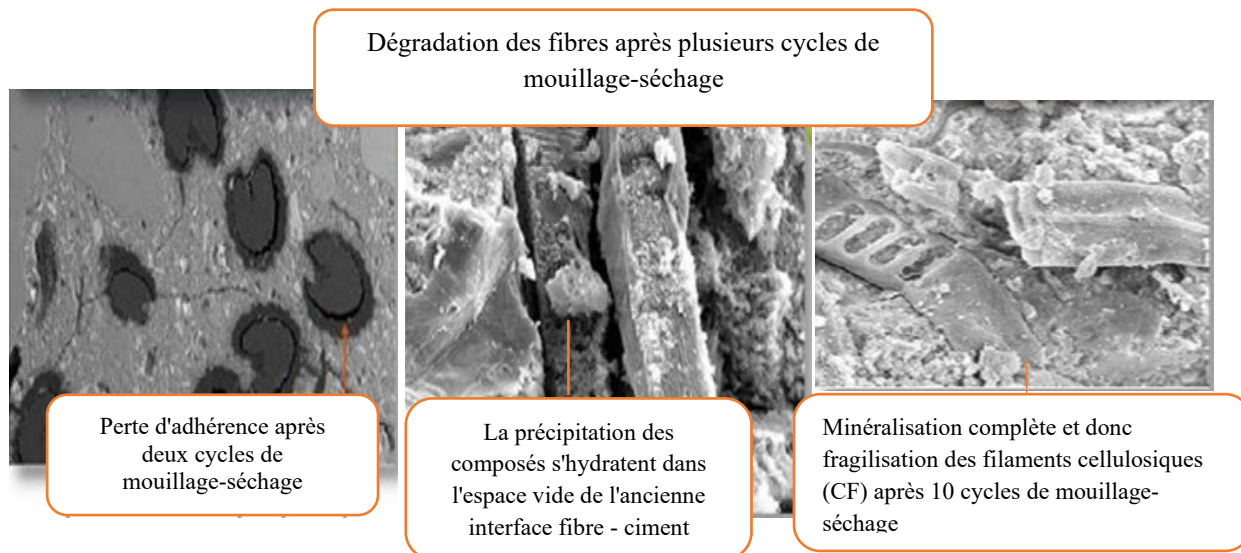


Figure 2. 26 : Dégradation des filaments de celluloses dans une matrice cimentaire **Mohr et al.** [58].

b) Mécanisme 2 (Ardanuy et al. [57])

Ardanuy et al. [57], ont établi le mécanisme de dégradation présenté dans la **Figure 2.27:**

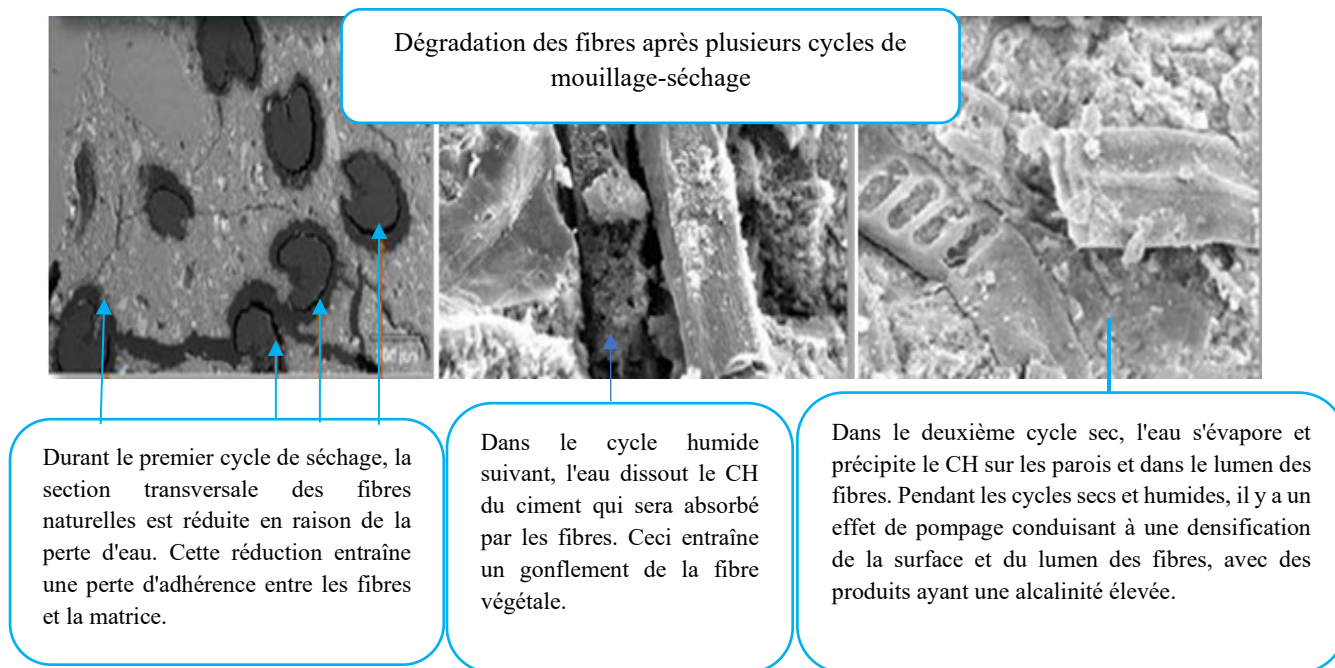


Figure 2.27 : Mécanisme de dégradation des fibres dans la matrice cimentaire **Ardanuy et al.** [57].

C) Mécanisme 3 : décomposition chimique

Pavasars et al. [62] ont rapporté que le processus de minéralisation est dû à une réaction chimique du polymère de cellulose dans l'acide isosaccharinique causée par le milieu hautement alcalin de la matrice cimentaire (**Figure 2.28**).

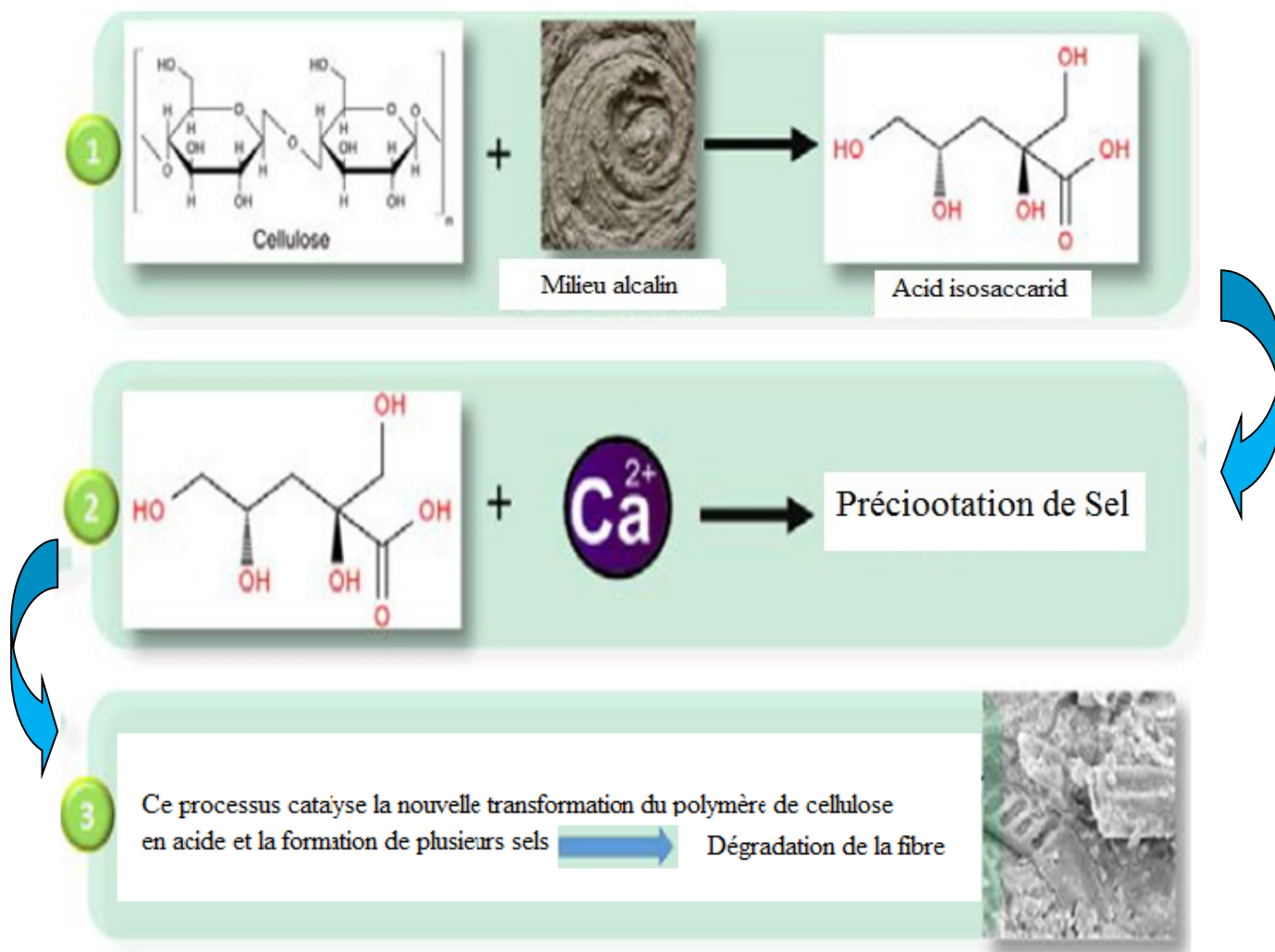


Figure 2.28 : Mécanisme de dégradation des fibres cellulosiques dans la matrice cimentaire **Pavasars et al** [62].

2.2.5 Traitement des fibres végétales

Les fibres végétales peuvent être extraites de différentes parties de la plante. **Juarez et al.** [61], ont réalisé des recherches sur des fibres de lechiguila (avage lecheguila). Pour déterminer la teneur de cellulose et de l'hémicellulose, de la lignine et des pectines. Les chercheurs ont utilisé des solutions d'hydroxyde de sodium, d'acide acétique et d'acide sulfurique. Avant la détermination du taux d'absorption, les fibres ont été traitées à : i) 5% et 10% de l'alcool polyvinyle, ii) 20% et 40% Xylène. Les fibres ont été séchées dans une étuve à une température

de 100 °C pendant 24 h jusqu'à atteindre la masse sèche constante. Par la suite, les fibres ont été placées dans l'eau distillée pendant 5, 15, 30, 60 minutes et 24 h. La masse des fibres partiellement saturées a été mesurée. Il a été constaté que le traitement des fibres par des solutions chimiques réduit considérablement l'absorption des fibres à l'eau (**Figure 2.29**). De plus, les chercheurs ont conclu que le xylène à une concentration 40% a donné les meilleurs résultats de la réduction de la perméabilité des fibres.

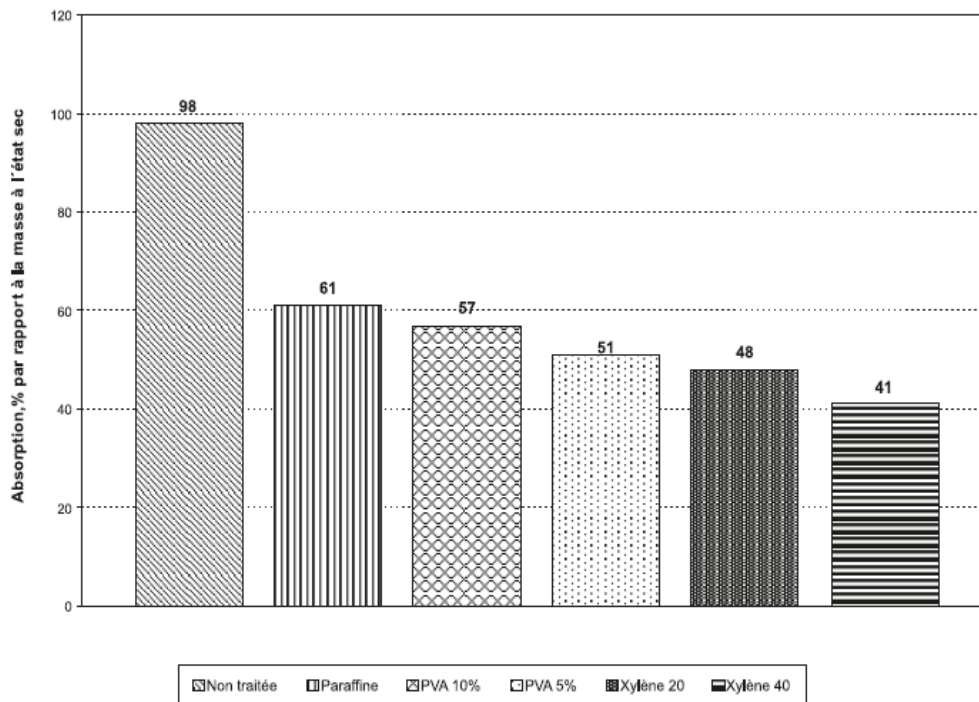


Figure 2.29 : Absorption d'eau pour les différents traitements superficiels des fibres [61].

Chafai et al. [63] ont étudié le comportement rhéologique et mécanique des mortiers renforcés avec des fibres de lin. Avant leur incorporation comme matériau de renfort dans les mortiers, les fibres ont fait l'objet de 3 traitements décrits comme suit :

- 1) Le premier traitement consiste à immerger les fibres dans une substance hydrofuge pendant deux heures, puis les sécher à une température ambiante pendant quatre heures. Les fibres obtenues sont appelées RHF.
- 2) Le second traitement consiste à nettoyer les fibres de lin en les immergeant dans de l'eau bouillie pendant 5 min. Par la suite, les fibres sont rincées avec de l'eau du robinet afin d'enlever les relâches extractifs. Les fibres propres sont ensuite séchées à une température ambiante pendant deux jours. Les fibres obtenues sont appelées BF.
- 3) Le dernier traitement consiste à enduire les fibres de lin avec des coulis de ciments CEM I 52.5 R. Ainsi, les fibres obtenues sont appelées CF.

Les résultats obtenus ont montré que le traitement des fibres réduit considérablement leur taux d'absorption à l'eau (**Figure 2.30**). L'utilisation des résines hydrophobes ainsi que le coulis de ciment comme traitement ont permis de réduire respectivement le taux d'absorption de 47% et 35% comparé aux fibres de lin brut. Par contre, le traitement à l'eau bouillie n'a donné aucun changement significatif de l'absorption d'eau comparée aux fibres brutes. De plus, les résultats obtenus (**Figure 2.30**) ont montré que le temps de prise est largement affecté par l'incorporation des fibres de lin. En effet, le temps de prise passe de 3 h 20 dans le cas du mortier témoin (CM) à 12 h pour le mortier fabriqué avec des fibres brutes (RFM). Ce phénomène est expliqué par la fixation des ions calcium par les pectines (connues pour leur effet chélateur des ions calcium) présentes à la surface des fibres végétales, ce qui conduit au retard de prise.

Les différents mortiers fibrés avec des fibres de lin ont montré une meilleure résistance à la flexion comparativement aux mortiers témoins, quel que soit le type de traitement appliqué. Cependant, il a été observé que les fibres nettoyées avec de l'eau bouillante montrent une meilleure résistance à la traction. Ceci est attribué à une meilleure adhérence entre les fibres de lin et la matrice cimentaire.

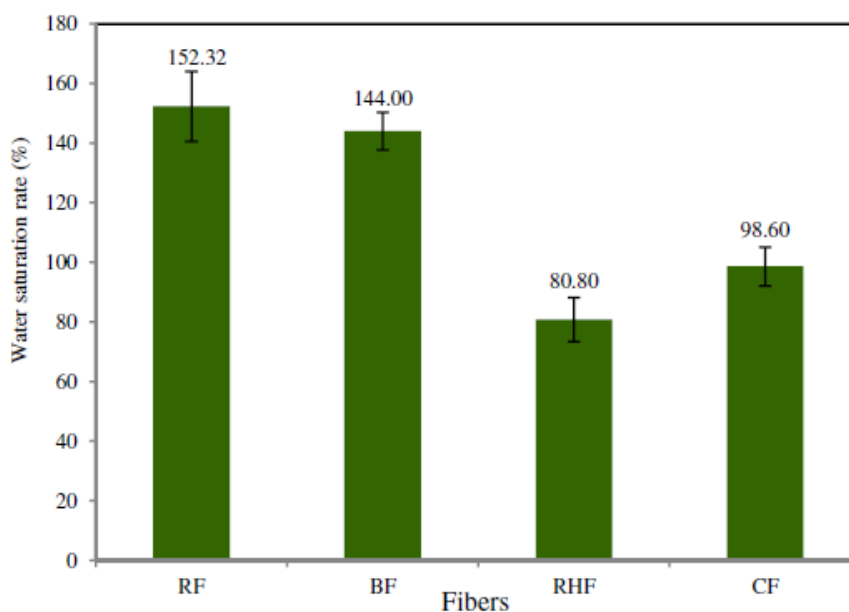


Figure 2.30 : Absorption à l'eau des fibres traitées et non traitées [63].

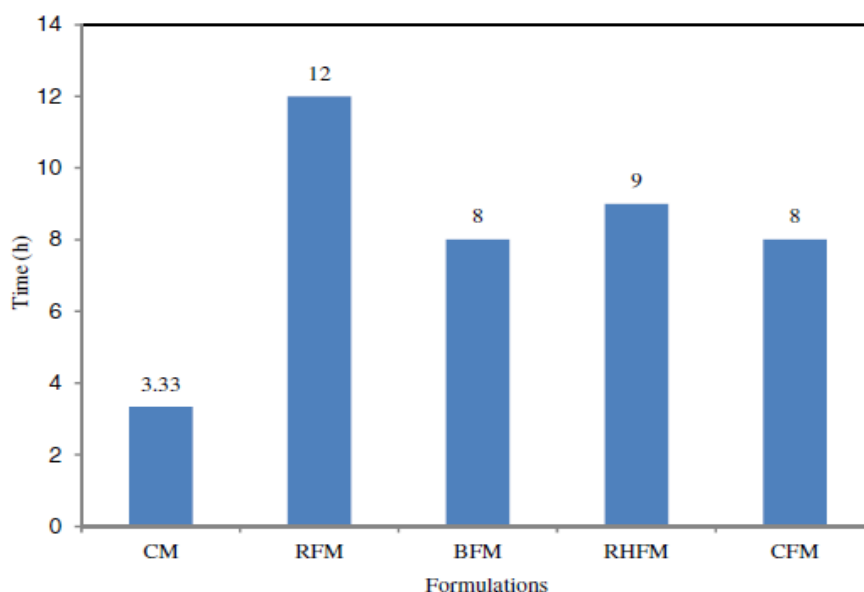


Figure 2.31 : Temps de prise des différents mortiers fibrés avec des fibres de lins traitées [63].

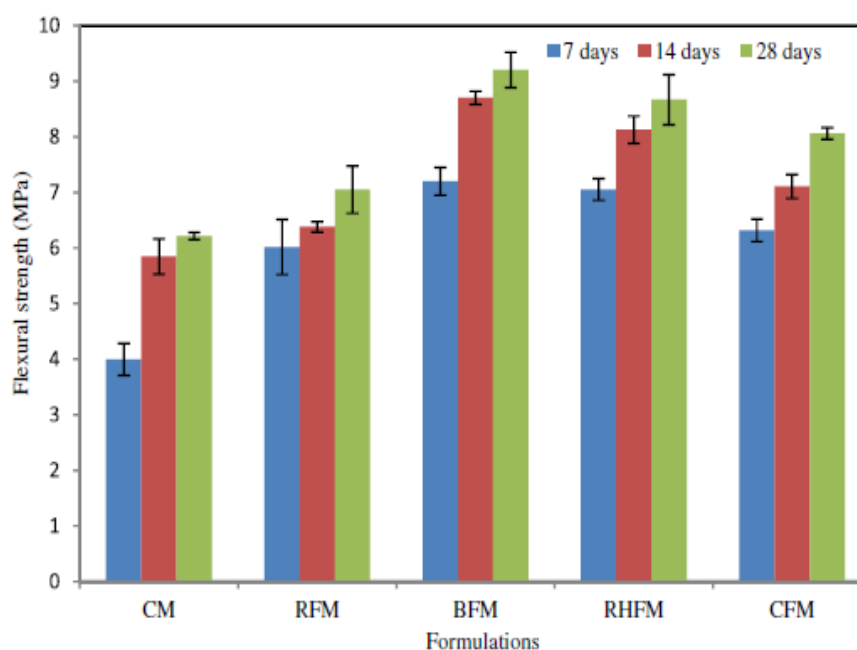


Figure 2.32 : Résistance à la flexion des mortiers fibrés avec des fibres de lins traitées [63].

El Abbassi et al. [64] ont étudié l'effet du traitement alcalin et du vieillissement dans l'eau de plusieurs composites en polypropylène renforcé en fibres d'Alfa. Différents composites contenant des fibres traitées et non traitées ont été élaborés par extrusion et moulage par injection. Dans le but d'assurer une bonne adhérence à l'interface fibre/matrice, un traitement préalable des fibres a été accompli. Initialement, les fibres d'Alfa ont été trempées dans l'eau salée (35 g/L) à une température de 60 °C pendant 24 heures. Le but de cette étape est d'enlever

les impuretés présentes sur la surface extérieure de la tige. Par la suite, les fibres ont été placées dans un milieu constitué d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à une concentration de 10%, puis elles ont été placées à température ambiante pendant 24 h. Par la suite, les fibres ont été lavées avec de l'eau distillée ayant un pH de 7, puis séchées à une température de 105 °C pendant 12 h jusqu'à une masse constante. Pour des fins de comparaison, plusieurs composites renforcés avec de fibres d'Alfa non traitées ont été préparés.

Les résultats obtenus ont montré que le traitement alcalin des fibres réduit considérablement le taux d'absorption des composites renforcés avec des fibres d'alfa (AFRP). La **Figure 2.33** montre qu'après 120 jours d'immersion dans l'eau, les AFRP ont montré une réduction de l'absorption de 9%, 21% et 22%, et ce pour des teneurs en fibres de 10%, 20% et 30%. Cette réduction peut être attribuée à la formation d'une interface compacte entre la matrice de polypropylène et les fibres d'alfa. De plus, le traitement des fibres a un effet positif sur la résistance à la traction et le module de Young (**Figure 2.34 et 2.35**). En effet, l'amélioration du module de Young (**Figure 2.35**) est de l'ordre de 21, 18 et 23% comparée aux composites renforcés avec des fibres non traitées et ceux pour les fractions d'Alfa de 10%, 20% et 30%. Ces augmentations significatives peuvent être attribuées à l'élimination de la cire et des impuretés qui couvrent la surface extérieure des tiges, ce qui conduit à l'augmentation de la rugosité de la surface de la fibre.

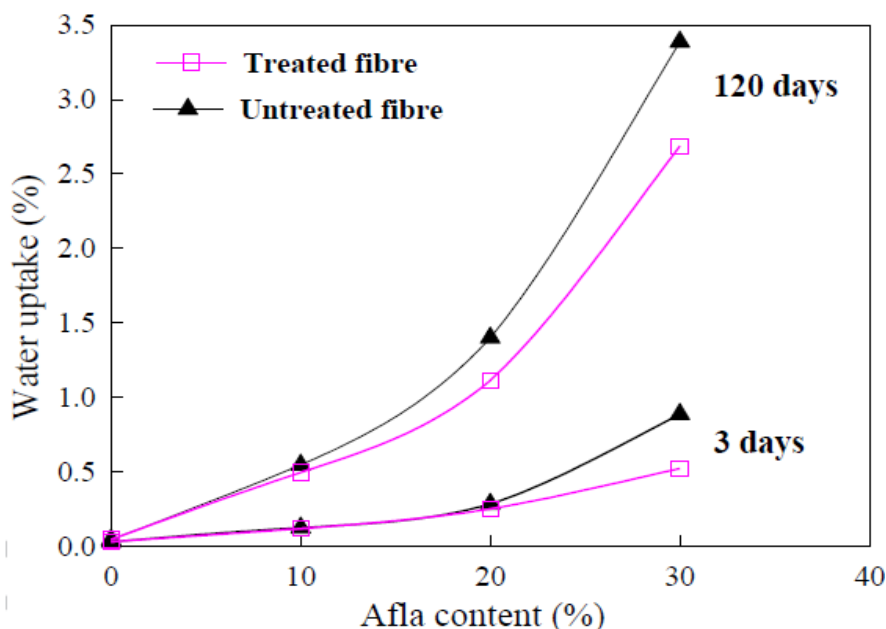


Figure 2.33 : Absorption d'eau des AFRP après 3 et 120 jours d'immersion dans l'eau [64].

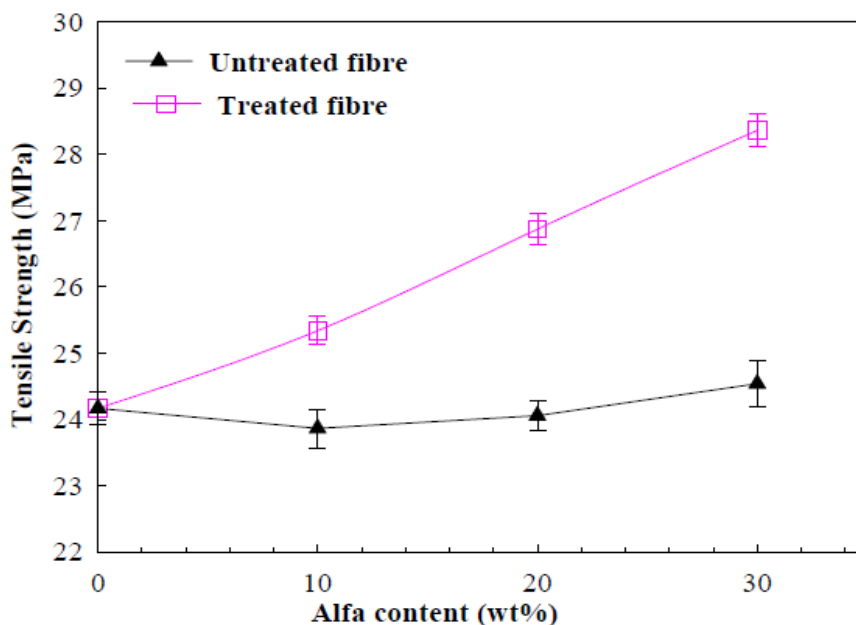


Figure 2.34 : Résistance à la traction des AFRP en fonction du pourcentage massique des fibres [64].

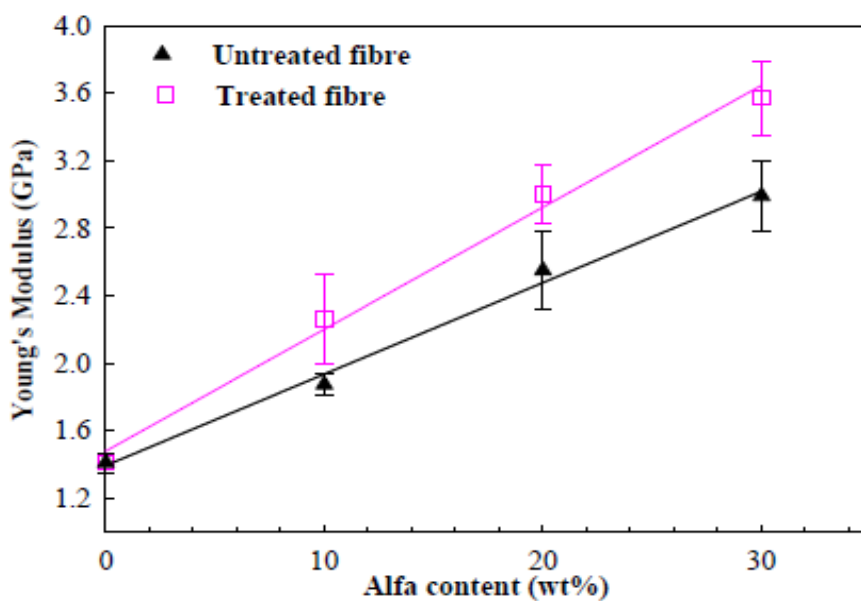


Figure 2.35 : Évolution du Module de Young des PRFA en fonction du pourcentage massique des fibres [64].

Rokbi et al. [65] ont étudié le comportement des composites à base de matrice de polyester renforcé avec des fibres d'Alfa (*Stipa Tenicissima*). Après avoir appliqué un prétraitement, les fibres ont été conservées dans des solutions de NaOH à différents taux de concentration de 1%, 5% et 10% pendant des périodes de 24 h à 48 h à une température constante de 28 °C. Une fois la cure terminée, les fibres ont été lavées avec de l'eau distillée jusqu'à un pH neutre, puis

utilisées comme renfort dans les composites. Le **Tableau 2-4** résume les différents temps et concentrations des milieux de conservation des fibres.

Tableau 2-4 : Traitement des fibres d'Alfa avant leur utilisation comme matériau de renfort dans les AFRP [65].

Composites	Traitement des fibres	Appellations
Composite 1	Fibres non traitées	T0000
Composite 2	1% NaOH 24H	T0124
Composite 3	5% NaOH 24H	T0524
Composite 4	10% NaOH 24H	T1024
Composite 5	5% NaOH 48 H	T0548

Les résultats obtenus (**Figure 2.36**) ont montré que la concentration de NaOH utilisée et le temps de conservation ont un effet significatif sur les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles (Alfa). Un traitement alcalin des fibres avec 10% de NaOH durant une période de 24 h conduit à une augmentation de 60% de la résistance à la traction et de 62% du module de Young. Cependant, le traitement des fibres par une solution alcaline durant une période prolongée (48h) rend les fibres plus rigides et plus fragiles.

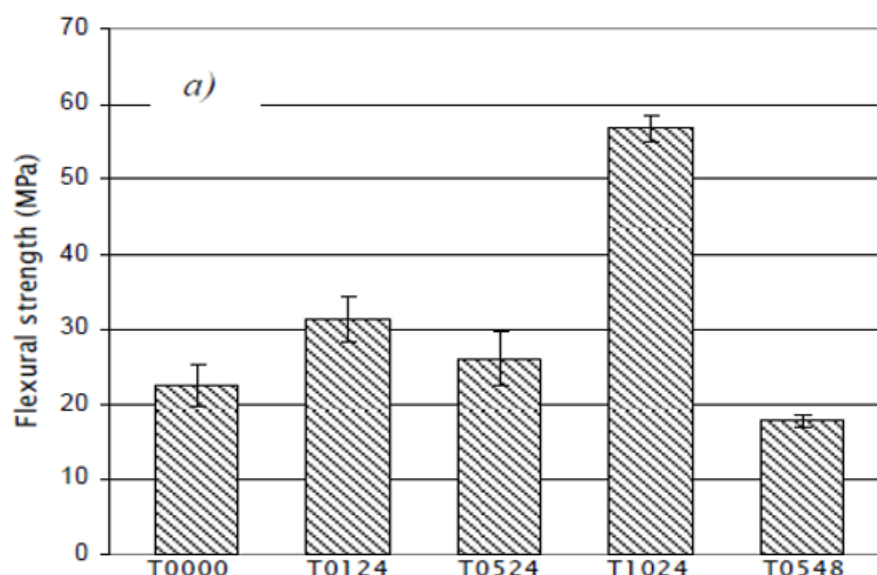


Figure 2.36 : Résistance à la traction des AFRP renforcés avec des fibres d'alfa traitées et non traitées [65].

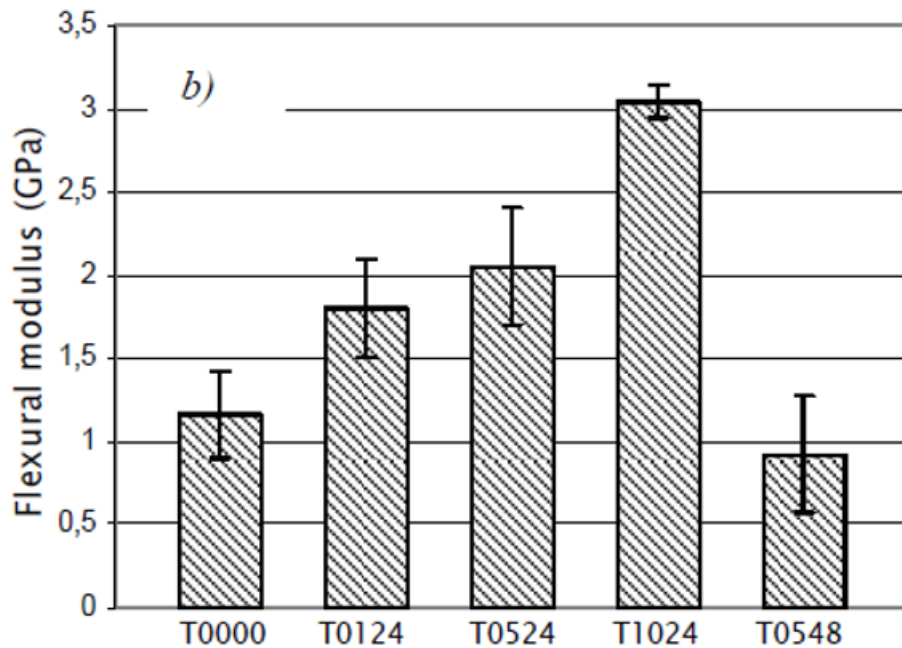


Figure 2.37 : Modules de Young des AFRP renforcés avec des fibres d'Alfa traitées et non traitées [65].

Dhakal et al. [66] ont étudié le comportement des composites de polyester insaturé renforcés de fibres de chanvre en soumettant les spécimens à des essais d'immersion dans l'eau. Les composites étudiés contiennent différentes fractions volumiques des fibres de chanvre correspondant à 0%, 0,1%, 0,15%, 0,21% et 0,26%. Les essais d'absorption d'eau ont été effectués en immergeant les spécimens dans un bain d'eau distillée à des températures de 25 °C et 100 °C. Les résultats ont montré que le taux d'absorption d'eau augmente avec l'augmentation des fractions volumiques des fibres. Ce phénomène peut être expliqué par les caractéristiques d'absorption des fibres de chanvre. Par ailleurs, lorsque les composites sont exposés à l'humidité, les fibres de chanvre à caractère hydrophile gonflent, ce qui conduit à la création de microfissurations de la résine thermodurcissable. De plus, la haute teneur en cellulose des fibres de chanvre (74%) favorise la pénétration d'eau à travers les microfissurations, ce qui conduit à une réduction de la résistance à la flexion et une rupture des composites à l'interface fibres-matrice (**Figure 2.38**).

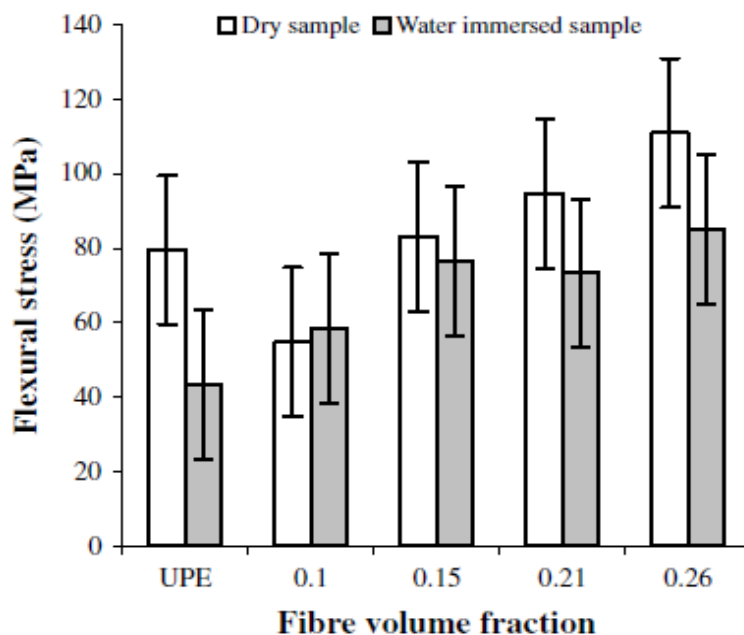


Figure 2.38 : Résistance à la flexion des composites en polyester renforcés avec des fibres de chanvre [66].

De plus, les chercheurs ont constaté une diminution des propriétés mécaniques des composites en fonction de la fraction volumique des fibres. Cette diminution peut être causée par la formation de liaison d'hydrogène entre les molécules d'eau et la cellulose des fibres de chanvre [66]. Les fibres naturelles sont des fibres à caractère hydrophile important avec beaucoup de groupes d'hydroxyle (OH^-) dans la structure de la fibre. Avec la présence d'un pourcentage élevé de groupe OH^- , les fibres naturelles, telles que le chanvre, ont tendance à montrer une faible résistance à l'humidité, ce qui conduit à une variation dimensionnelle des fibres en engendrant une mauvaise adhérence entre les fibres et la matrice. Ceci se traduit par la diminution des propriétés mécaniques du composite.

2.3 Synthèse de la revue de littérature

Sur la base de la littérature présentée dans ce chapitre, l'utilisation des fibres végétales dans le domaine du bâtiment présente un défi majeur à relever. En effet, l'incorporation des fibres végétales dans les matrices cimentaires est problématique aussi bien à l'état frais qu'à l'état durci. À l'état frais, l'étude bibliographique a montré que l'association des fibres végétales avec la matrice cimentaire cause un retard de prise du ciment. De plus, les résultats obtenus dans la littérature ont montré que la maniabilité des composites est fortement affectée par la concentration des fibres. En effet, à une concentration donnée, la maniabilité des mortiers fibrés devient quasiment impossible. À l'état durci, la littérature a montré que plusieurs paramètres

affectent les comportements hygrothermiques et mécaniques des composites, notamment le pourcentage des fibres, la longueur des fibres et l'état des fibres (sec ou saturé). La durabilité des fibres végétales est aussi affectée lors de l'utilisation de ces filaments cellulosiques comme matériaux de renfort à la matrice cimentaire. En effet, les travaux de recherche ont montré que les fibres végétales se cristallisent et perdent leurs propriétés mécaniques. Ainsi, cette étude bibliographique nous a permis d'identifier les différents paramètres qui affectent le comportement des biocomposites à l'état frais et durci. Sur cette base, un programme expérimental a été mis en place pour traiter les différents paramètres qui affectent à la fois la durabilité des fibres végétales, ainsi que leurs performances dans les matrices cimentaires et à base de chaux aérienne. De plus, ce programme nous permettra d'évaluer les performances hygrothermiques et mécaniques des différents biocomposites formulés.

2.4 Références

- [1] NF T 25-003, AFNOR Fibres de renfort, fibres de verre, de carbone et d'aramide, (1992).
- [2] S. Grunwald, C. Walraven, Study on the Influence of Steel Fibers and Coarse Aggregate Content on the Fresh Properties of Self-Compacting Concrete, *Cement and Concrete Research*. 31 (2001) p 1793-1798.
- [3] M. Sahmaren, A. Yurtseven, I.O. Yaman, Workability of Hybrid Fiber Reinforced Self Compacting Concrete, *Building and Environment Journal*. 40 (2005) p 1672-1677.
- [4] L. Martini, Comportement rhéologique et mise en œuvre des matériaux cimentaires fibrés, Thèse de Doctorat, Structure et matériaux, Université Paris Est. (2010) p 193.
- [5] ACI 544, Fiber Reinforced Concrete, ACI Manual of Concrete Practice, Part 6, American Concrete Institute, Farmington Hills. (2011) p 11.
- [6] G. Pons, M. Mouret, M. Alcantara, L. Granjuj, Mechanical Behaviour of Self Compacting Concrete with Hybrid Fibre Reinforcement Materials and Structures. 40 (2007) p 201-210.
- [7] S. Grunewald, Performance-Based Design of Self-Compacting Fiber Reinforced Concrete. PHD thesis, Delft University of Technology, Netherlands. (2004) p 165.
- [8] Y. Roussel, Bétons autoplacants avec fibres comme matériaux de réparation du béton, Mémoire de maîtrise en sciences appliquées. Université de Sherbrooke (Quebec), Canada. (2000) p 193.
- [9] S. Dehaut, Intérêt des fibres autres que métalliques. MA019. CERIB. (2010) p 64.
- [10] E. Parant, Mécaniques d'endommagement et comportements mécaniques d'un composite cimentaire fibré multi-échelle sous sollicitations sévères : fatigue, choc, corrosion. Thèse de doctorat. Ecole nationale des Ponts et Chaussées. (2003) p 248.
- [11] P. Richard, M. Cheyrezy, Les bétons de poudres réactives. *Annales de l'ITBTP*. (1995) p 85-102.
- [12] P. Kalifa, F.D. Menneteau, Spalling and pore pressure in HPC at high temperatures. *Cement and Concrete Research*. 30 (2000) p 1915-1927.
- [13] Eurocode 2. Norme Européenne. Calcul des structures en béton, Partie 1-2, Règles générales, Calcul du comportement au feu. (2004) p 104.
- [14] M.J. John, S. Thomas, Biofibres and biocomposites, *Carbohydrate Polymers*, 71(3) (2008) p 343-364.

- [15] Z.N. Azwa, A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*. 47 (2013) p 424-442.
- [16] M. Dalour Hosse Beg, The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites. Thèse de doctorat. University of Waikato, Hamilton, New Zealand. (2007).
- [17] M.J John, R.D. Ndjiwala, Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites, *Polymer composites*. (2008) p 187-207.
- [18] G. Siqueira, J. Bras, A. Dufresne, Cellulosic Bio nanocomposites, A Review of Preparation, Properties and Applications. *Polymers* 2. (2010) p 728-765..
- [19] J. Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, *Progress in Polymer Science*. (2004) p 221-274.
- [20] R. Prat, M. Mosiniak, J.C. Roland, La paroi primaire de la cellule végétale, cours de biochimie de l'université Pierre et Marie Curie de Paris. (2002).
- [21] E. Alarcon-Gutiérrez, Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne, Thèse de doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université Paul Cezanne. (2007).
- [22] D.D. Stokke, 2013. Introduction to Wood and Natural Fiber Composites, Wiley series in renewable resources, ed. C.V Stevens. Wiley. (2013) p 314.
- [23] G.O. Aspinall, J.W.T. Craig, J.L. Whyte, Lemon peel pectin I: fractionation and partial hydrolysis of water soluble pectins, *Carbohydrate Research*. 7 (1968) p 442-452.
- [24] M.C. Jarvis, Structure and properties of pectin gels in plant cell walls", *Plant, Cell and Environment*. 7 (1984) p 153-163.
- [25] A. Bledzki, K.J Gassan, Composites reinforced with cellulose-based fibres. *Prog. Polym. Sci.* (1999) p 221-274.
- [26] S. Taj, S. Khan, M.A. Munawar, Natural fiber-reinforced polymer composites. *Proceedings of Pakistan Academy of Sciences*. 44 (2007) p 129-144.
- [27] M.C Paiva, I. Ammar, A. Campos, R.B. Cheikh, A.M. Cunha, Alfa fibres, Mechanical, morphological and interfacial characterization. *Composites Science and Technology*. 67 (2006) p 1132-1138.
- [28] S.K. Batra, Lewin, M. Pearce, Other long vegetable fibers. *Handbook of fibre Science and Technology*. 4 (1998) p 505-575.

- [29] P.S. Mukherjee, K.G. Satyanarayana, Structure and properties of some vegetable fibers. *Journal of Materials Science*. 21 (1986) p 51-56.
- [30] C. Baley, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Techniques de l'ingénierie*. (2005).
- [31] A. Ishikawa, S. Kuga, T. Okano, Determination of parameters in mechanical model for cellulose III, *Fibre Polymer*. 39 (1998) p 1875-1878.
- [32] R.C. Weatherwax, H. Tarkow, Decayed wood as an inhibitor, *Forest products journal* 17 (7) (1967) p 30-32.
- [33] Lo. Biblis, Effect on the setting of southern pine-cement mixtures, *Forest products journal* 18 (8) (1968).
- [34] T.J. Reading. Deleterious effects of wood forms on concrete surfaces, *Concrete International*. 7 (1985) p 57-62.
- [35] M. H. Simatupang, U. Schmitt, A. Kasim, Wood extractives of rubberwood (*Hevea Brasiliensis*) and their influences on the setting of the inorganic binder in gypsum-bonded particleboards. *Journal of Tropical Forest Science*. 6 (1994) p 269-285.
- [36] D. Sedan, *Étude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite*. Thèse de doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges. (2007).
- [37] B.W. Jo, S. Chakraborty, A mild alkali treated jute fibre controlling the hydration behaviour of greener cement paste. *Scientific Reports*. (2015) p 37-78.
- [38] M. Ochoa-Villarreal, Plant cell wall polymers: function, structure and biological activity of their derivatives, in *Polymerization*, InTech. (2012).
- [39] W. Wilding, A. Double, classification of inorganic and organic admixtures by conduction calorimetry, *Cement and Concrete Research*. 14 (1984) p 185-194.
- [40] T. Le Hoang. *Etude de caractérisation du comportement de composites cimentaires incorporant des fibres courtes de lin* (Thèse de doctorat), Université de Caen Basse-Normandie, Caen, France. (2013).
- [41] S. Chafei, *Influence de différents traitements sur les comportements rhéologique et mécanique d'un composite cimentaire mortier-fibres de lin* (Thèse de doctorat), Université de Caen Basse-Normandie, Caen, France. (2014).
- [42] S. Chafei, T.H. Tran, F. Khadraoui, M. Boutouil, M. Gominam, Influence du traitement des fibres de lin sur la rhéologie et les performances d'un mortier, In *Recueil des communications du colloque International Francophone NoMaD*. (2012) p 89-96.

- [43] M. R. Khelifa, N. Leklou, T. Bellal, R.L Hebert, B.A. Ledesert, is alfa vegetal fiber suitabale for making green reinforced structure concrete, *European journal of environmental and civil engineering*. (2015).
- [44] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M. Khenfer, M. Chabannet, Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate. *Cement & Concrete Composites*. 27 (2005) p 554–564.
- [45] H.H. Abdel-Rahman, R. Al-Juruf, F. Ahmed, I. Alam, Physical, mechanical and durability characteristics of date palm frond stalks as reinforcement in structural concrete, *The intematlonal Joumal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, 10 (1998) p 175-181.
- [46] S. Abani, K. Kriker, B. Bali, Effect of curing and mix design types on performance of date palm fibers reinforcement concrete under hot dry environment, IIBCC, 11 th int, inorganic- bonded, fiber composites conferences, November 5-7, Madrid-Spain. (2008).
- [47] F. Benmahiddine, R. Cherif, F. Bennai, R Belarbi, A. Tahakourt, K. Abahri, Effect of flax shives content and size on the hygrothermal and mechanical properties of flax concrete. *Construction and Building Materials*. 262 (2020) p 120-077.
- [48] B.S. Umurigirwa-Vasseur, *Elaboration et caractérisation d'un agromatériau chanvre amidon pour le Bâtiment*, Thèse soutenue à l'Université de Reims Champagne-Ardenne. (2014) p 132.
- [49] A.D. Tran le. *Etude des transferts hygrothermiques dans le béton de chanvre et leur application au bâtiment*, thèse soutenue à l'Université de Reims Champagne Ardenne. (2010).
- [50] I. Aboudou, L. Diabaté, G. Menguy, Détermination de la conductivité thermique de matériaux locaux de construction à Bamako. *African Journal On Line*. 4 (2004).
- [51] A. EL Bakkouri, *Caractérisation hygroscopique, thermophysique et mécanique des matériaux allégés : cas du béton allégé avec du liège ou avec des grignons d'olive*, Thèse de DES, Université Abdelmalek Essaadi Faculté Des Sciences Tétouan, Maroc. (2004).
- [52] B. Belhadj, M. Bederina, Z. Makhloufi, A. Goullieux, M. Quéneudec, Study of the thermal performances of an exterior wall of barley straw sand concrete in an arid environment, *Energy and Buildings*. 87 (2015).
- [53] J. Khedari, B. Sutisonk, N. Pratinthong, J. Hirunlabh, New lightweight composite construction materials low thermal conductivity, *Cement & Concrete Composite*. 23 (2001) p 65-70.

- [54] M. Chikhi, Young's modulus and thermophysical performances of bio-sourced materials based on date palm fibers. *Energy and Buildings*. 129 (2016) p 589-597.
- [55] A. Braiek, M. Karkri, A. Adili, L. Ibos, S. Ben Nasrallah, Estimation of the thermophysical properties of date palm fibers/gypsum composite for use as insulating materials in building, *Energy and Buildings*. 140 (2017) p 268-279.
- [56] J. Wei, C. Meyer, Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. *Cement and Concrete Research*. 73 (2015) p 1-16.
- [57] B.J Mohr, H. Nanko, K.E. Kurtis, Durability of kraft pulp fiber–cement composites to wet/dry cycling. *Cement and Concrete Composite*. 27 (2005) p 435-448.
- [58] M. Ardanuy, J. Claramunt, R.D. Toledo Filho, Cellulosic fiber reinforced cement based composites: a review of recent research. *Construction and building materials*. 79 (2015) p 115-128.
- [59] A. Kriker, A. Bali, G. Debicki, M. Bouziane, M. Chabannet, Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climates, *Cement & Concrete Composites*, 30 (2008) p 639–648.
- [60] R.D. Toledo Filho, K. Scrivener, G.L. England, K. Ghavami, Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites, *Cement & Concrete Composites*. (2000) p 127-143.
- [61] C. Juarez, G. Fajardo, P. Valdez, Caractérisation microstructurale des fibres naturelles pour des matériaux composites à base de ciment, *Presses scientifique du CNRC, Rev.can.génie civ.* 36 (2009) p 449-462.
- [62] B. Pavasars, J. Hagberg, H. Borén, Alkaline degradation of cellulose: mechanisms and kinetics. *J Polym Environ*. 11 (2003) p 39–47.
- [63] S. Chafai, F. Khadraoui, M. Boutouil, M. Gomina, Effect of flax fibers treatments on the rheological and the mechanical behavior of a cement composite, *Construction and Building Materials*. 79 (2015) p 229–235.
- [64] F. El-Abbassi, E. Assarar, M. Ayad, R. Lamdouar, Effect of alkali treatment on Alfa fibre as reinforcement for polypropylene based eco-composites: mechanical behaviour and water ageing, *Composite Structures*. (2015).
- [65] M. Rokbia, H. Osmani, I. Abdellatif, N. Benseddiq, Effect of Chemical treatment on Flexure Properties of Natural Fiber-reinforced Polyester Composite, *Procedia Engineering*. 10 (2011) p 2092–2097.

- [66] H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, M.O.W. Richardson, Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*. 67 (2007) p 1674–1683.

Chapitre 3 : Matériaux et méthodes d'essais

Dans la présente étude, les performances des fibres végétales dans le domaine du bâtiment ont été évaluées. Plusieurs types de mortiers ont été développés. Ainsi, dans le but de comprendre les paramètres qui affectent à la fois les fibres végétales et le comportement des mortiers fibrés et hybrides à l'état frais et à l'état durci, quatre étapes principales de l'étude sont proposées :

- Extraire et caractériser une nouvelle variété de fibres végétales issues des tiges de palmiers dattiers.
- Développer des méthodes de traitement pour améliorer le comportement des fibres végétales dans la matrice cimentaire, aussi bien à l'état frais ou à l'état durci.
- Formuler et optimiser des mortiers références ou incorporant des fibres végétales.
- Développer une nouvelle génération de mortiers fibrés et hybrides à faible conductivité thermique.

Ainsi le programme expérimental de la présente étude est réalisé comme suit :

- **Phase 1** : Revue de littérature;
- **Phase 2** : Conditionnement et fonctionnalisation des fibres;
- **Phase 3** : Optimisation des pourcentages des fibres;
- **Phase 4** : Étude du comportement thermomécanique des biocomposites et optimisations des mortiers fibrés à faible conductivité thermique;
- **Phase 5** : Étude du comportement hygrothermique et mécanique des mortiers hybrides.

Il est important de mentionner que les **Phases 4 et 5** de cette étude ont été réalisées aux laboratoires de La Rochelle Université. Pour rappel, ce programme entre dans le cadre de d'une collaboration entre l'Université de Sherbrooke et La Rochelle Université.

3.1 Choix des matériaux

3.1.1 Liant et pouzzolane

Pour mener le programme expérimental et atteindre les objectifs de l'étude, il est nécessaire de bien choisir les matériaux adéquats. Ainsi, pour l'optimisation des mortiers fibrés, le liant utilisé est **un ciment d'usage général**. Tandis que pour la fabrication des mortiers hybrides et fibrés à faible conductivité thermique, la chaux aérienne de marque **Tradical PF 70 fabriquée** par l'entreprise **Lhoist** a été utilisée. Cependant, pour le traitement des fibres végétales, nous avons opté pour la **fumée de silice**. Les compositions chimiques du ciment GU, de la fumée de silice et de la chaux aérienne sont présentées **dans les Tableaux 3-1 et 3-2**.

Tableau 3-1 : Composition chimique des poudres utilisées.

	Ciment GU (%)	Silica fume (%)
SiO ₂	20,4	94,2
TiO ₂	0,2	0,0
Al ₂ O ₃	4,4	0,3
Fe ₂ O ₃	2,5	0,1
MgO	2,1	0,3
CaO	62,0	0,8
Na ₂ O	0,0	0,1
K ₂ O	0,8	0,5
SO ₃	3,8	0,0
Other oxides	0,2	0,5
Total	100,0	100,0

Tableau 3- 2 : Composition chimique de la Chaux Tradical PF70.

Constituants	Volume (%)
Chaux aérienne (98% Ca(OH) ₂)	75
Liant Hydraulique	15
Liant pouzzolanique	10

3.1.2 Sable

Le sable utilisé pour la fabrication des mortiers est un sable normalisé conformément à la norme ASTM C778 20-30 [1], sa densité est de 2,60 g/l.

3.1.3 Fibres végétales

L'originalité cette étude demeure dans l'extraction d'une nouvelle variété de fibres végétales extraite à partir des tiges de palmiers dattiers (PS). Dans la littérature, il existe plusieurs variétés de fibres de palmiers. Parmi ces variétés, on trouve les fibres de balai de palmier à l'huile (OPBF), ces dernières, sont extraites du pétiole de la feuille du palmier. Donc, il est judicieux de faire la distinction entre ces deux types de fibres. De plus, pour évaluer les performances des PS dans le domaine du bâtiment, on a utilisé des fibres de chanvre commercial pour des fins de comparaison. Le procédé d'extraction des fibres PS est bien détaillé dans la section 3.3.1.

3.2 Programme expérimental

Afin de mettre la lumière sur les performances des fibres végétales dans le domaine du bâtiment, nous avons mis en place le programme expérimental décrit dans la **Figure 3.1**.

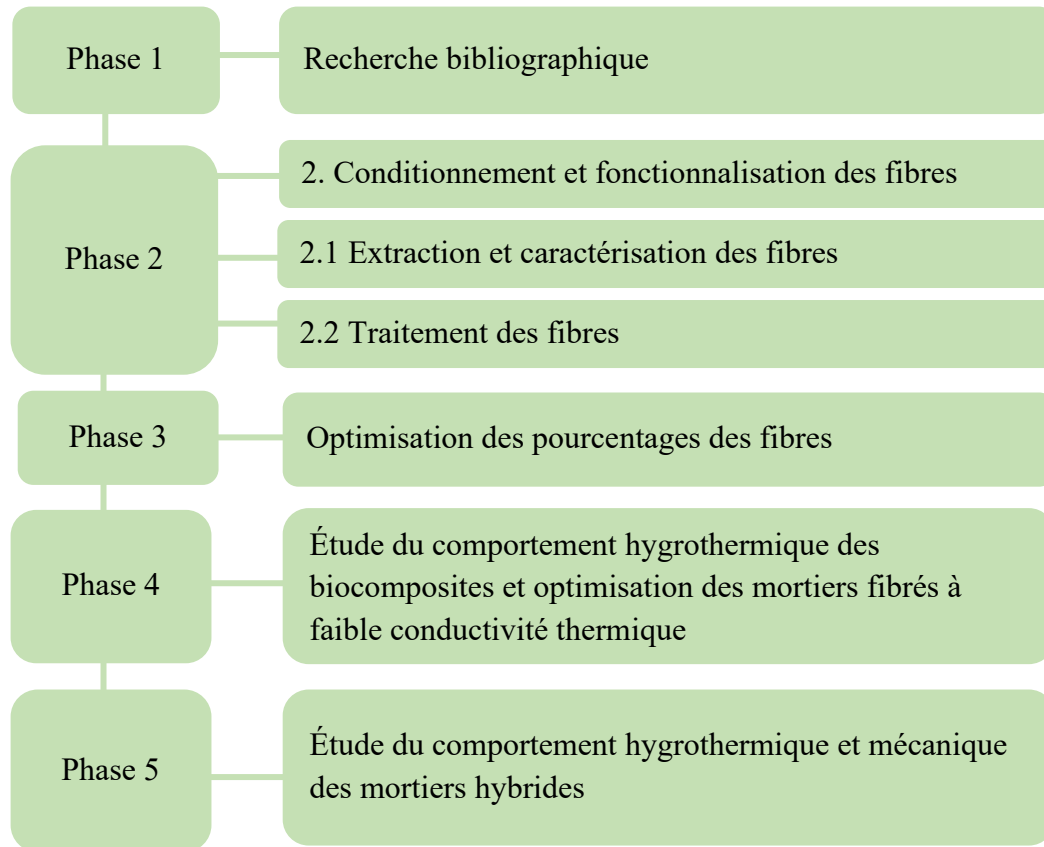


Figure 3.1 : Programme expérimental

3.2.1 Phase 1 : revue de littérature

Cette Phase d'étude vise à mettre en place un état de l'art concernant cette thématique de recherche. Le but cette Phase est d'établir une base de données riche en informations concernant les fibres végétales (composition, traitement, interaction fibre/matrice, durabilité, teneur en fibre, comportement thermomécanique, etc...). Aussi, cette phase nous a permis d'identifier des problématiques de recherches et de cerner les paramètres d'études. Grâce à cette partie de l'étude, un programme expérimental a été mis en place. Il est important de mentionner que cette Phase est présentée dans le **Chapitre 2**.

3.2.2 Phase 2 : Conditionnement et fonctionnalisation des fibres

Cette Phase est divisée en deux parties complémentaires. La première partie décrit le procédé d'extraction et de caractérisation des fibres végétales. Dans la deuxième partie, différents traitements des fibres végétales utilisés sont présentés.

3.2.2.1 Phase 2.1 : Extraction et caractérisation des fibres

L'objectif principal de cette partie de l'étude est d'extraire une nouvelle variété des fibres naturelles (végétales). Pour ce faire, on a choisi des déchets lignocellulosiques issus des grappes des palmiers dattiers. Les différentes étapes de cette partie de recherche sont décrites comme suit :

- Récupération des déchets agricoles (Grappes des palmiers dattiers).
- Triage et découpage des tiges de différentes longueurs.
- Broyage et extraction des fibres de palmier à différents diamètres.
- Caractérisation des fibres. Les différentes méthodes d'extraction et de caractérisations des fibres végétales sont résumées dans la **Figure 3.2**.

Remarque : les déchets lignocellulosiques utilisés sont des matériaux destinés à l'incinération. Aucun recyclage n'a été prévu pour ce type de matériaux.

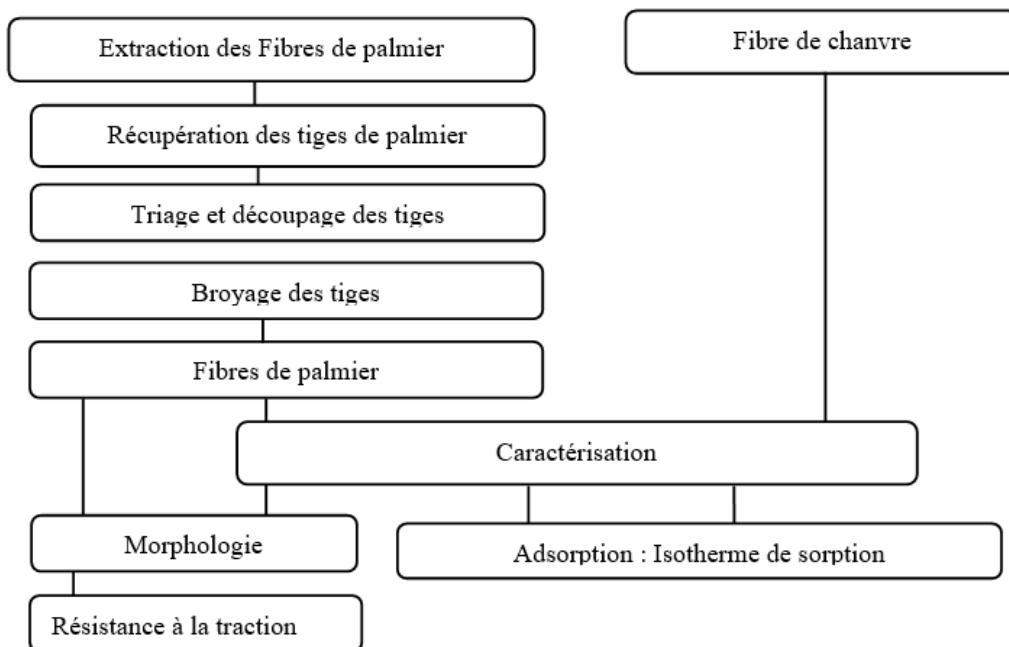


Figure 3.2 : Extraction et caractérisation des fibres végétales.

3.2.2.2 Phase 2.2 : Traitement des fibres végétales

Dans cette partie d'étude, il s'agit d'améliorer les propriétés physico-chimiques des fibres végétales. Pour rappel, les fibres végétales présentent un caractère hydrophile important avec une vulnérabilité accrue dans les milieux alcalins à pH élevé (12,5). Les hydrates $\text{Ca}(\text{OH})_2$ présents dans les milieux cimentaires s'introduisent dans les parois et lumens des fibres et se cristallisent à l'intérieur. Ce phénomène conduit à la rigidification et à la perte de la résistance à la traction des fibres ainsi qu'à leur détérioration. De plus, certaines composantes des fibres cellulosiques, telles que les pectines, fixent une quantité de calcium (Ca^{++}), ce qui conduit à un retard de formation du gel de C-S-H et, par conséquent, un retard de prise de la pâte cimentaire [2]. Les objectifs de cette Phase se résument comme suit : i) réduire le caractère hydrophile des fibres végétales ; ii) extraire les particules présentes sur les fibres, qui sont responsables du retard de prise du ciment et iii) améliorer la durabilité des fibres dans les milieux cimentaires (alcalins). Les objectifs, les essais et les types des traitements effectués sur les fibres sont présentés dans le **Tableau 3-3**.

Tableau 3-3 : Traitements appliqués sur les fibres végétales.

Types de traitements (PS et HF)	Objectifs	Essais expérimentaux
(i) Résine hydrophobe	- Réduire le caractère hydrophile des fibres	-Isotherme de sorption
(ii) Infusion des fibres (10 g et 20 g)	- Réduire le caractère hydrophile des fibres - Extraire les particules responsables du retard de prise du ciment	-Isotherme de sorption
(iii) Imbibition dans la fumée de silice	-Accroître la durabilité des fibres végétales	- Observation microscopique

Remarque : les liquides issus de l'infusion des fibres ont été utilisés comme eau de gâchage de la pâte cimentaire. Les détails de l'expérimentation sont expliqués dans la section **3.3.8**.

3.2.3 Phase 3 : Optimisations des pourcentages des fibres

L'objectif de cette phase est d'optimiser les pourcentages des fibres végétales tout en tenant compte de leur caractère hydrophile. Les mortiers fibrés ont été préparés en mélangeant les fibres végétales à leur état brut avec du ciment, sable et de l'eau. Les différentes concentrations en volume de fibres utilisées sont 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%. Deux types de fibres végétales ont été utilisées, notamment les fibres de palmier et les fibres de chanvre. Par ailleurs, des fibres

synthétiques ont également été utilisées pour des fins de comparaison. Les mélanges sont proportionnés avec un rapport E/C de 0.485, tandis que le rapport sable/ciment est de 2.7. Les mortiers fibrés ont été caractérisés à la flexion et à la compression après 7, 14 et 28 jours de durcissement. Deux différents types de durcissement, sec et humide sont utilisés. Les méthodes de conservation des mortiers sont présentées dans la section 3.3.4. Le **Tableau 3-4** présente l'identification des différents échantillons d'essais.

Tableau 3-4 : Identification des mortiers fibrés.

ID	Fibres (%)	Types de fibres	Âges de l'échantillon (jours)	Types de cures
T	-	-	7, 14 et 28	(1 et 2)
PS	0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0	Palmier		
HF	0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0	Chanvre		
PP	0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0	Polypropylène		

3.2.4 Étude du comportement thermomécanique des biocomposites et optimisations des mortiers fibrés à faible conductivité thermique

Cette partie d'étude consiste à développer une nouvelle génération de mortier fibré à faible coût de production et dont les propriétés thermomécaniques et hydriques sont similaires aux matériaux présents sur le marché. Les mortiers sont fabriqués avec de la chaux Tradical® PF70, de l'eau et des fibres végétales. Trois pourcentages en volume des fibres de 0%, 2,5% et 5,0% sont évalués. Les mortiers étudiés sont proportionnés avec un rapport E/C de 1. Le **Tableau 3-5** présente l'identification des différentes formulations des mortiers fibrés.

Tableau 3-5 : Identification des différentes formulations de mortier.

ID	Type de fibres	(%) Fibres en volume
Référence	/	0
PS 2.5	Palmier	2,5
HF 2.5	Chanvre	2,5
PS 5	Palmier	5,0
HF 5	Chanvre	5,0

3.2.5 Phase 5 : Étude du comportement hygrothermique et mécanique des mortiers hybrides

Dans cette phase, il s'agit de développer une nouvelle génération de mortiers hybrides, dont les performances hygrothermique et mécanique sont similaires, voire supérieures aux mortiers

d'isolation disponible sur le marché. Il s'agit notamment de développer un composite hybride qui assure à la fois une faible conductivité thermique avec un bon confort habitational. Le mortier hybride fabriqué est composé d'eau, fibres végétales (fibres de chanvre dans ce cas), de billes en polystyrène et de la chaux aérienne. Les billes en polystyrène ont pour rôle de réduire la conductivité thermique du mortier, tandis que la présence des fibres végétales a pour double rôle de réduire la conductivité thermique et de régulariser le taux d'humidité ambiante dans l'habitation. Trois pourcentages en volume de fibres et de billes de (50 : 50) ont été utilisés. Pour chaque pourcentage des fibres et des billes, on a utilisé des proportions égales des fibres et des billes en polystyrène. À titre d'exemple, pour un mortier hybride de 2,5%, on a utilisé 1,25% en volume de fibres végétales et 1,25% en volume de billes en polystyrène. Les identifications des mortiers hybrides formulés sont présentées dans le **Tableau 3-6**.

Tableau 3-6 : Identification des mortiers hybrides.

ID	Mélange	(%) en volume
Référence	/	/
HYB 2,5	(Fibres de chanvre + billes en polystyrène)	1,25 Fibre de chanvre 1,25 Billes en polystyrène)
HYB 5	(Fibres de chanvre + billes en polystyrène)	2,5 Fibre de chanvre 2,5 Billes en polystyrène

3.3 Procédures expérimentales

Les différentes manipulations employées dans cette étude sont présentées dans cette section.

3.3.1 Extraction des fibres de palmier

Après la saison de récolte des dattes qui s'effectue durant l'automne, les fruits comestibles sont placés dans des boites et destinés à la vente, tandis que les grappes sont considérées comme des déchets. Généralement, les grappes des palmiers dattiers sont récupérées des usines d'emballage comme montrées dans la **Figure 3.3**. Pour extraire les fibres de palmier, les grappes récupérées sont d'abord découpées en tiges de longueur maximale de 60 mm. Une fois les tiges découpées, une quantité (30 g) est placée dans un broyeur à disque pour un temps de broyage de 60 s. La **Figure 3.4** montre les composantes du broyeur ainsi que les étapes de broyage. Le broyeur exerce sur les tiges une contrainte tangentielle. Cette contrainte permet

d'extraire des fibres de palmier dattier (**Figure 3.5**) de diamètre inférieur à 0,4 mm. Une fois le broyage accompli, les fibres sont étalées sur une pailleuse du laboratoire afin de séparer les fibres empilées.



Figure 3.3 : Grappes de palmier dattier.



Figure 3.4 : Constituants du broyeur à disques.



Figure 3.5 : Fibres de palmier dattier.

3.3.2 Traitement des fibres végétales

Les fibres végétales présentent une bonne solution pour remplacer les fibres conventionnelles. Cependant, l'utilisation de ces filaments cellulosiques à leur état brut dans la matrice cimentaire présente une problématique majeure à résoudre. En effet, le caractère hydrophile des fibres, la composition, la teneur de certains constituants des fibres affectent à la fois le comportement rhéologique, le temps de prise, la résistance mécanique et la durabilité des composites. Ainsi, dans cette partie, nous visons à mettre en place plusieurs traitements qui ont pour objectifs :

- Réduire le caractère hydrophile des fibres végétales.
- Extraire les molécules végétales présentes sur les fibres et responsables du retard de prise de la pâte cimentaire.
- Accroître la durabilité des fibres végétales dans la matrice cimentaire.

Les différents traitements appliqués sur les fibres végétales sont décrits dans le paragraphe ci-après.

3.3.2.1 Traitement par la résine hydrophobe

Le traitement des fibres par la résine hydrophobe a pour but de réduire leur caractère hydrophile. En effet, les fibres végétales sont des matériaux fortement hygroscopiques, avec les cycles d'absorption et de désorption, la dimension des fibres varie. Cette variation dimensionnelle peut engendrer une perte d'adhérence entre les fibres et la matrice cimentaire. Pour résoudre ce problème, nous avons mis en place le protocole suivant :

- (a) Imprégnation des fibres végétales (palmier et chanvre) pendant 10 minutes dans la résine hydrophobe (teinture de bois).
- (b) Récupération et filtration des fibres à l'aide d'un entonnoir.
- (c) Étalement et agitation des fibres pendant 40 minutes sur la paillasse du laboratoire.

3.3.2.2 Traitement des fibres par infusion

Le traitement des fibres par infusion est une nouvelle approche proposée par nos soins. L'objectif de cette approche est d'extraire l'hémicellulose et les pectines, qui sont des constituants de la fibre et qui sont responsable à la fois du caractère hydrophile et du retard de prise de la pâte cimentaire.

Les différentes étapes du traitement sont résumées comme suit :

- (a) Immerger 10 g de fibres naturelles dans 1.5 L d'eau robinet, et laisser le mélange sur la plaque chauffante pendant une période de 45 minutes.
- (b) Une fois la durée de l'infusion écoulée, les fibres ont été récupérées grâce à un processus de filtration. Par la suite, les fibres ont été conservées pendant 48 h dans la température ambiante du laboratoire, puis reconduites à une seconde infusion. La seconde infusion a été mise en place pour valider l'efficacité du traitement.

Remarques :

- Pour le même traitement, on a utilisé deux dosages de fibres, 10 g et 20 g. L'objectif de cette approche est d'évaluer l'effet de l'infusion sur la concentration des fibres.

3.3.2.3 Traitement avec de la fumée de silice

Afin d'accroître la durabilité des fibres végétales dans la matrice cimentaire, les filaments cellulosiques ont été imprégnés dans la résine hydrophobe pendant une période de 10 minutes. Par la suite, elles ont été imbibées dans la fumée de silice pendant 24 h. Une fois les fibres sèches, elles ont été associées à la matrice cimentaire et conservées plus de 20 mois dans deux types de cures, sèche et humide. L'objectif de ce traitement est de créer une fine couche protectrice autour des fibres afin d'empêcher l'intrusion de la portlandite et des hydrates dans les fibres végétales.

3.3.3 Préparation des pâtes cimentaires

Afin d'étudier l'interaction des particules issues de l'infusion des fibres et la matrice cimentaire, plusieurs pâtes ont été préparées. Les différents liquides issus de l'infusion des fibres ont été utilisés comme eau de gâchage. Les pâtes fabriquées sont formulées avec un rapport E/C de 0,5. La calorimétrie et le comportement rhéologique des mélanges sont mesurés.

3.3.4 Préparation et mûrissement des mortiers fibrés

Avant le malaxage, les fibres végétales ont été saturées pendant 24 h avant d'être ajoutées aux mélanges. Les mélanges de mortier ont été préparés selon la séquence de mélange indiquée dans le **Tableau 3-7**. Après le malaxage, les mélanges ont été placés dans des moules prismatiques de dimension de 4 x 4 x 16 cm³ puis ils ont été conservés dans différentes cures jusqu'à l'âge des essais.

Tableau 3-7 : Séquence de malaxage des mortiers fibrés.

-	Introduire le sable	Ajouter le ciment	Ajouter les fibres	Ajouter l'eau		Raclage de la cuve	Arrêt	/
Durée (s)	-	30	30	30	60	15	75	60
Vitesse de malaxage	Arrêt	Lente	Lente	Lente	Rapide	Arrêt		Rapide

Afin de prendre en considération le caractère hydrophile des fibres végétales dans la matrice cimentaire, les échantillons sont conservés dans deux types de cures : i) cure 1 : les échantillons ont été conservés à la température ambiante du laboratoire. ii) cure 2 : les échantillons sont conservés dans la chambre humide du laboratoire à une humidité relative de 100% à une température de 20 °C. L'objectif de la cure 1 est de pousser les fibres végétales à libérer l'eau absorbée. En effet, les fibres végétales absorbent d'importantes quantités d'eau et le libèrent lorsque le taux d'humidité est moins important. Ainsi, lorsque les fibres végétales sont utilisées comme matériaux de renfort dans la matrice cimentaire, le relâchement de l'eau absorbée permet d'offrir une cure interne à la matrice cimentaire, ce qui se traduit par des meilleures propriétés mécaniques du composite.

3.3.5 Préparation et mise en place des mortiers fibrés à faible conductivité thermique

Avant la préparation des mortiers fibrés, les fibres végétales (PS and HF) sont imprégnées pendant 24 h dans l'eau du robinet. Une fois les fibres saturées, elles ont été récupérées puis filtrées. Par la suite, elles ont été ajoutées à la chaux et à l'eau pour la fabrication des composites. La préparation des mélanges a été effectuée en utilisant un malaxeur rotatif, le protocole du malaxage suivi est décrit comme suit :

- Introduction de l'eau dans la cuve du malaxeur.
- Ajout des fibres et malaxage pendant 30 s.
- Ajout de la moitié du liant (chaux) et malaxage pendant 60 s.
- Ajout de la deuxième moitié du liant et malaxage pendant 60 s.
- Raclage de la cuve et repos pendant 120 s.
- Malaxage pendant 60 s.

Une fois le malaxage terminé, les mélanges sont placés dans des cubes de dimensions 15 x15 x 15 cm³ et dans des prises de dimension 10 x 10 x 40 cm³. Après un âge 7 jours, les échantillons sont conservés dans une chambre climatique à température et humidité relative régulées (T = 20 °C and RH = 50%). Les mortiers fibrés sont sujets à une large campagne de caractérisation décrite dans la section **3.3.9**.

3.3.6 Préparation et mise en place des mortiers hybrides

Les mortiers hybrides sont des mélanges de fibres, de billes en polystyrène, de l'eau et de la chaux aérienne. Il est difficile d'assurer une bonne homogénéité du mélange si on ne prend pas en considération le caractère hydrophile des fibres végétales et la faible densité des billes en polystyrène. Les fibres végétales sont saturées avant leur ajout dans le mélange. Par ailleurs, avant la fabrication des composites, les billes en polystyrène ont été mélangées à leur état sec avec le liant (chaux aérienne), comme montré dans la **Figure 3.6**. La préparation des mélanges a été effectuée en utilisant un malaxeur rotatif et le protocole du malaxage suivi et décrit comme suit :

- Introduction de l'eau dans la cuve du malaxeur.
- Ajout des fibres et malaxage pendant 30 s.
- Ajout de la moitié du liant (chaux) et des billes en polystyrènes, puis malaxage pendant 60 s.
- Ajout de la deuxième moitié du liant et des billes puis malaxage pendant 60 s.
- Raclage de la cuve et repos pendant 120 s.
- Dernier malaxage pendant 60 s.



Figure 3.6 : Homogénéisation des billes en polystyrène.

Une fois le malaxage terminé, la mise en place des mortiers hybrides est la même que celle des mortiers fibrés destinés à l'isolation thermique (**section 3.3.4**).

3.3.7 Essais de caractérisations des fibres

3.3.7.1 Résistance à la traction

Les essais de traction ont été réalisés en utilisant une machine de traction Zwick/Roell Z 050. Les propriétés mécaniques des fibres de palmier ont été déterminées conformément à la norme **ASTM C1557-14** [3]. La charge de cellule utilisée est de 5 N, alors que la vitesse de traversée a été réglée à 2 mm/min.

3.3.7.2 Isotherme de sorption

Les isothermes de sorptions des fibres végétales ont été mesurées en utilisant l'équipement Belsorp aqua 3 comme montré sur la **Figure 3.7**. Cet équipement mesure automatiquement la variation du volume de la vapeur de l'eau adsorbée ou désorbée par l'échantillon, et ce pour une température fixe. L'utilisation de cet équipement permet de réduire considérablement le temps de mesure en utilisant des échantillons de faibles dimensions et un débit de vapeur d'eau dynamique [4].



Figure 3.7: Belsorp auqa 3 [4].

3.3.7.3 Microscopie électronique à balayage

La morphologie des fibres végétales a été étudiée en utilisant un microscope électronique à balayage (MEB) S-4700 de marque Hitachi. Lors des observations microscopiques, le mode environnemental a été utilisé pour éviter la dégradation des fibres. Il est utile de noter que lors des observations microscopiques, les fibres ont été utilisées à leur état naturel (sans métallisation).

3.3.8 Essais de caractérisations des pâtes

3.3.8.1 Calorimétrie

La calorimétrie a été réalisée sur des pâtes cimentaires formulées avec un rapport E/C de 0,5. Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un calorimètre isolé à l'air TMA. Les mesures calorimétriques ont été effectuées conformément à la norme **ASTM C 1702** [5].

3.3.8.2 Rhéométrie rotationnelle

Le comportement rhéologique des pâtes cimentaires fabriquées avec les liquides issus de l'infusion des fibres a été étudié. Les caractéristiques rhéologiques de ces pâtes ont été déterminées à l'aide du rhéomètre MCR-302 de marque Anton Paar. Plusieurs types de mesures rhéologiques peuvent être effectuées avec cet appareil. Dans notre cas, on se focalise sur la rhéologie rotationnelle (système rotationnel). Le protocole de mesure utilisé a été optimisé dans le laboratoire de rhéologie de l'Université de Sherbrooke [6]. Le Protocole utilisé est décrit dans la **Figure 3.8**. Il s'agit d'un protocole descendant, c'est-à-dire on commence par un

précisaillement pendant 2 minutes avant d'enchaîner les taux de cisaillement entre 200 s^{-1} et $0,27 \text{ s}^{-1}$.

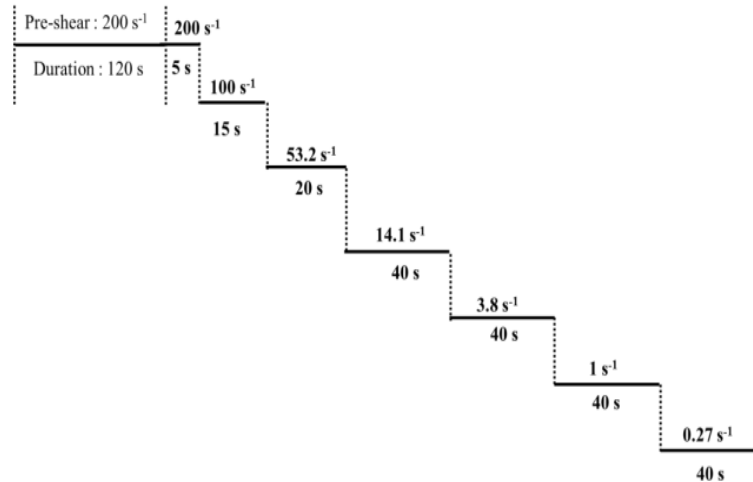


Figure 3.8 : Protocole de rhéologie rotationnelle des pâtes.

3.3.9 Essais de caractérisations des mortiers

3.3.9.1 Conductivité thermique

En ingénierie du bâtiment, la mesure de la conductivité thermique est très importante, car elle fournit des informations sur la capacité d'isolation des matériaux. Dans cette étude, la conductivité thermique a été mesurée à trois différentes températures de 10 °C , 23 °C et 40 °C en utilisant l'appareil λ -mètre Ep500e (**Figure 3.9**). Ce dernier se base sur la méthode de la plaque chaude gardée [7, 8]. Les mesures ont été réalisées sur des échantillons de dimensions $5 \times 5 \times 5 \text{ cm}^3$.

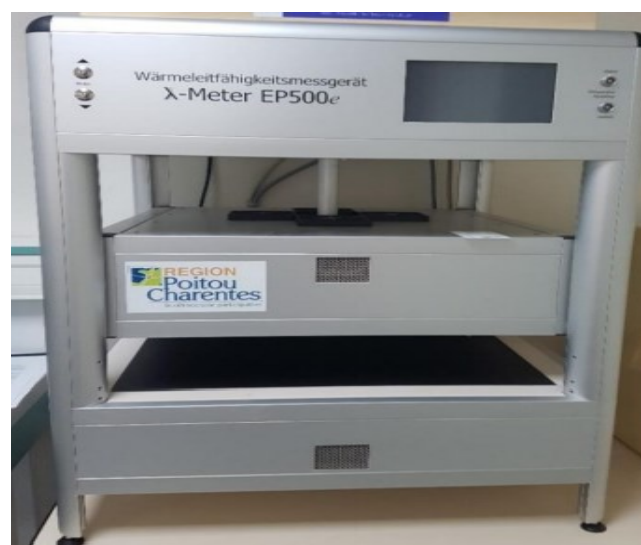


Figure 3.9 : λ -Meter EP500e.

3.3.9.2 Isotherme de sorption

Les isothermes de sorption-désorption des mortiers fibrés et hybrides ont été mesurées en utilisant l'appareil ProUmid SPS (**Figure 3.10**). Cet appareil entièrement automatisé se base sur le principe de la méthode gravimétrique. Les mesures des isothermes ont été effectuées sur des échantillons cubiques de dimensions 1 cm^3 . Les échantillons ont été placés dans la chambre climatique de l'appareil et exposés à différents niveaux d'humidité relative à une température de 23°C . Les isothermes d'adsorption/désorption ont été obtenues à partir de la variation de masse (gain/perte) des échantillons à l'équilibre.



Figure 3.80: Sorptions Prüfsystem (SPS).

3.3.9.3 Pouvoir de tampon à l'humidité (MBV)

La capacité de tampon hydrique, communément appelée Moisture Buffer Value (MBV), est la capacité du matériau à absorber et à libérer l'humidité. Cette propriété est un indicateur de la capacité du matériau à modérer les variations de l'humidité à l'intérieur d'un bâtiment. La capacité de tampon des mortiers fibrés a été mesurée selon le projet Nordtest [9]. Le principe consiste à exposer les échantillons à des cycles quotidiens d'humidité relative. Les cycles imposés aux échantillons sont représentatifs des cycles rencontrés dans les bâtiments. Les échantillons d'essais ont été soumis à des humidités relatives de 75% et 33% avec un temps d'exposition de 8 h et 16 h respectivement. Avant les cycles d'humidification, les échantillons ont été préalablement conditionnés à 23°C et à 50% d'humidité relative jusqu'à l'équilibre. Le projet Nordtest classe les matériaux en fonction de leur MBV, comme le montre la **Figure 3.11**.

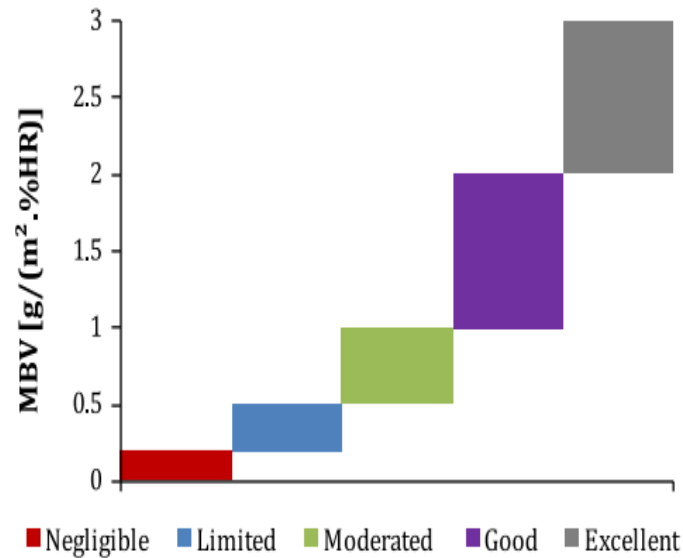


Figure 3.91 : Classification Nordtest des matériaux en fonction du MBV [9].

3.3.9.4 Porosité à l'eau et résistances mécaniques

La porosité à l'eau des mortiers fibrés a été mesurée conformément à la norme **AFPC-AFREM** modifiée [10]. Les résistances à la flexion et à la compression ont été mesurées conformément aux normes **NF B 51-008** et **ASTM C 109** [11, 12]. Les essais sont réalisés après 7, 14 et 28 jours de murissement. Pour chaque âge, une moyenne de trois essais a été calculée.

3.4 Conclusions

La méthodologie, le choix des matériaux et les techniques utilisées contribueront à la compréhension et à l'analyse des résultats obtenus. La caractérisation des fibres végétales avant et après traitement permettra d'évaluer l'effet des traitements sur les propriétés physiques, notamment l'absorption à l'eau des fibres végétales. De plus, le couplage des mesures hygrothermiques et mécanique des mortiers fibrés et hybrides permettront de mieux comprendre le comportement des fibres végétales dans les matériaux de construction en général.

3.5 Références

- [1] ASTM C778 20-30, American Society for Testing and Materials, Specifications for Standard Sand, ASTM International, 2017.
- [2] D. Sedan, C. Pagnoux, A. Smith, T. Chotard, Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/ matrix interaction, *European journal*. (2008) p 183–192,.
- [3] ASTM C1557-14, Standard test method for tensile strength and young's modulus of fibers standard test method for determination of tension, ASTM International, (2014).
- [4] M. Maaroufi, Modélisation des transferts hygrothermiques dans les matériaux poreux de construction- Indice de l'hystérésis, Thèse de doctorat, Université de La Rochelle, Décembre (2019).
- [5] ASTM C1702, Standard test method materials or measurement of heat flow of hydration for hydraulic cementitious using isothermal conduction calorimetry, ASTM International, (2017).
- [6] Y. Rifaai, Rhéologie des matrices hybrides composées de ciment et de géopolymère. Thèse de Doctorat, Université de Sherbrooke/ Université de Cergy Paris, Septembre (2020).
- [7] NF-EN12667, Performance thermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode flux métrique-Produits de haute et moyenne résistance thermique, (2001).
- [8] NF-EN12664, Performance thermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode fluxmétrique - Produits secs et humides de moyenne et basse résistance thermique, (2001).
- [9] C. Rode, R. Peuhkuri, B. Time, K. Svennberg, T. Ojanen, Moisture buffer value of building materials, *J. ASTM Int.* (5) P 1–12, 2007.
- [10] AFPC-AFREM, Durabilité des bétons-Mode opératoire recommandé : Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau, *Compte rendu des journées techniques AFPC-AFREM*, Toulouse, 11-12 décembre (1997).
- [11] NF B 51-008, French Association for Standardization, Static bending test - Determination of ultimate strength in static bending using small clear specimens, (2017).
- [12] ASTM C 109, Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars. ASTM International, (2018).

Chapitre 4 : Extraction, characterization, and performance evaluation of palm-stem fibers in cement-based materials

4.1 Avant-propos

➤ **Auteurs et affiliation**

Younes Zouaoui^{a, b*}, Ammar Yahia^a, Rafik Belarbi^b, Slimane Metiche^c

^a Department of Civil Engineering, Université de Sherbrooke, 2500 Blvd Université, Sherbrooke, Quebec, J1K 2R1, Canada

^b LaSIE La Rochelle Université-UMR7356 CNRS, France

^c Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, Alger, Algérie

- **Titre de l'article:** Extraction, characterization, and performance evaluation of palm-stem fibers in cement-based materials.
- **Journal:** Materials Today Communications
- **Statut:** Soumis (en cours d'évaluation).

4.2 Résumé

L'objectif de cette étude est d'extraire et de caractériser une nouvelle variété de fibres végétales à partir des tiges de palmier dattier (PS fibers) et d'évaluer les propriétés rhéomécaniques des matrices cimentaires incorporant ces fibres. Les fibres de palmier sont extraites et caractérisées avec succès et leurs performances dans les matériaux cimentaires sont évaluées. Les fibres végétales ont été soumises à plusieurs traitements chimiques pour réduire leur caractère hydrophile et accroître leur durabilité dans les milieux à pH élevé. Pour des fins de comparaison, des fibres de chanvre ont été utilisées (HF fibers). Les résultats montrent que les fibres de palmier (PS) ont une excellente résistance à la traction. L'utilisation des liquides issus de l'infusion des fibres PS augmente la viscosité apparente et la réponse pseudoplastique de la pâte de cimentaire. D'autre part, l'infusion des fibres a permis d'extraire les particules végétales présentes sur les fibres et responsables du retard de prise de la pâte cimentaire. De plus, les

résultats obtenus montrent que la présence des fibres PS augmente la résistance à la flexion des mortiers fibrés, et ce indépendamment du type de cure (sec humide). D'autre part, l'imprégnation des fibres végétales dans une résine hydrophobe a réduit leur caractère hydrophile. En outre, l'imprégnation des fibres végétales dans la résine hydrophobe puis son imbibition dans la fumée de silice s'est avérée efficace pour créer une couche protectrice à leur surface, ce qui contribue à améliorer leur durabilité dans une matrice à base de ciment. Cette couche protectrice empêche le dépôt de portlandite sur les parois et les cellules des fibres.

Mots-clés :

Matériaux cimentaires, fibres végétales, caractère hydrophile, traitements chimiques, durabilité, rhéologie.

4.3 Abstract

The objective of this investigation is to extract and characterize palm-stem fibers and evaluate their influence on the rheomechanical properties of cement-based materials. Palm-stem fibers successfully extracted and characterized for use in cement-based materials. Natural fibers have been subjected to several chemical treatments to reduce their high hydrophilicity and increase their durability. A hemp natural fiber was also evaluated for comparison purposes. Test results showed that palm-stems fibers have excellent tensile strength. The use of PS increased the apparent viscosity and pseudoplastic response of cement pate. On the other hand, the infusion of fibers allowed the extraction of components responsible for delaying the setting of cement-based materials. The PS increased the flexural strength of the mortar mixtures, regardless of the curing regime (dry vs humid). On the other hand, the impregnation of natural fibers in a hydrophobic resin reduced their hydrophilic character. Furthermore, the simultaneous impregnation of the natural fibers in a hydrophobic resin and then their soaking in silica fume suspension was shown to be effective in creating a protective layer on their surfaces, which can contribute in improving their durability in cement-based matrix. The protective layer that prevented deposition of portlandite on the walls and cell of fibers.

Keywords:

Cement-based materials, natural fibers, hydrophilic character, chemical treatments, durability, rheology.

4.4 Introduction

Fiber-reinforced concrete (FRC) is a composite material containing discontinuous, uniformly dispersed, and randomly oriented fibers. The incorporation of discrete fibers improves the engineering properties of concrete, including ductility, which is an essential property for structural elements in seismic regions [1,2,3]. Intensive researches have been conducted to highlight the beneficial effects of fibers on controlling plastic and drying shrinkages of concrete. This is essential to prevent cracking and reduce permeability and contaminants penetration, thus improving durability and service life of concrete. Indeed, the use of fibers in concrete can delay the appearance of cracks, decrease their width and spacing, prevent their propagation, and increase tensile strength as well as abrasion resistance [4,5, 6,7]. Fibers are also used to increase the load-bearing capacity of concrete and enhance the serviceability performance of damaged concrete elements, including post-peak behavior, tensile strength, flexural properties, ductility, and energy-dissipation ability [8,9,10,11]. The most used fiber types are steel, glass, and synthetic types. From an environmental point of view, these fibers are relatively costly and higher embodied energy. Also, fibers are made of carbon steel, which is not immune to corrosion. This can negatively affect its performance and durability of cast elements. Synthetic fibers, such as polyolefin, acrylic or carbon fibers are more durable [12,13,14]. They are chemically stable in alkaline environment and can partially replace steel reinforcement in concrete [15, 16]. Also, they possess good tensile, abrasion, and chemical attack resistances, as well as relatively low cost [17, 18, 19]. They are used in concrete footpaths, non-structural precast elements, and tunnel linings [20]. In addition to preventing the plastic shrinkage cracks, they improve the post-cracking behavior and energy-dissipation capacity of concrete elements under flexural, shear, and axial loadings [16]. However, their effects on the hardened properties of concrete are not significant [16]. The macro plastic fibers have cross section ranging between 0.6 and 1.0 mm², length between 30 and 60 mm, tensile strength between 300 and 600 MPa, and Young's modulus ranging between 4 and 10 GPa. On the other hand, the micro plastic fibers have diameters between 5 and 100 μm, and length between 5 and 30 mm. The construction sector uses huge volume of non-renewable resources. Considering the environmental constraints to design zero energy and/or zero carbon buildings, the use of added-value sustainable materials to reduce the cost and improve durability of concrete structures, while reducing its environmental impact, is inevitable. Finding alternatives to avoid depleting

raw materials, reducing the energy consumption, and improving the concrete properties using materials with low-environmental footprint is grasping great interest. The use of natural fibers, which are abundant in many countries, constitutes sustainable and cost-effective alternative to develop cement-based materials for durable constructions. In addition to their environmental and economic advantages, these fibers have good mechanical and thermal properties. Their handling and flexibility are some other advantages that make them very attractive alternative for steel fibers in concrete [21]. These fibers are derived from wood, vegetable leaves, and plants. Natural Fibers were recently used in cement paste, mortar, and concrete [22]. They showed comparable performance to glass fibers (GF) in terms of stiffness, tensile, and impact strength [21]. For example, the use of 0.8% and 1.5%, by volume, of natural fibers increased the bond strength development in mortar and concrete mixtures [23,24,25,26]. Furthermore, use of 0.3% flax fibers reduced the plastic shrinkage and decreased cracks width in concrete [27]. Also, the use of 1% cellulose fibers reduced drying shrinkage and cracks width [28]. On the other hand, the use of 2% and 16%, by volume, of hemp fibers increased the mechanical performance of composite, but reduced the bond stress by 20 to 50% [29]. On the other hand, the use of hemp concrete (HC) was very effective in sequestering significant amounts of CO₂ [30,31,32]. It was reported that 1 m³ of HC-wall was found to have a total carbon sequestration of 82.7 kg of CO₂ [33]. Natural fibers can also be used to improve thermal and phonic properties of cement-based materials. The presence of cellulosic filaments considerably reduced the thermal conductivity of cementitious materials [34]. For example, the thermal conductivity of hemp concrete is about 0.15 W/(m.K) compared to 2 W/(m.K) of conventional concrete [6,35,36,37,38]. In the case of hemp concrete having dry densities of 200 to 840 kg/m³, thermal conductivity values between 0.06 and 0.19 W/(m.K) were reported [39]. On the other hand, the partition walls made with cork and gypsum composites showed good thermal insulation properties and ability to reflect and absorb sound [40]. The cork fibers also improved thermal resistance of concrete but reduced its mechanical properties [41]. The corn's cob can achieve adequate thermal properties for building purposes [42]. On the other hand, the use of sheep wool showed adequate thermal and acoustic insulation properties under different exposure conditions [3]. However, the incorporation of natural fibers in cement-based material presents important challenges that should be highlighted to take advantage of their properties. For example, the biodegradable characteristics of natural fibers in high alkali environment can reduce their strength and toughness, which negatively impact their structural performance and

durability [43]. This is generally attributed to their hydrophilic character and hygrometry variation, which leads to their dimensional variation, creation of an interfacial zone, and loss of adhesion with the matrix. Furthermore, the high pH can degrade their various constituents, including cellulose, hemicellulose, lignins, and pectins. This is generally reflected by fragmentation of fibers [43, 44], hence influencing their performance. The fixation of Ca^{++} ions by pectin inhibits the growth of calcium silicate hydrates (CSH), which delay setting and strength development [23,45,46, 47]. Natural fibers showed great effect on workability of concrete, because of their high hydrophilicity and low density. The dosage of fibers, their length, as well as their orientation are other key factors affecting the workability and performance of fiber-reinforced cement-based materials [48]. In addition, orientation and dispersion of natural fibers in cement-based materials is challenging. The objective of this investigation is to evaluate the performance of date palm-stem fibers (PS) in cement-based materials. The experimental program was carried out in different successive phases, including extraction, characterization, and surface treatment. In addition to their physical characterization and surface treatment, the hydration heat and rheological properties of various cement paste mixtures prepared using liquids obtained from PS fibers infusion were evaluated. This was conducted to evaluate the influence of water-soluble particles on fresh and setting time and fresh properties of cement-based materials. The PS fibers were then incorporated in mortar-based mixtures to evaluate their influence on compressive and flexural properties. For comparison purposes, natural hemp fibers (HF) and synthetic polypropylene (PP) industrial fibers were also used. The surface treatment aims to reduce the hydrophilic characters and contribute in enhancing their durability in cement-based matrix.

4.5 Extraction and characterization of PS fibers

As reported in refence [49], first, palm-stems fibers (PS) are collected from date palms and cut into small lengths. They were then stored in a controlled room temperature for 48 hours before beginning the extraction process. Different grinding processes and durations were carried out using a disk mill to optimize the geometry of fibers **Figure 4.1** [49]. The best quality of fibers was obtained by using 30 g of PS and grinding for 60 sec.

In addition to the morphological characteristics determined using a scanning electron microscope (SEM) equipped with an Oxford Energy Spectroscopy (EDS), the tensile strength, elongation, and Young's modulus of PS fibers were determined according to the ASTM C1557-

14 specifications [50] using a proLine test machine, as shown in **Figure 4.2**. Tensile tests are carried out on specimens having a length of 6 cm. The physical characteristics of PS fibers are summarized in Table 1.



(a) Palm stems



(b) Cut palm stalk



(c) Mill components



(d) Palm stem fibers

Figure 4.1 : Different extraction steps of PS fibers [49].



Figure 4.2 : Tensile tests on PS fibers.

Tableau 4-1 : Physical properties of the investigated PS fibers.

-	Diameter (um)	E (GPa)	A (%)	Tensile (MPa)	Standard deviation (MPa)
PS fibers	<u>Min - Max</u> 200 - 426	<u>Min - Max</u> 20.2 - 35.8	<u>Min - Max</u> 1.64 - 2.60	<u>Min - Max</u> 229 - 804	105

As can be observed in Table 1, the investigated PS fibers have diameters varying between 200 and 426 μm . They showed excellent tensile strength value of up to 800 MPa and Young's modulus ranging between 20 and 36 GPa. These values are higher than those of jute, kenaf, sisal and coconut fibers

[51]. It is worthy to mention that the high standard deviation of the tensile strength measurements is probably due to the wide range of fiber diameters and their structure, including composition, size, and micro fibrillar angle between the cellulose micro-fibrils and the revolution axis of fibers. It is reported that the mechanical behaviour of the secondary wall is related to the micro-fibrillar angle [52]. Greater fibrillary angle can result in higher ductility under axial stress. On the other hand, low micro-fibril angles will result in elastic behavior and higher brittle response [53]. The microscopic images **Figure 4.3** revealed a rough and porous structure with the presence of lignin and pectin on the fiber's surface. The presence of amorphous and hydrophobic lignin provides rigidity, impermeability, and resistance to decomposition of fibers. On the other hand, the presence of pectin (polysaccharides) can provide high flexibility and hydrophilicity of PS fibers. However, the presence of pectin can considerably affect durability of the composites due to their hygroscopic and thermolabile natures [53].

From the SEM image (**Figure 4.3 c**), it is clear that both pectin and lignin are deposited on the surface of the cellulose fibers. Furthermore, from (**Figure 4.3 d**) it was observed the presence of cavities in the cellulose fibers. According to research carried out on this axis [54], it was observed that the pores of the flax shives are organised in parallel capillaries oriented in the direction of plant growth. In addition, these capillaries are connected to each other by small cavities. This porous and complex structure allows the damping of heat transmission in the flax shives, which consequently gives it a low thermal conductivity and, on the other hand, increases water absorption and transfer capacities. The SEM image **Figure 4.4** shows a cross-section of PS fibers. It is clear that PS fibers comprise many elementary fibers. The cross-section of the observed PS fibers is almost similar to the coir fibers [55]. The figure (**Figure 4.4**) shows an opening in each elementary fiber, which is commonly called the lumen. Indeed, natural fibers have a very complicated cellular structure, and are themselves composite materials reinforced by cellulose fibers in an amorphous matrix of lignin and hemicellulose. An individual fiber consists of a few fibrils [55]. Each cell consists of 2 main cell walls: primary and secondary, the secondary wall being composed of 3 layers SI, S2 and S3. Each cell wall contains a matrix of lignin and hemicellulose, surrounded by cellulose microfibrils.

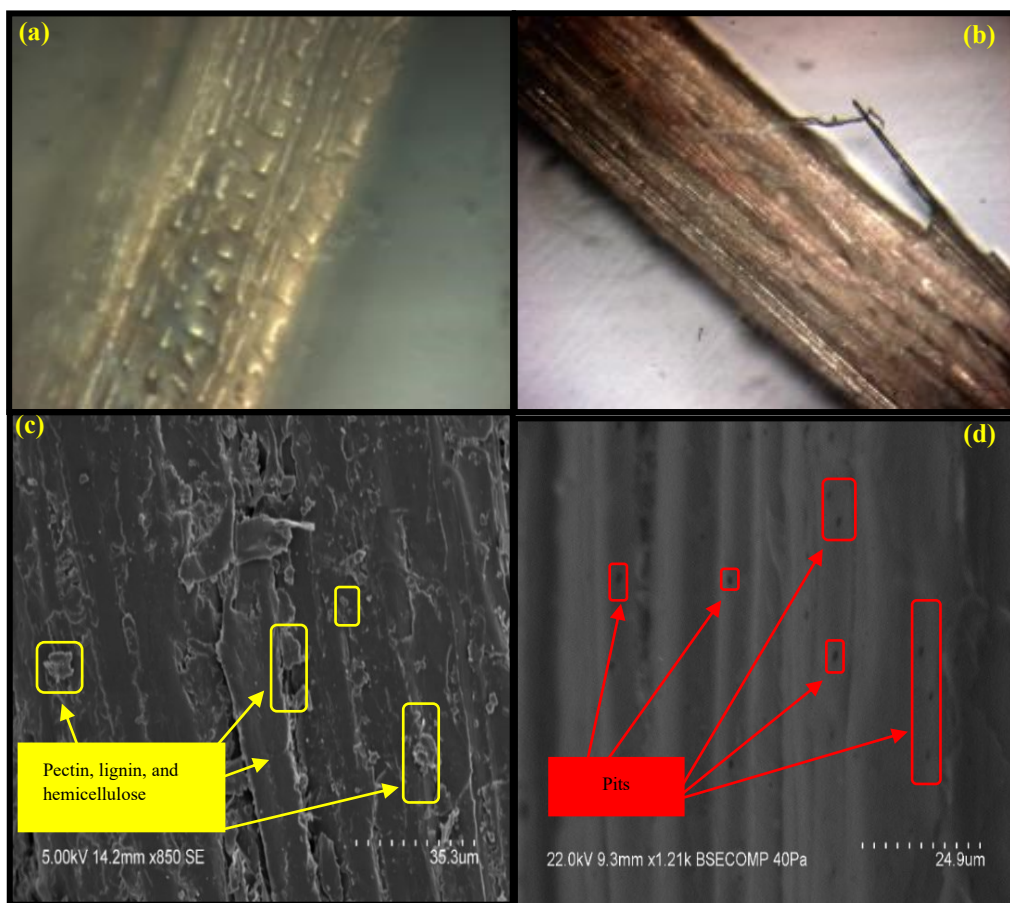


Figure 4.3 : SEM images of PS Fibers.

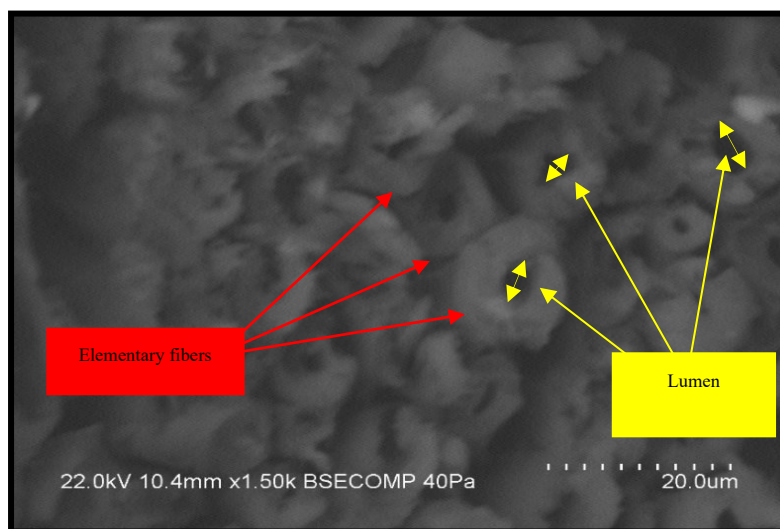


Figure 4.4 : SEM cross-section of PS Fibers.

Although both PS and HF fiber types showed hydrophilic characters (**Figure 4.5**), the PS fibers showed a relatively higher water absorption (160%) compared to HF (154%). This is consistent with data reported in literature [25,56,57]. The high-water absorption of PS fibers may be related to their hemicelluloses and pectin contents. Hemicelluloses are hydrophilic and can contribute to the absorbed water of fibers. In addition, the microporous structure of fibres influences the water absorption [58,59].

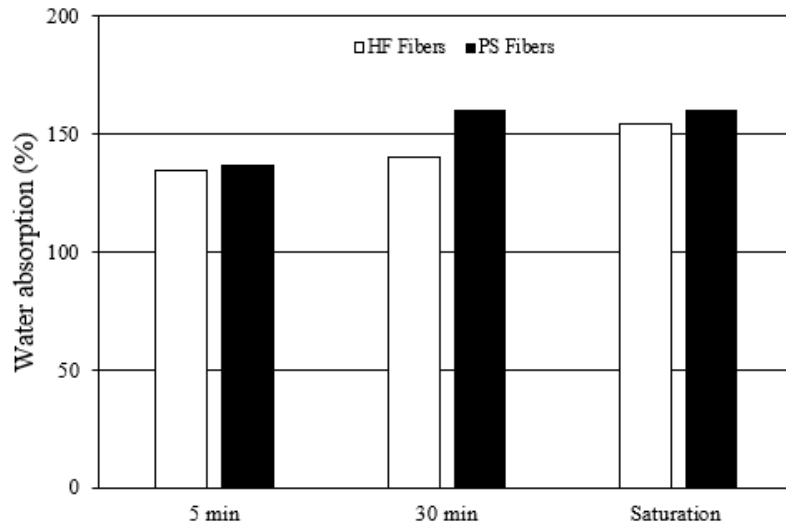


Figure 4.5 : Water absorption of PS and HF fiber types.

4.6 Effect of PS fibers on hydration heat of cement paste

The effect of PS fibers on the hydration heat and rheology of cement paste was evaluated. First, representative samples of fibers (PS and HF types) were immersed in 1.5 L of water and boiled during 45 min, then the filtrated liquid was collected. For each type of fiber, two different quantities of 10 g and 20 g were used to carry out the first infusion. These quantities correspond approximately to fiber dosages of 1% and 2%, by volume. After 45 min, a filtration process was carried out to collect the filtrated liquid. The infused fibers were kept at room temperature for 48 hours and then used for as second infusion. The filtered liquid was collected and referred to infusion 2 (**Figure 4.6**). This was carried out to validate the efficiency of the first infusion process.

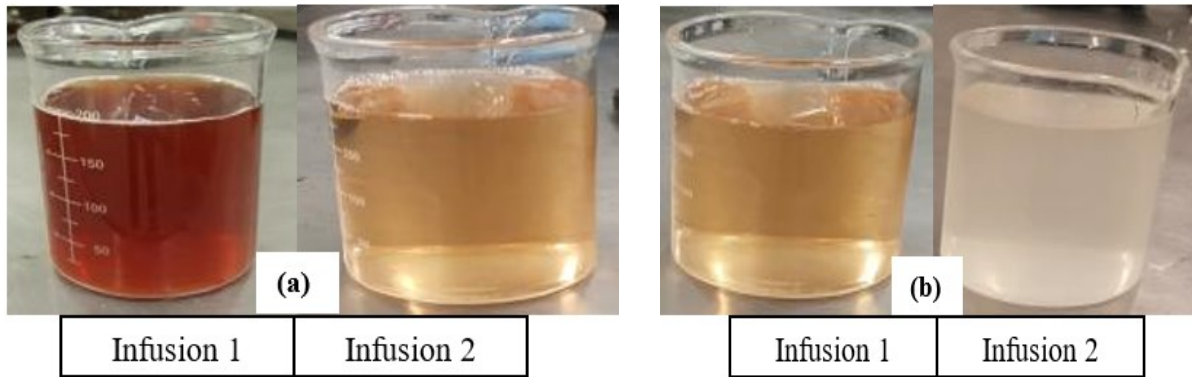


Figure 4.6 : Liquid filtered after infusion of fibers a) PS and b) HF.

The effect of infusion liquids (**Figure 4.6**) on the hydration heat and rheology of cement paste mixtures was evaluated. Calorimetry measurements were performed using a TAM air-insulated calorimeter according to the ASTM C1702 [58] specifications. The investigated mixtures were proportioned using a general use cement (GU) complying with the ASTM C150 [59] specifications and a fixed water-to-cement ratio (w/c) of 0.50. The physical and chemical compositions of GU are summarized in **Tableau 4-2**. On the other hand, the instantaneous hydration and cumulative heat values of cement paste mixtures made with the filtered liquids from PS and HF fibers are presented in **Figures 4.7** and **4.8**, respectively.

Tableau 4- 2 : Chemical composition of cement GU.

(%)	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	Other oxides
GU	20.4	0.2	4.4	2.5	2.1	62.0	0.0	0.8	3.8	0.2

be due to the alkaline hydrolysis of polysaccharides, which is an exothermic reaction, and impurity content. As reported in literature, this is common in high-purity nano-cellulosic and bacterial nanocellulose medium [60,61]. Furthermore, the second filtered liquid showed greater instantaneous heat flux compared to the first one. This may reflect the complete hydrolyzation of polysaccharides and presence of impurities in the second filtered liquid in a high pH alkaline environment.

Cement paste mixtures prepared with filtered liquid from PS fibers resulted in higher dormant period compared to those made with HF fibers and reference mixtures, regardless of infusion duration (1st or 2nd infusion). However, the use of the liquid from the first infusion resulted in longer dormant period. This reflects that the polysaccharide and impurity delaying the cement hydration were mostly extracted in the first infusion. On the other hand, the increase of fibers from 10 to 20 g leads to a significant delay in setting time of cement paste (**Figure 4.8**). This is mainly due to the higher polysaccharide and impurity contents. This increase is more important in the case of PS than HF fiber type. The presence of polysaccharides can form a protective layer around cement particles, which contribute in delaying cement hydration and setting [23, 45,46,47]. The cement hydration can also be delayed due to the presence of pectin [29].

Although the filtered liquids delayed the cement hydration, dissolved particles from natural fibers did not delay the early-age strength development, regardless of the age, as shown in **Figure 4.9**. Indeed, the use of filtered (second infusion) liquid from both PS and HF fibers resulted in similar compressive strength than the reference paste made with pure water. It is worthy to mention that the compressive strength was determined on 5 x 5 x 5 cm³ specimens cured at 100% relative humidity and ambient temperature of 22 ± 1 °C. The tests were carried out in accordance with the ASTM C 109 specifications [64].

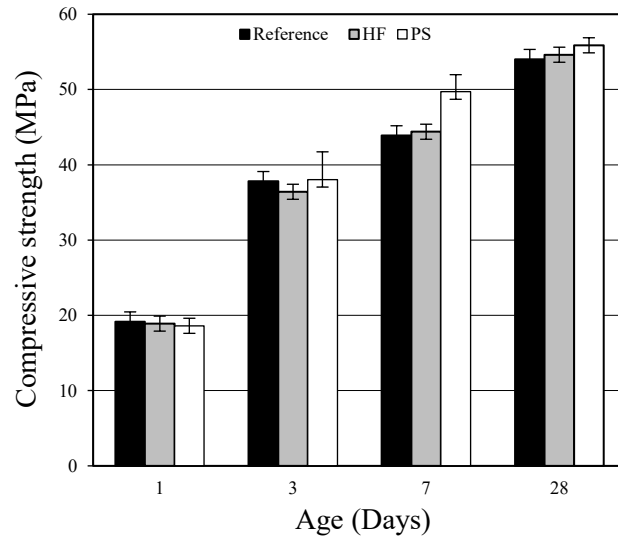


Figure 4.9 : Variation of the compressive strength of paste mixtures proportioned with the second infused liquid.

4.7 Effect of PS fibers on rheology of cement paste

The rheological measurements were assessed using a coaxial-cylinders rheometer with serrated surfaces. The diameters of the outer and inner cylinders are 28.911 mm and 26.660 mm, respectively, hence providing a shear gap of 1.126 mm. The rheological measurements were carried out at 10 minutes and 1 hour after the first contact between liquid and cement. All the rheological measurements were carried out at a controlled temperature of 25 °C. The flow curves of the investigated cement paste mixtures were determined by applying a pre-shear of 200 s⁻¹ for 120 s. The shear rate is then decreased by steps to determine the descending flow curve. The duration of each shear step was optimized to ensure a complete breakdown. The yield stress and plastic viscosity values were estimated using the modified Bingham model Eq 4.1:

$$\tau = \tau_o + \mu_p \dot{\gamma} + C\dot{\gamma}^2 \quad (\text{Eq 4.1})$$

where τ_o is the shear stress (Pa), μ_p is the plastic viscosity (Pa.s), and $\dot{\gamma}$ is the shear rate (s⁻¹).

The flow curves and variation of apparent viscosity of the investigated paste mixtures made with filtrated liquids from PS and HF fibers are presented in **Figures 4.10 and 4.11**.

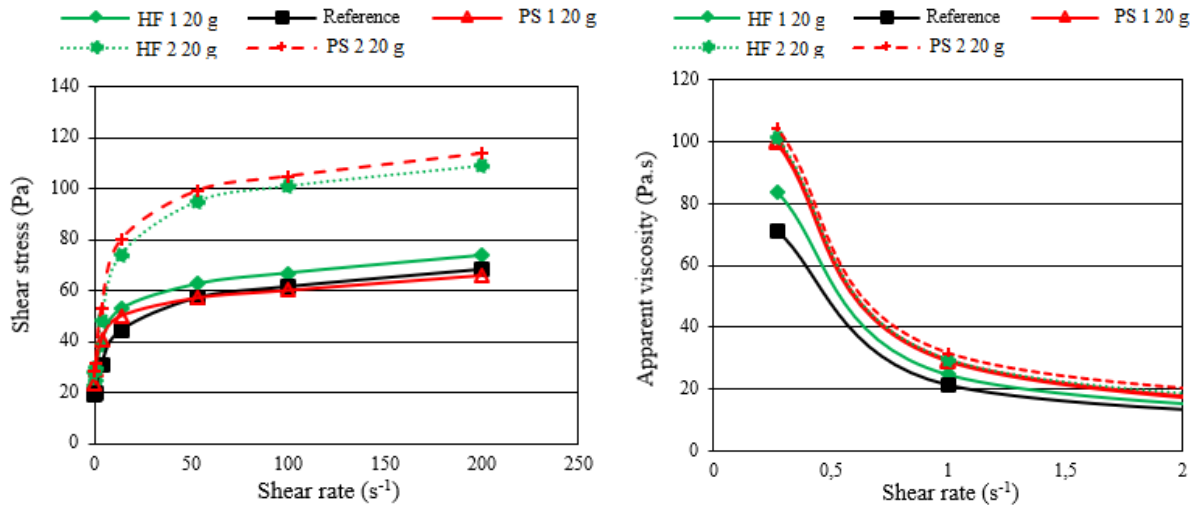


Figure 4.10 : Flow curves and apparent viscosity of the investigated cement paste mixtures made with PS and HF fibers at 10 minutes of age.

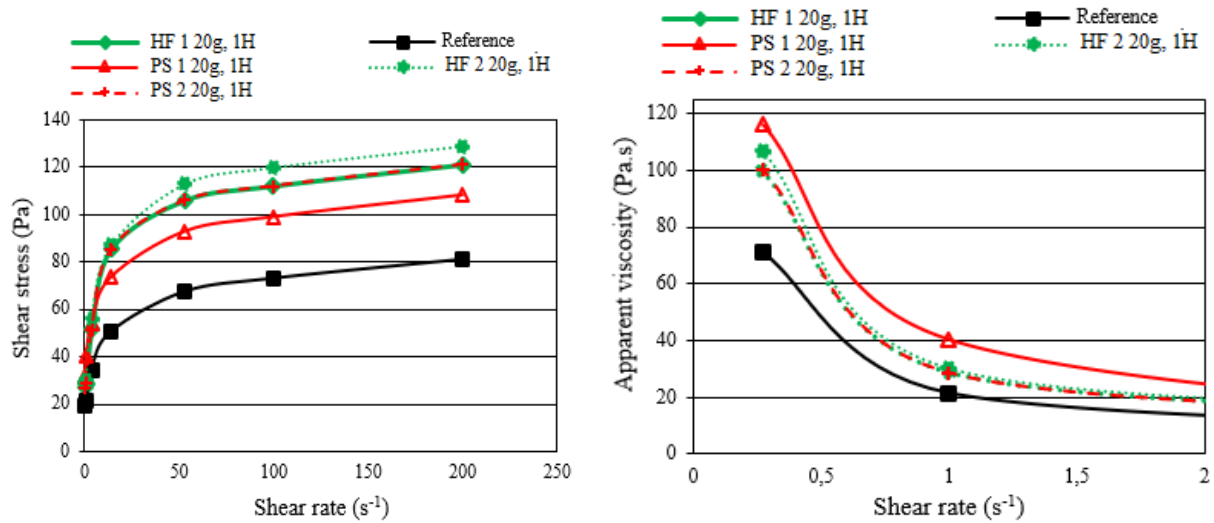


Figure 4.11 : Flow curves and apparent viscosity of the investigated cement paste mixtures made with PS and HF fibers at 60 minutes of age.

The obtained results revealed that the use of filtered liquid (1st or 2nd infusion) resulted in higher shear stress (flow resistance) of cement paste mixtures, especially after 60 min of age. This resulted in relatively higher apparent viscosity at low shear rate and pseudoplastic response, regardless of the duration of infusion. The presence of polysaccharide and impurities contributes in increasing the contact points between particles, hence increasing the flow resistance, i.e. shear stress. However, the

system exhibited pseudoplastic response under shear due to greater inter-particles distance. Further analysis, such as liquid chromatography (LC) or Fourier Transform InfraRed spectroscopy (FTIR), can provide further details on the chemical composition of filtered liquids.

4.8 Effect of PS fibers on flexural strength of cement-based mortar

The effect of PS fiber on flexural strength development of mortar mixtures was investigated. The mortar mixtures were proportioned using a GU cement and a fixed *w/c* of 0.485. An alluvial sand was used at a sand/cement ratio of 2.7. The investigated mixtures incorporated different fiber contents corresponding to 0.5, 1, 1.5, and 2.0%, by volume. The PS and HF fibers were first saturated for 24 hours prior to their incorporation in the mixtures. The mortar mixtures were prepared according to the mixing sequence shown in **Tableau 4-3**. Immediately after mixing, various 4 x 4 x 16 cm³ prismatic molds were sampled to determine the flexural strength. After 24 hours of curing, the prisms were demolded and cured according to two different curing methods: (i) the samples were cured in an ambient laboratory temperature (curing 1) and (ii) the samples were stored in 100% relative humidity chamber at constant temperature of 20 °C ± 2 °C until the age of testing (curing 2). The flexural strength was evaluated at different ages of 7, 14, and 28 days. The flexural tests were conducted in accordance with the NF B 51-008 specifications [65].

Tableau 4-3 : Mixing sequence of fiber-reinforced mortar mixtures.

-	Introduce the sand	Add cemen	Introduce the fibers	Introduce the water		Scraping the tank	Rest	/
Duration (s)	-	30	30	30	60	15	75	60
Mixing speed	Stop	Slow speed	Slow speed	Slow speed	Fast speed	Stop		Fast speed

The flexural strength of mortar samples incorporating PS, HF, and PP fibers, and cured in dry (curing 1) and humid conditions (curing 2) are summarized in **Figure 4.12** and **Figure 4.13**, respectively.

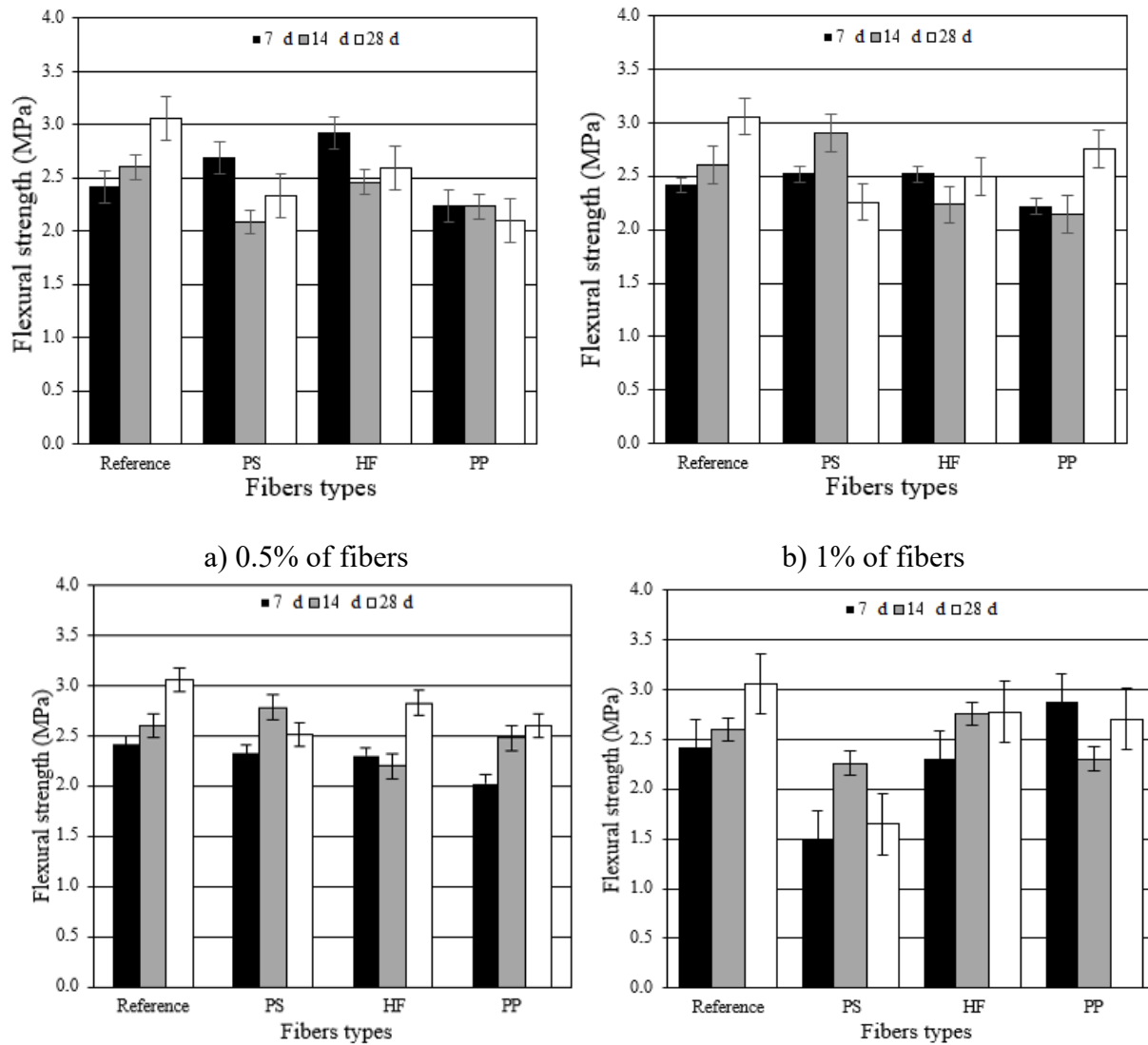


Figure 4.12 : Flexural strength of mortar containing different fiber contents and cured in dry conditions (curing 1).

As can be observed in (**Figure 4.12 a**), the use of 0.5% PS and HF fibers increased the flexural strength of mortar mixtures after 7 days under dry curing compared to the control mixture. Both PS and HF showed comparable flexural strength values. The increase in flexural strength may be due to the contribution of released water to cement hydration and flexural strength improvement. In this case, natural fibers contribute to the internal curing of the matrix, thus enhancing bonding between the fibers and matrix. The PS fibers showed comparable or higher performance than HF and PP fibers. However, this beneficial effect seems to disappear after 7 days of curing. Indeed, the mixtures

containing naturel fibers exhibited lower flexural strength after 14 and 28 days of age. On the other hand, the use of higher dosage of 1% fiber (**Figure 4.12 b**) resulted in higher flexural strength in the case of PS fiber, but lower strength in the case of HF and PP fibers. Further increase of fibers dosage to 1.5 and 2.0% resulted, in general, in lower flexural strength developement, regardless of the age. This can be due to the relatively high amount of released water that increased the w/c ratio. The clumping and lack of fibers distribution can induce a loose arrangement, hence increasing the inter-particles distance and decreasing the mechanical performance of the matrix.

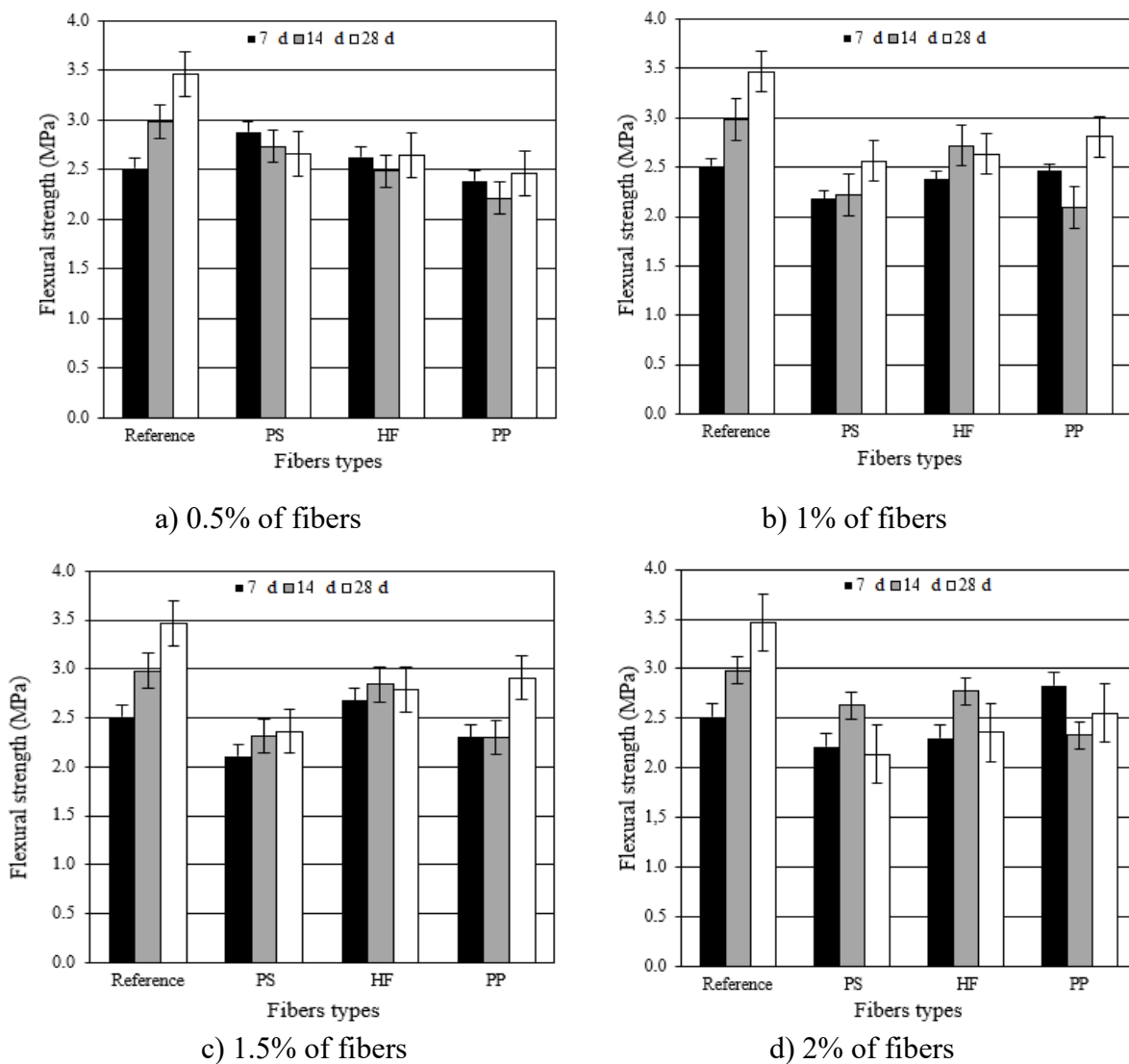


Figure 4.13 : Flexural strength of mortar mixtures containing different dosages of fibers and subjected to wet curing (curing 2).

Except for the mortar mixtures containing 0.5% of PS and HF fibers and cured for 7 days, all the fiber types resulted in lower flexural strength of mortar subject to wet curing, regardless of the age. Indeed, an increase in flexural strength by 11.5% and 10.5% was recorded in the case of 0.5% PS and HF fibers, respectively. However, after 14 and 28 days of curing, a significant reduction in flexural strength was observed. The flexural strength values of mortar mixtures containing 1.5% and 2% of fibers (**Figure 4.13 c and d**) lower than the references mixtures, regardless of the age. This behavior may be due to the over-saturation of fibers. In the case of relatively short period of curing (7 days), the desorbed water contributed to the hydration of cement. However, after longer period (14 and 28 day), the fibers may undergo expansion due to the absorbed water, hence affecting their orientation and clumping in the matrix. On the other hand, during desorption process, their volume variation can induce debonding with the matrix and reduce the flexural strength development.

4.9 Effect of fibers treatment on their physical characteristics

Both PS and HF fibers have been subjected to surface treatments to reduce their hydrophilicity and improve their durability in alkaline environment. A combined treatment of fibers is adopted. First, the cellulosic filaments were impregnated in a hydrophobic resin to reduce their hydrophilicity, and then imbibed in silica fume to protect the fiber cell and prevent the formation of portlandite insides them. The physical and chemical compositions of silica fume are summarized in **Tableau 4.4**.

Tableau 4- 4 : Chemical composition of silica fume.

(%)	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	Other oxides
Silica fume	94.2	0.0	0.3	0.1	0.3	0.8	0.1	0.5	0.0	0.5

First, PS and HF fibers were impregnated in a hydrophobic resin for 10 minutes, and then dried in air for 2 hours. Fibers were then impregnated directly in silica fume solution for 24 hours. After surface treatments, the water absorption was determined and compared to the initial values determined before treatments **Figure 4.5**. The water absorption rate was calculated according to Eq. 4.2.

$$A (\%) = \frac{M_f - M_i}{M_f} \quad (\text{Eq 4.2})$$

where A is the of absorption rate (%), and M_i and M_f are the initial and final masses of fiber, respectively. The fibers were then dried and stored in a controlled room temperature.

As can be observed in **Figure 4.14**, the surface treatment reduced the water absorption for both fiber types. For example, in the case of PS fibers, after a saturation period of 30 min, the imbibition in resin for 10 min resulted in lowering the water absorption from 160% to approximately 32%. In the case of HF type, the water absorption reduced from 140% to 39%. This can be useful in enhancing their durability in cement-based matrices. Although the immersion of fibers till their saturation regime resulted in slight increase in water absorption, the treatment resulted in significant improvement in their water absorption.

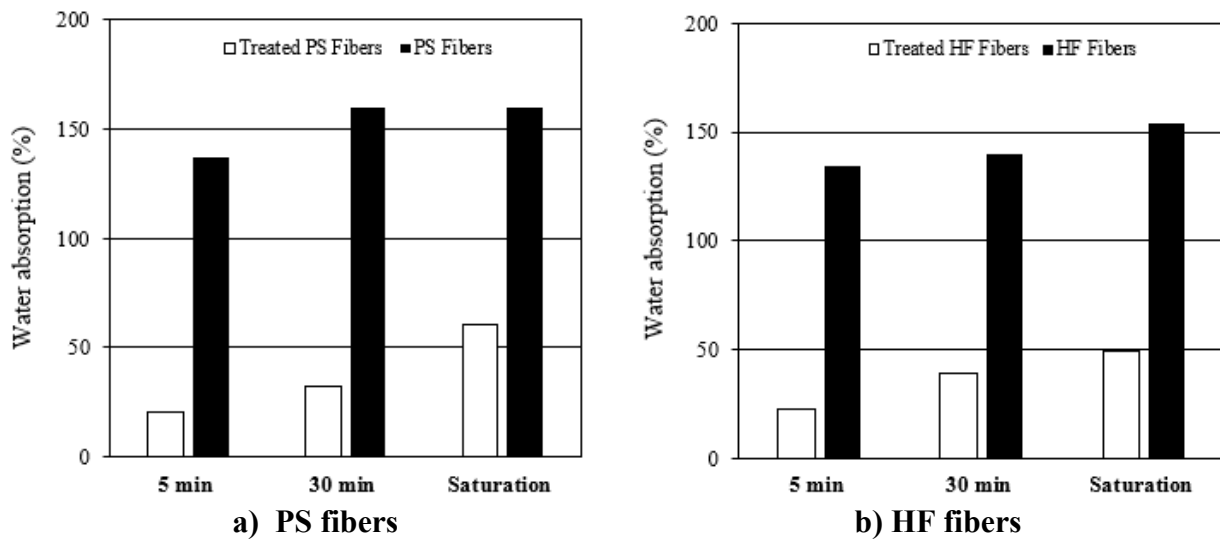


Figure 4.14 : Water absorption of PS and HF fiber types.

As can be observed in **Figure 4.15**, the use of PS fibers in cement-based matrix, which is an alkaline medium, resulted in the formation of portlandite and hydrates inside the fiber's microcells (**Figure 4.15 (a)**) and on the surface of the fiber (**Figure 4.15 (b)**) and caused their degradation [22,44,66,67]. However, the imbibition of PS fibers in silica fume suspension resulted in the formation of large amounts of C-S-H that are deposited on their surfaces **Figure 4.16 (a, b)**. As can be observed, no portlandite is detected due to the pozzolanic reaction of silica fume, hence consuming the available

portlandite. Impregnation of the Ps fibers in hydrophobic resin then their immersion in silica fume suspension created a thin protective layer of silica on their surfaces, which can promote the formation of C-S-H, reduce hydrophilicity, and improve durability of fibers. It is worthy to mention that energy dispersive spectroscopy (EDS) analysis were performed to identify the chemical composition of the formed on the surface of the fibers. Further investigations are on-going to evaluate the beneficial effect of such treatment on the mechanical properties of the composites.

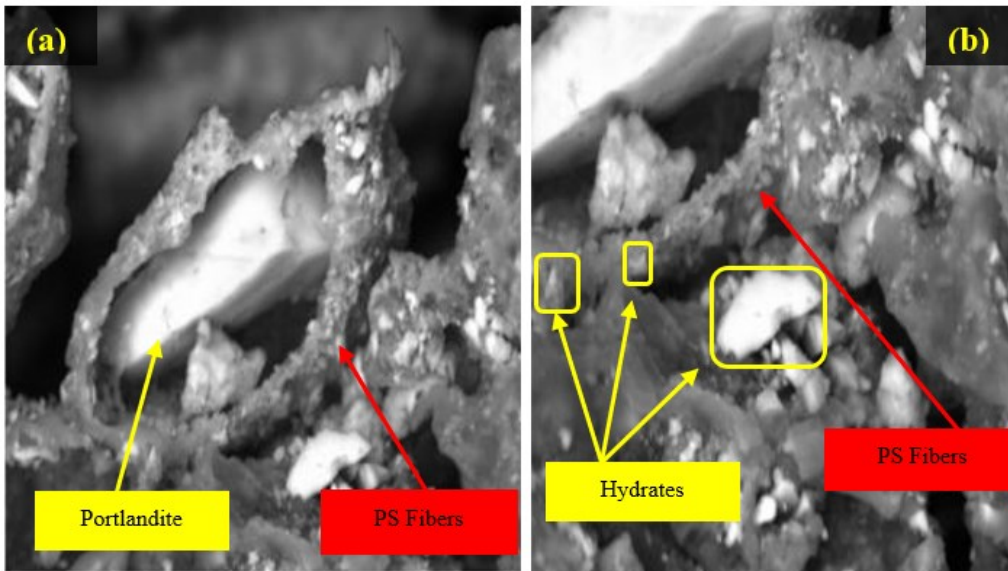


Figure 4.15 : Formation of portlandite and hydrates, including (a) inside the PS fibers (b) on the surface of the PS fibers.

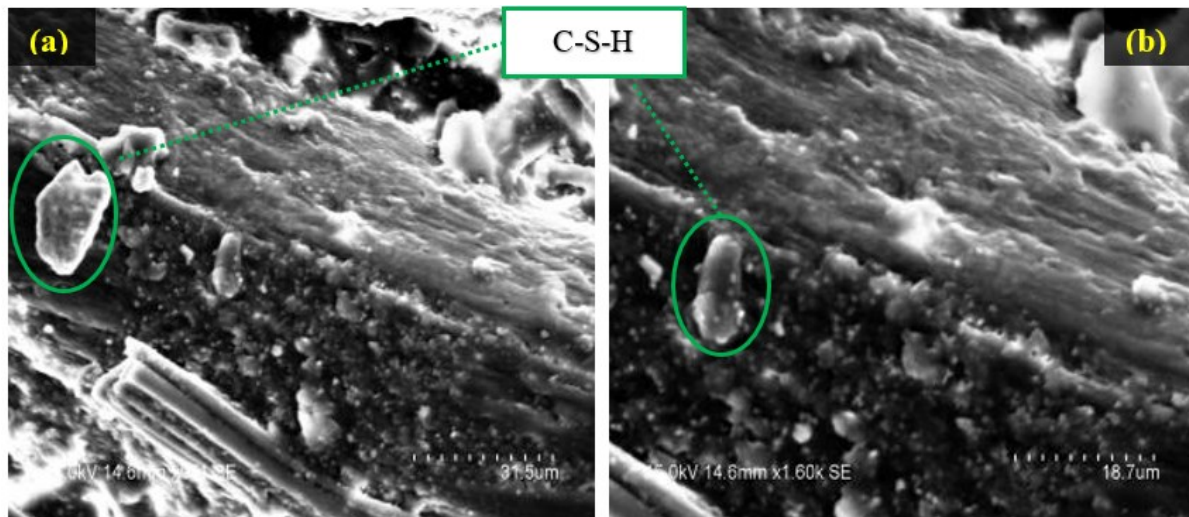


Figure 4.16 : SEM pictures including, (a, b) : PS fibers at different magnifications soaked in a silica fume suspension.

4.10 Conclusions

Natural palm-stem fibers were successfully extracted and characterized. Furthermore, their effect on cement hydration and rheo-mechanical properties of cement-based materials was evaluated. Based on the results presented in this paper, the following conclusions can be pointed out:

- Palm-stem fibers showed good tensile strength, but higher water absorption rate than hemp fibers.
- The infusion of natural fibers in boiled water was efficient to extract the fiber's constituents affecting the hydration kinetics and setting time of cement-based materials.
- The use of filtered liquids from PS fibers increased the dormant period of cement-based materials, However, the use of liquids from the second infusion of PS fibers has no detrimental effect on the development of compressive strength. The PS fibers showed greater effect in delaying the setting time than HF fiber.
- The filtered liquid from PS increased the apparent viscosity and pseudoplastic response of cement paste mixtures.
- PS fibers increased the flexural strength of mortar mixtures after 7 days of dry and wet curing. The PS fibers showed greater performance than HF type.

- The immersion of PS fibers in hydrophobic resin significantly reduced their water absorption by up to 82%. On the other hand, their imbibition in silica fume promoted the formation of CSH, which can improve their performance and durability in cement-based materials.

4.11 References

- [1] C.B. Liu, Seismic behaviour of beam-column joint subassemblies reinforced with steel fibers, PhD Theses. University of Canterbury. New Zealand 2006.
- [2] F. Buyle-Bodin, M. Madhkhan, Seismic behaviour of steel fibre reinforced concrete piles, *aterials and Structures*. 35 (2002) p 402–407.
- [3] H.D. Yun, S.W. Kim, E. Jeon, W. S. Park, Y.T. Lee, Effects of fibre-reinforced cement composites ductility on the seismic performance of short coupling beams, *Magazine of Concrete Research*. 60 (2008) p 223–233.
- [4] A. Bentur, S. Mindess, *Fibre Reinforced Cementitious Composites*. Second Edition Modern Concrete Technology. CRC Press. (2006) p 624.
- [5] A.C. Bordelon, J.R. Roesler, Spatial distribution of synthetic fibers in concrete with Xray computed tomography, *Cement Concrete Composite*. 53 (2014) p 35-43.
- [6] D.J. Hannant *Fibre cements and fibre concretes*, Wiley-Inter sciences. (1978) p 219.
- [7] S. Kakooei, H.M.D. Akil, M. Jamshidi, J. Rouhi, The effects of polypropylene fibers on the properties of reinforced concrete structures, *Constr. Build. Mater*. 27 (1) (2012) p 73-77.
- [8] C. Gong, W. Dingb, K.M. Mosalam, S. Günay, K. Soga, Comparison of the structural behavior of reinforced concrete and steel fiber reinforced concrete tunnel segmental joints, *Tunnelling and Underground Space Technology*. Volume 68 (2017) p 38-57.
- [9] R. Constanze, N. Balthasar, S. Saptarshi, K. Ramanjaneyulu, S. Voggu, Behaviour of fibre reinforced beam-column sub-assemblages under reversed cyclic loading, *Construction and Building Materials journal*. (2012) p 319-329.
- [10] N. Shajil, S.M. Srinivasan, M. Santhanam, An experimental study on self-centering and ductility of pseudo-elastic shape memory alloy (PESMA) fiber reinforced beam and beam-column joint specimens, *Materials and Structures*. 49 (2015) p 783–793.
- [11] k. Thibaut, Influence de l'orientation et du type de fibres sur le comportement mécanique et la perméabilité des bétons renforcés de fibres, *Maitrise en science appliqué*. École polytechnique de Montréal. Canada, 2006.
- [12] S. Abbas, A.M. Soliman, M.L. Nehdi, Exploring mechanical and durability properties of ultra-high performance concrete incorporating various steel fiber lengths and dosages. *Construction Build Materials*, 75 (2015) p 429-441.

- [13] C. Frazão, A. Camões, J. Barros, Gonçalves D. Durability of steel fiber reinforced self-compacting concrete, *Cons Build Mat.* 80 (2015) p 155-166.
- [14] P. Rossi, *Fibres métalliques ou fibres synthétiques? Tunnels et espace souterrain* n° 218 Mars/Avril 2010, Laboratoire Central des Ponts & Chaussées.
- [15] A.S Gradinaru Adrian, V.S Bogdan. Fibre reinforced concrete-a sustainable material in the context of building industry and environmental challenges, *AES Bioflux.* 2018.
- [16] Y. Lu, Z. Xu, L. Huang, P. Yin, Strength envelope of symmetrically reinforced concrete members under bending–shear–axial loads, *Magazine of Concrete Research* 67(16) (2015) p 885–896
- [17] M.G Alberti, A. Enfedaque, J.C Gálvez, V. Agrawal, Fibre distribution and orientation of macro-synthetic polyolefin fibre reinforced concrete elements, *Construction and Building Materials.* 122 (2016) p 505-517.
- [18] Z. Deng, F. Shi, S. Yin, R. Tuladhar, Characterisation of macro polyolefin fibre reinforcement in concrete through round determinate panel test, *Construction and Building Materials.* 121 (2016) p 229-235.
- [19] Rosidawania, S. Sugiria, I. Pane, Behaviour of macro synthetic fiber reinforced concrete columns under concentric axial compression, *Procedia Engineering.* 125 (2015) p 987-994.
- [20] S. Yin, R. Tuladhar, M. Sheehan, M. Combe, T. Collister. A life cycle assessment of recycled polypropylene fibre in concrete. *Journal of Cleaner Production.* 112 (2016) p 2231-4442.
- [21] S. Kavitha, T. Felix Kala, A review on natural fibres in the concrete *International Journal of Advanced Engineering and Technology*, Volume 1. Issue 1. (2017) p 01-04.
- [22] J. Wei, C. Meyer, Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites, *Cement and Concrete Research.* 73 (2015) p 1-16.
- [23] M. Arsene, K. Bilba, A. Ouensanga. Influence des constituants de la fibre de bagasse sur la prise du matériau composite bagasse/ciment, *Revue des composites et des matériaux avances.* (2001) p 7-20.
- [24] O. Bahloul, A. Bourzam, A. Bahloul, Utilisation des fibres végétales dans le renforcement de mortiers de ciment (Cas de l'alfa) (in French), SBEIDCO. 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries. 2009.
- [25] S. Chafei, Khadraoui F, Boutouil M, Gomina M. Effect of flax fibers treatments on the rheological and the mechanical behavior of a cement composite. *Construction and Building Materials* 79 (2015) p 229–235.
- [26] M. Khelifa, N. Leklou, T. Bellal, R. Hebert, Is alfa vegetal fiber suitable for making green reinforced structure concrete, *European journal of environmental and civil engineering.* 2015.

- [27] E. Boghossian, L.D. Wegner, Use of flax fibres to reduce plastic shrinkage cracking in concrete, cement and concrete. (2008) p 929–937.
- [28] S. Kawashima, S.P. Shah, Early-age autogenous and drying shrinkage behavior of cellulose fiber-reinforced cementitious materials, *Cement and concrete*. (2011) p 201–208.
- [29] D. Sedan, C. Pagnoux, A. Smith, T. Chotard, Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/ matrix interaction, *European journal*. 2008 p 183–192.
- [30] M.P. Boutin, C. Flamin, S. Quinton, G. Gosse. Étude des caractéristiques environnementales du chanvre par l’analyse de son cycle de vie, Institut National de Recherche Agronomique (INRA). (2006).
- [31] G.P. Hammond, C.I Jones. Inventory of Carbon and Energy, University of Bath. Bath (2006).
- [32] M. Lawrence, Reducing the Environmental Impact of Construction by Using Renewable Materials *J Renew Mater*. Vol 3. No 3 (2015).
- [33] Ip. Kenneth, A. Miller, Life cycle greenhouse gas emissions of hemp–lime wall Resources. *Conserv. Recycling*. 69 (2012) p 1–9.
- [34] T.T. Nguyen, Contribution à l’étude de la formulation et du procédé de fabrication d’éléments de construction en béton de chanvre. Thèse de Doctorat. Université Bretagne Sud (2010) p 168.
- [35] D.J. Cook, C. Uher. The thermal conductivity of fibre-reinforced concrete. *Cement and Concrete Research*. 4 (1974) p 497-509.
- [36] E. Ganjian, Relationship between porosity and thermal conductivity of concrete, PhD Thesis. University of Leeds UK (1990).
- [37] H. Hens, Applied Building Physics, Berlin. Wilhelm Ernst & Sohn. (2011).
- [38] M.H. Rashid, D. Mallick, T. Haque. Effects of aggregate types on thermal properties of concrete, *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*. 7 (2012) p 900-906.
- [39] V. Cerezo, Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d’un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique, Thèse DE Doctorat. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. France (2005) p 242.
- [40] F. Hernández-Olivares, M.R Bollati, M. Del Rio, Development of cork-gypsum composites for building applications, *Construction and Building Materials*. 13 (1999) p 179–186.
- [41] D.K. Panesar, B. Shindman, The mechanical transport and thermal properties of mortar and concrete containing waste cork, *Cement and Concrete Composites*. 34 (2012) p 982–992.
- [42] J. Pinto, A. Paiva, H. Varum, A. Costa, D. Cruz, S. Pereira, L. Fernandes, P. Tavares, J. Agarwal, Corn’s cob as a potential ecological thermal insulation material, *Energy and Buildings*. 43 (2001) p 1985–1990.
- [43] D. Romido, T. Filho, G. England, K. Ghavami, Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. *Cement and concrete*. (2000) p 127–143.

- [44] C. Juarez, G. Fajardo, P. Valdez. Caractérisation microstructurale des fibres naturelles pour des matériaux composites à base de ciment, Presses scientifiques du CNRC. Rev can génie civ. 36 (2009) p 449-462.
- [45] V.F. Fischer, O. Wienhaus, M. Ryssel, J. Oldbrecht, The water-soluble carbohydrates of wood and their influence on the production of lightweight wood-wools boards. Holztechnologie. (1974) p 12-19.
- [46] M.H. Simatupang, Degradation reactions of glucose, cellobiose, and wood under the influence of Portlan cement paste, Holzforschung. (1986) p 149-155.
- [47] M.H. Simatupang, H. Lange, A. Kasim, N. Sedding, Influence of wood species on the setting of cement and gypsum, International Congres on fiber and particleboard bonded with inorganic binders. (1988) p 33-42.
- [48] M. Sahmaren, A. Yurtseven, I.O. Yaman, Workability of Hybrid Fiber Reinforced Self Compacting Concrete, Building and Environment Journal. 40 12 (2005) p 1672-1677.
- [49] Zouaoui, Y., Benmahiddine, F., Yahia, A., Belarbi, R. (2021). Hygrothermal and mechanical behaviours of fiber-reinforced mortar: Comparative study between palm and hemp fibers, Energies, Volume 14, No. 21, <https://doi.org/10.3390/en14217110>.
- [50] ASTM C1557-14, Standard test method for tensile strength and young's modulus of fibers standard test method for determination of tension (2014).
- [51] D.T. Vi Vi, Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non, These de doctorat. Université de Grenoble. France (2011).
- [52] A.K. Mohanty, M. Misra, L.T. Drzal. Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: An overview. Compos Interfaces. vol 8. no 5. (2001) p 313–343.
- [53] G. Guigere. Asclépiade: une culture à part entière, Grandes cultures. vol 23. no 3. (2013).
- [54] F. Benmahiddine, R. Cherif, F. Bennai, R. Belarbi, A. Tahakourt, Effect of flax shives content and size on the hygrothermal and mechanical properties of flax concrete, Constr. Build. Mater. 2020, 262, p 1-12.
- [55] L. Yan, N. Chouw, L. Huang, B. Kasal, Effect of alkali treatment on microstructure and mechanical properties of coir fibres, coir fibre reinforced-polymer composites and reinforced-cementitious composites. Constr. Build. Mater. 112 (2016) p 168–182.
- [56] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M. Khenfer, M. Chabannet, Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate, Cement & Concrete Composites. 27 (2005) p 554–564.
- [57] O.A. Hisseine, F.A. Omran, A. Tagnit-Hamou, Influence of Cellulose Filaments on Cement Paste and Concrete, J. Mater. Civ. Eng. (2018).
- [58] L. Boulos, Effet d'un revêtement de dioxyde de zirconium sur la durabilité des fibres de lin en milieu cimentaire, Thèse de Doctorat. Université de Sherbrooke. Canada (Sherbrooke). 2018.

- [59] M. Fehri, Comportements mécanique et hydrique des composites renforcés par des fibres naturelles et/ou conventionnelles, Thèse de Doctorat. Université de Normandie. Université de Sfax (Tunisie). (2018).
- [60] ASTM C1702, Standard test method materials or measurement of heat flow of hydration for hydraulic cementitious using isothermal conduction calorimetry.
- [61] ASTM C 150/C150 M, Standard Specification for Portland Cement
- [62] H. Gomez, E. Cristia, C.A.Vázquez, Effect of cellulose microcrystalline particles on properties of cement based, *Materials and design*. (2013) p 810-818.
- [63] O. Onuaguluchi, D. Panesar, M. Sain, Properties of nanofibre reinforced cement composites, *Construction and Building Materials*. (2014) p 119–124.
- [64] ASTM C 109, Standard Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars.
- [65] NF B 51-008, French Association for Standardization, Static bending test - Determination of the resistance to static bending.
- [66] A. Kriker, A. Bali, G. Debicki, M. Bouziane, M. Chabannet, Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climates. *Cement & Concrete Composites*. 30. (2008) P 639–648.
- [67] B.J. Mohr, H. Nanko, K.E Kurtis, Durability of kraft pulp fiber–cement composites to wet/dry cycling, *Cement and Concrete Composites*. 27(4) (2005) p 435-448.

Chapitre 5 : Comportements hygrothermiques et mécaniques des mortiers fibrés

5.1 Avant-propos

➤ **Auteurs et affiliations**

Younes Zouaoui^{1,2}, Ferhat Benmahiddine², Ammar Yahia¹ and Rafik Belarbi^{1,2}

¹ Department of Civil Engineering, Université de Sherbrooke, 2500 Bd de l' Université, Sherbrooke, QC J1K 2R1, Canada.

² Laboratory of Engineering Sciences for the Environment (LaSIE), La Rochelle Université, Avenue Michel Crepeau, CEDEX1, 17042 LaRochelle, France.

- **Titre de l'article** : Hygrothermal and Mechanical Behaviors of Fiber Mortar: Comparative Study between Palm and Hemp Fibers
- **Journal** : Energies. Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI)
- **Statut** : Publié, disponible en ligne.
- **Référence** : Zouaoui, Y.; Benmahiddine, F.; Yahia, A.; Belarbi, R. Hygrothermal and Mechanical Behaviors of Fiber Mortar: Comparative Study between Palm and Hemp Fibers. **Energies** 2021, **14**, 7110. <https://doi.org/10.3390/en14217110>

5.2 Résumé

Cet article présente une étude expérimentale des propriétés hygrothermiques et mécaniques de mortiers fibrés avec des fibres végétales. Les fibres végétales utilisées sont des fibres extraites à partir des tiges de palmier dattier (PS). Pour des fins de comparaison, des fibres de chanvre (HF) ont été utilisées. Les fibres végétales ont fait l'objet d'une large campagne de caractérisation. Pour évaluer les performances des fibres végétales dans les mortiers, plusieurs pourcentages de fibres ont été utilisés. Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) ont montré que les fibres PS ont une surface rugueuse et une microstructure très complexe. Avant leur incorporation dans le mortier, les fibres ont été soumises à différents traitements pour réduire leur caractère hydrophile. Les

traitements employés ont montré une bonne efficacité pour réduire l'absorption d'eau des deux types de fibres PS et HF. En outre, les mélanges de mortier incorporant ces fibres ont présenté une faible conductivité thermique et une excellente capacité de tampon hydrique. En effet, la valeur tampon d'humidité (MBV) des mélanges étudiés se situait entre 2,7 [g/(%HR.m²)] et 3,1 [g/(%HR.m²)], leur conférant ainsi un excellent caractère de régulateur d'humidité. Par ailleurs, les mélanges de mortier fibrés ont montré une porosité très élevée et une faible résistance à la compression comprise entre 0,6 et 0,9 MPa après 28 jours d'âge. Les matériaux à faible empreinte environnementale développés dans cette étude sont destinés à l'isolation thermique et au remplissage des bâtiments.

Mots clés : Fibres naturelles ; morphologie ; traitements chimiques ; mortier fibré ; valeur tampon hydrique ; propriétés hygrothermiques.

5.3 Abstract

This paper presents an experimental investigation of the hygrothermal and mechanical properties of innovative mortar mixtures reinforced with natural fibers. Fibers extracted from palm stems (PS) and hemp (HF) were evaluated at different percentages. Scanning electron microscope (SEM) observations showed that the PS fibers have rough surfaces and very complex microstructures. Prior to their incorporation into the mortar, the fibers were subjected to different treatments to reduce their hydrophilic character. The employed treatments showed good efficiency in reducing the water absorption of both PS and HF fiber types. Furthermore, the mortar mixtures incorporating these fibers exhibited low thermal conductivity and excellent moisture buffering capacity. Indeed, the moisture buffer value (MBV) of the investigated mixtures ranged between 2.7 [g/(%HR.m²)] and 3.1 [g/(%HR.m²)], hence providing them excellent moisture regulator character. As expected, the fiber mortar mixtures showed very high porosity and low compressive strength ranging between 0.6 and 0.9 MPa after 28 days of age. The low-environmental footprint materials developed in this study are intended for thermal insulation and building filling.

Keywords: natural fibers; morphology; chemical treatments; fiber mortar; moisture buffer value; hygrothermal properties

5.4 Introduction

The building industry is a large materials and energy consumer, highly polluting (emission of CO₂), and a residues generator. Therefore, the new global research policy is focused on the development of new innovative bio-based materials with low environmental impact [1]. Nowadays, the demand for bio-based materials is greatly increasing due to their abundance and regenerative capacity. Natural materials are known to develop comparable performance to the standard building ones [2]. Indeed, the date palm wood is shown to be an efficient insulating green material compared to the other materials [3–6], hence becoming attractive in developing good thermal-insulation and low-cost materials. In this context, several types of vegetable fibers, including hemp, flax, bamboo, coir, animal hairs, and cork have been combined with different materials, including portland cement, clay, sand, and gypsum to produce composite materials [7,8]. The properties of composite materials reinforced by natural fibers are influenced by the shape and size of the fibers, distribution and orientation of fibers in the matrix, bond between the fibers and matrix, mixture design, and the mixing efficiency and processing methods [9]. The various investigations carried out on the composites considered only content, length, and type of fiber to evaluate their performance [10]. Cork–gypsum composites are shown to exhibit good thermal and acoustic insulators and can be used as partitioning materials [11]. Other research has shown that the incorporation of cork fibers improves the thermal resistance of concrete but reduces its mechanical properties [12]. On the other hand, the use of wood chips (3–8 mm) influenced the water sorption of cement–clay matrix, and macro porous wood aggregates reduced capillary absorption within the material [13]. This composite material also showed a low thermal conductivity. Other researchers [14] have investigated the use of corncob as a sustainable building material for thermal insulation and concluded that corncob can improve thermal properties of construction materials. The authors revealed that the corn's cobs have adequate thermal properties for building purpose. The thermal and acoustic behaviors of sheep wool have been tested under different conditions [15]. The reported results showed that sheep wool is an excellent acoustic and thermal insulator. The mechanical behavior of other natural fibers has also been studied [16–19]. The obtained results revealed that the presence of vegetables fibers improves the flexural strength of fiber-reinforced concrete. Moreover, the presence of certain vegetable fibers has a pozzolanic effect. The presence of cellulose filaments considerably reduced the thermal conductivity of conventional concrete [20]. For example, the thermal conductivity of hemp concrete is about 0.15 W/(m.K)

compared to 2 W/(m.K) of conventional concrete [21–25]. In the case of hemp concrete with dry densities of 200–840 kg/m³, thermal conductivity varying between 0.06 and 0.19 W/(m.K) has been reported [26]. In addition to hemp concrete, several other vegetable aggregates were used to develop sustainable building materials from recycled natural wastes to protect the environment and reduce the energy consumption of buildings. Among these vegetable particles, flax shives present a low thermal conductivity [19,27–29]. Indeed, flax concrete, composed of flax shives, binder (mainly lime) and water, has a high water absorption capacity of approximately two to three times its weight within 48 h. This is due to its pores which are organized in parallel capillaries and high cellulose content of about 48% [30–32]. Flax concrete is widely developed and used in the Grow2 Build project at Brunel University because of its energy and environmental performances [33]. Flax concrete exhibited a low thermal conductivity between 0.082 and 0.127 W/(m.K). The thermal conductivity is inversely proportional to the percentage of fibers [34]. Furthermore, the flax concrete is shown to be an excellent moisture regulator with a moisture buffer value (MBV) of about 2.8 [g/(%HR.m²)]. On the other hand, the use of vegetable fibers (flax) considerably increases the water and mechanical performance of composites. Furthermore, the treatment of flax shives improves their physico-chemical properties and the mechanical properties of the composites [35]. The treatment of flax shives with raw and emulsified linseed oil improved the vegetal/matrix compatibility. The coating of these fibers by linseed oil reduces the water absorption capacity and improves the workability of the mortar [36]. However, a large specific surface area of the flax fibers can negatively influence the workability. Additionally, none of the investigated treatments improved the mechanical properties of the composite. Other researchers revealed that flax and hemp concrete exhibited high hygric performance and ‘excellent’ moisture buffer capacity [37,38]. Moreover, the use of 2 and 16% hemp fibers, by volume, increased mechanical performance of the composites, but reduced the bond stress by 20–50% [39]. In the present study, the hygrothermal performance of a novel date palm fiber in mortar composite is evaluated. It is worth mentioning that the extracted fibers are different from the oil palm broom fibers (OPBF) [40] which are extracted from the petiole of the palm leaf, unlike the palm stems (PS) fibers which are extracted from the stems of the date palm cluster. The extraction and valorization of palm fibers, which are incineration instead of being used in agriculture, have both ecological and economic benefits, from an ecological point of view, the recovery of these materials helps to protect the environment by reducing the emission of CO₂ due to their incineration. From an economic point of view, the extraction of vegetable fibers with low costs and enhanced mechanical properties

compared to conventional fibers can have an added value to construction materials. A hemp fiber (HF) is also investigated for comparison purposes. The morphology of PS fibers was analyzed using a scanning electron microscope (SEM). The vegetable fibers are composed of cellulose, hemicellulose, lignin, and pectin. The presence of amorphous and hydrophobic lignin provides rigidity, impermeability, and durability resistance to fibers in alkaline medium. On the other hand, the presence of pectin (polysaccharides) can provide high flexibility and hydrophilicity of PS fibers. However, the presence of pectin can considerably affect durability of the composites due to their hygroscopic and thermolabile natures. On the other hand, within the fiber, hemicellulose acts as a binder between the cellulose microfibrils [41]. In this study, different treatments have been applied to reduce the hydrophilic characteristics of PS fibers. The adsorption/desorption isotherms of vegetable fibers were then measured to assess the efficiency of treatments. Subsequently, both PS and HF fibers were mixed in their raw state with air lime to proportion different composite fiber–mortar mixtures. The hygrothermal and mechanical behaviors of the investigated mortar composites were then evaluated.

5.5 Material and methods

The experimental program carried out in this study is divided into two different phases. The Phase 1 is devoted to extracting and characterizing a novel natural fiber. In the Phase 2, the hygrothermal and mechanical behaviors of fiber mortar mixtures are investigated. The fibers were subject to different treatments before their incorporation in mortar mixtures. In addition to the morphological characteristics, the adsorption/desorption isotherm curves of the investigated fibers were determined. The extraction processes and the tests performed on fibers are presented in Section 5.2.1. Fiber mortar mixtures investigated in Phase 2 were proportioned using different fiber contents and investigated. Two different fiber types, including PS and HF types, were investigated. The length of the fibers was 2 cm, and the diameter varied between 0.2 and 0.4 mm. The length of the fiber was chosen to facilitate the casting process of the mortars. The physical, hygrothermal, and mechanical properties of the composite mortar mixtures were investigated. The binder used to proportion the composite mortar mixtures is the Tradical® PF70 lime according to the NF 459 [42] specifications. This binder was composed of 75% air lime, 15% hydraulic binder, and 10% pozzolanic binder. The investigated mixtures were proportioned with a water-to-powder ratio (w/p) of 1.0. Two different percentages of fibers corresponding to 2.5% and 5%, by volume, were evaluated. Prior to the preparation of the fibers-reinforced mortar mixtures, the vegetable fibers (PS and HF) were soaked for 24 h in water.

Afterwards, the fibers were filtered and added to the lime and water to make the mortar. A Collomix XM 2-650 vertical axis rotary mixer was used to prepare the mixtures. The mixing sequence is as follows: (i) introduction of water and fibers and kneading for 30 s; (ii) addition of half of the air lime and kneading for 60 s; (iii) addition of the second half of the binder (air lime) and kneading for 60 s; (iiii) cleaning the mixer tank and rest for 60 s, followed by a final kneading for 60 s.

For each mixture, various $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ and $10 \times 10 \times 40 \text{ cm}^3$ prisms were sampled to determine the mechanical properties. After 7 days of mixing, the samples were stored in a climate room with regulated temperature and relative humidity ($T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ and $\text{RH} = 50\%$). The investigated mixtures are summarized in **Tableau 5.1**.

Tableau 5-1: Identification of the investigated mixtures.

ID	Type of fibers	(%) Fibers by volume
Référence	/	0
PS 2.5	Palm Fibers	2.5
HF 2.5	Hemp Fibers	2.5
PS 5	Palm Fibers	5
HF 5	Hemp Fibers	5

The hygrothermal behavior, porosity, sorption/desorption isotherms, specific heat, moisture buffer value (MBV), and compressive strength of the investigated mixtures were determined. The experimental program carried out in this study is shown in **Figure 5.1**.

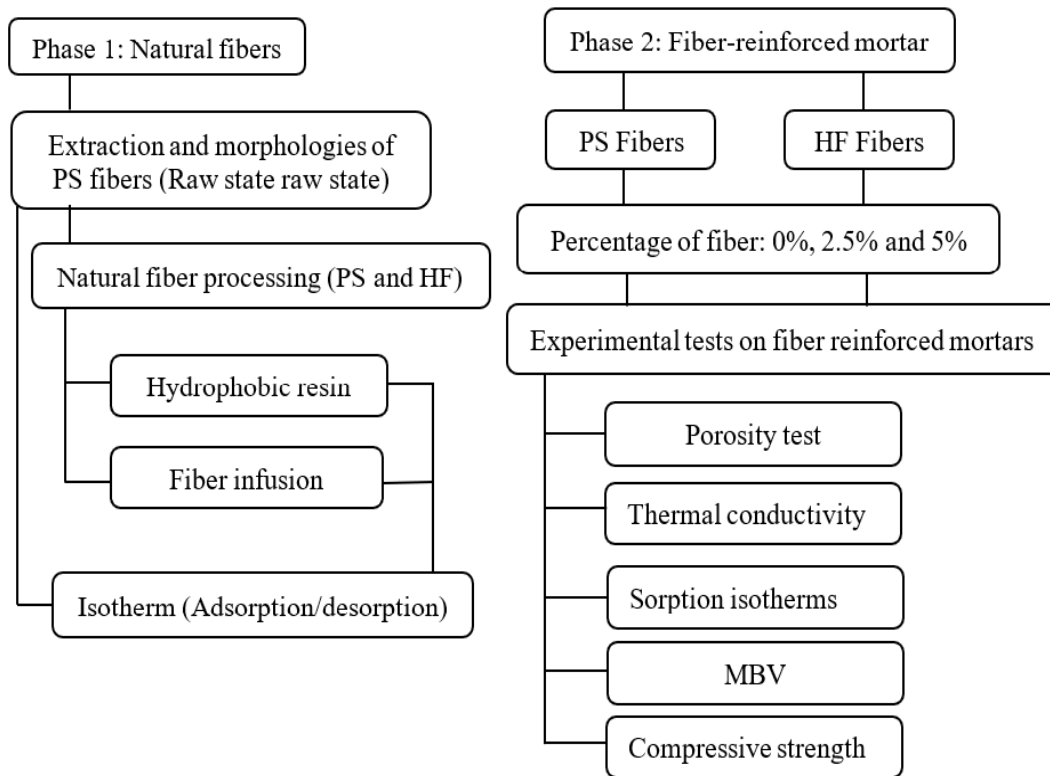


Figure 5.1 : Summary of the experimental programme.

5.5.1 Phase 1-Extraction and Treatment of Natural Fibers

5.5.1.1 Extraction and morphology of PS fibers

First, the stems were collected and cut to different lengths to extract date palm fibers. The stems were then stored in a controlled room temperature for 48 h before the extraction process. The stems were placed in a disk mill (Figure 2) and subjected to different preparation processes to optimize their geometry. After several trial-and-error tests, the best quality of fibers was obtained by using 30 g of PS and grinding for 60 s. The morphological characteristics of fibers were assessed evaluated using a scanning electron microscope (SEM) equipped with an Oxford Energy Dispersive Spectroscopy (EDS).



(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 5.2 : Different extraction steps of palm fibers. (a) Salvaged date stems; (b) cut palm stalk; (c) mill components; (d) palm stem fibers.

5.5.1.2 Fibers treatment

Natural fibers are known to have high hydrophilic character. The absorption and desorption cycles influence the fiber-matrix bonding [43]. Indeed, under repetitive absorption and desorption cycles (swelling/deflation), the fibers undergo volume changes, which causes loss of adhesion between fibers and matrix. Furthermore, natural fibers are made of cellulose, hemicellulose, lignin, and pectin [41]. Some of these constituents, including hemicellulose and pectin, are hydrophilic, and their extraction reduces the hydrophilicity of the fibers and, consequently, limits their dimensional variation. In addition to the hydrophilic character, the observed delayed setting [39] is probably due to the polysaccharides present on the fibers that fix the calcium (Ca^{++}) and delay the formation of hydrated calcium silicate gel (C-S-H). Two different treatments were evaluated in this study. The first treatment is based on the impregnation of the PS and HF fibers in a hydrophobic resin varathane type for 10 min, then dried at laboratory room temperature (22 °C). At the end of this treatment, the adsorption–desorption isotherms of the fibers were determined. The second treatment consisted of immersing a representative quantity of the fibers (20 g) (PS and HF) in 1.5 L of water and boiling for 45 min. A filtration process was performed to collect the filtered liquid. The infused fibers were kept at room temperature for 48 h and then used for a second infusion. This was done to validate the efficiency of the first infusion process. The adsorption–desorption isotherms of the treated fibers were measured using the Belsorp Aqua 3 [44]. The test consists of measuring the change in volume of water vapor adsorbed or desorbed by a sample at a fixed temperature. The measurement process is based on defining the volume of gas adsorbed by the system using the number of moles of gas after helium injection at atmospheric pressure [45]. Prior to testing, the fibers were previously dried at 40 °C under vacuum until mass stabilization using the VacPrep 061 [45].

5.5.2 Phase 2-Fibers-Reinforced Mortar Mixtures

The investigated fiber mortar mixtures were made by mixing water with PS and HF fibers. The HF and PS fibers were used at two different percentages of 2.5% and 5%, by volume. The porosity of mortar mixtures was determined according to the AFPC-AFREM specifications [46] using $5 \times 5 \times 5$ cm³ cubic samples. This method is based on vacuum saturation using bench and then three separate weighings. The first is the hydrostatic weighing of a saturated sample immersed in water. The sample is weighed in air after extracting it from the water. Finally, the third measurement is taken to weigh the sample in its dry state. The porosity was calculated using Equation (5.1), as follows:

$$\varepsilon_p = \frac{M_{\text{air}} - M_{\text{dry}}}{M_{\text{air}} - M_{\text{water}}} * 100 (\%) \quad (5.1)$$

where M_{air} is the weight sample after removal from the water, M_{dry} is the weight dry sample, and M_{water} corresponds to the hydrostatic weight of the sample saturated in water.

Furthermore, the thermal conductivity was measured for three different temperatures of 10, 23, and 40 °C using the λ -meter Ep500 e which is based on the guarded hot plate method [47,48]. The samples of dimensions $15 \times 15 \times 5 \text{ cm}^3$ were placed between two plates of different temperatures. The thermal conductivity was deduced from the electrical power (U.I) and the temperature gradient between the two plates (DT), as shown in Equation (5.2).

$$\lambda = \frac{U.I.e}{\Delta T.A} \left(\frac{W}{m.K} \right) \quad (52)$$

where 'e' is the thickness of the sample and 'A' is the exchange surface.

The sorption–desorption isotherms of the fiber mortar mixtures were measured using the ProUmid SPS apparatus, which is based on the gravimetric method principle [34]. Fiber mortar samples of 1 cm^3 were placed in the climatic chamber of the device and exposed to different levels of relative humidity at a temperature of 23 °C. The adsorption/desorption isotherms were obtained from the mass variation (gain/loss) of the samples at equilibrium. The tested samples were first dried at 40 °C under a vacuum until mass stabilization.

The moisture buffering (MBV) capacity was measured according to the Nordtest project [38]. This defines the ability of the material to moderate changes in the relative humidity of the ambient air. The principle of the MBV test is to expose the samples to daily relative humidity cycles in order to be representative of the cycles encountered in buildings. The relative humidity used was 75% and 33%, with an exposure time of 8 and 16 h, respectively, using $10 \times 10 \times 5 \text{ cm}^3$ samples. In addition, the samples were previously conditioned at 23 °C and 50% RH to reach the equilibrium. Generally, materials are considered to be excellent moisture regulators if they have an MBV of 2 [$\text{g}/(\% \text{HR} \cdot \text{m}^2)$]. The Moisture Buffer Value of the material can be calculated using Equation (5.3), as follows:

$$\text{MBV} = \frac{\Delta m}{A(\text{HR}_{\text{max}} - \text{HR}_{\text{min}})} \quad (5.3)$$

where MBV [$\text{g}/(\% \text{HR} \cdot \text{m}^2)$] is the Moisture Buffer Value, Δm [g] is the mass variation during the absorption/desorption phase, A [m^2] is the exposed sample surface area and HRmax; HRmin (%) is the maximum and minimum relative humidity applied during the humidification and drying cycle, respectively. Finally, the compressive strength of the investigated mortar mixture was performed according to the ASTM C109 specifications [49] using $5 \times 5 \times 5 \text{ cm}^3$ samples. The measurements were carried out using a Zwick Roell[®] hydraulic press. Each reported value is a mean value determined on three different samples.

5.6 Results and Discussion

The obtained results are first discussed in terms of the morphological characteristics of the investigated fibers, then the hygrothermal and mechanical behaviors of the fiber mortar mixtures are discussed.

5.6.1 Morphological Characteristics of the Fibers

The microscopic evaluation (Figure 3) revealed a rough and porous structure with the presence of lignin, hemicellulose, and pectin on the fiber's surface. As can be observed in the SEM image (Figure 3c), lignin, hemicellulose, and pectin are deposited on the surface of the cellulose fibers. Furthermore, the image shown in Figure 3d reflects the presence of cavities in the cellulose fibers. According to literature [34], the pores of the flax shives are organized in parallel capillaries and oriented in the direction of vegetable growth. Additionally, these capillaries are connected to each other by small cavities. This porous and complex structure allows the damping of heat transmission in the flax shives, which consequently gives it a low thermal conductivity, but higher water absorption and transfer capacities. It is expected that the incorporation of these vegetable particles in hydraulic matrix can therefore improve the hydrothermal behavior of the composite and increase its porosity. The cross-section of PS fibers shown in Figure 4 comprises many elementary fibers. The observed cross-section of PS fibers is almost similar to the coir fibers [50].

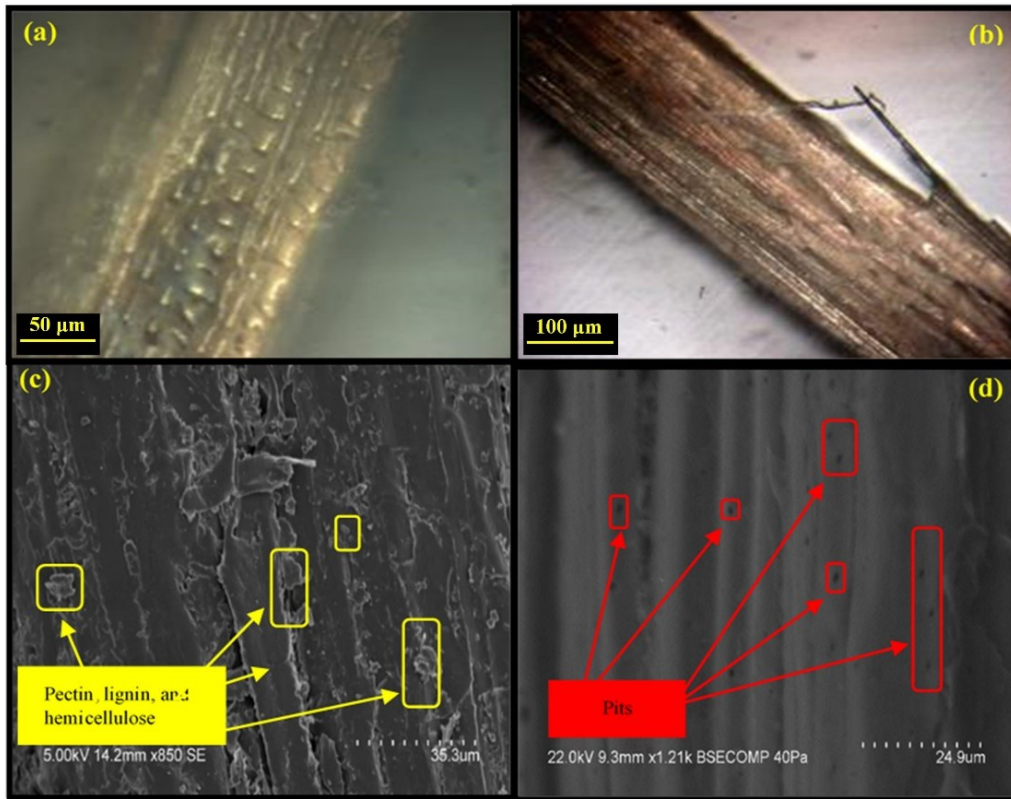


Figure 5.3 : SEM images of PS fibers, including (a) rough surface of the fiber; (b) longitudinal section of unit fibers; (c) presence of lignin, pectin, and hemicellulose particles; (d) presence of cavities on the surface of the fibers.

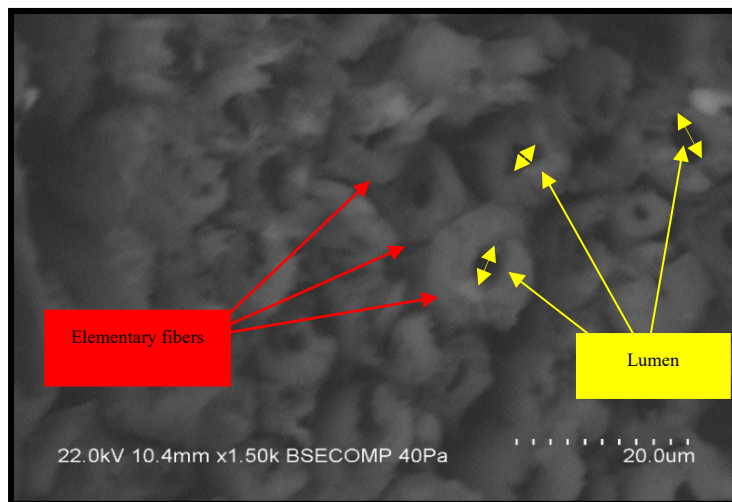


Figure 5.4 : SEM cross-section of PS fibers.

As can be observed in **Figure 5.4**, natural fibers are composites reinforced by cellulose fibers in an amorphous matrix of lignin and hemicellulose with a very complicated cellular structure. An opening

is observed on each elementary fiber, which is commonly referred to the lumen. Additionally, each individual fiber consists of a few fibrils [50] and each cell consists of 2 main cell walls: primary and secondary. The secondary wall being composed of 3 layers, corresponding to S1, S2, and S3. Each cell wall contains a matrix of lignin and hemicellulose, surrounded by cellulose microfibrils. From the literature, these layers are arranged in different directions with respect to the longitudinal axis of the fiber with a constant angle in each layer.

5.6.2 Sorption Isotherms of the Investigated Fibers

The sorption/desorption isotherms of the investigated raw and treated fibers are presented in **Figures 5.5 and 5.6**, respectively. Isotherm measurements were made using the Belsorp Aqua3 apparatus.

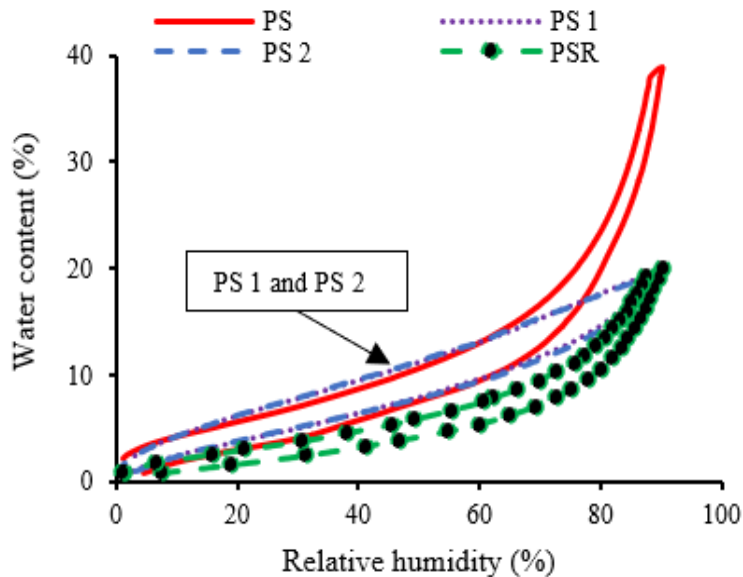


Figure 5.5 : Sorption isotherms of PS fibers.

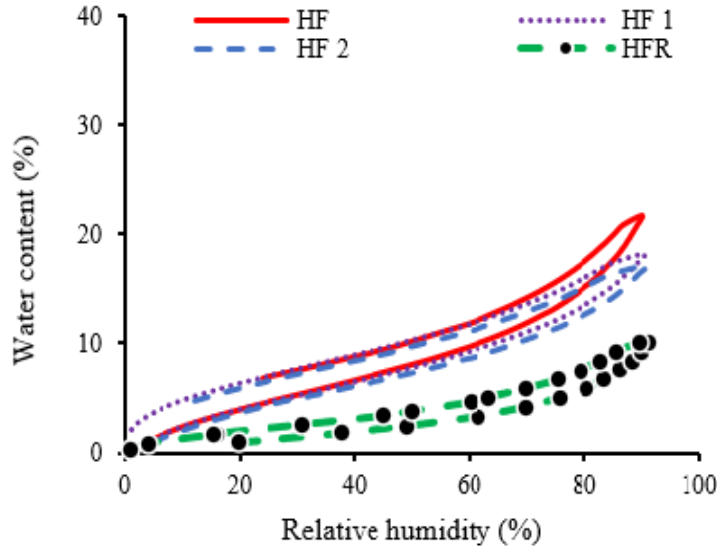


Figure 5.6 : Sorption isotherms of HF fibers. It is worthy to mention the fiber's abbreviations, as follows: PS/HF corresponds to the raw fibers (i.e., without treatment), PS1/HF1 corresponds to the treated fibers after the first infusion and PS2/HF2 after the second infusion, and PSR/HFR are those impregnated in resin.

As can be observed, the PS fibers exhibited higher adsorption rate than HF fibers. For example, at 90% of relative humidity, the PS fibers showed an absorption of 39% compared to 22% obtained with HF fibers. This may be due to the presence of pectin and hemicellulose in fibers which are responsible for their hydrophilic character. On the other hand, the treatment of fibers resulted in a reduction in adsorption by 50%. This is probably due to the extraction of the hydrophilic constituents. In the case of HF fibers, the treatment results in 17% absorption reduction. The sorption after the first (PS 1 and HF 1) and second (PS 2 and HF 2) infusions are very similar. This confirms that the first infusion was enough to extract the most hydrophilic constituents. Moreover, the impregnation of fibers in the hydrophobic resin considerably reduced the rate of adsorption for both PS and HF fibers. Indeed, an important reduction of the order of 48% and 52% was recorded for PSR and HFR compared to PS and HF, respectively. This is mainly due to the reduction of the hydrophilic character of fibers by means of creating a hydrophobic resin coating on the surface of fibers.

5.6.3 Porosity of the Fibers-Reinforced Mortar Mixtures

For each of the investigated fiber mortar mixtures, the total porosity was determined using three different samples for better repeatability. The density of the reference mixture was in the order of 748.48 kg/m^3 , while that of the fiber mortars was 652.29 , 644.61 , 614.72 , and 610.83 kg/m^3 for PS

2.5, PS 5, HF 2.5, and HF 5 mixtures, respectively. The mean porosity value and the corresponding standard deviation are shown in **Figure 5.7**. The water porosity test is based on Archimedes' principle and allows a global characterization of the total porosity of the matrix.

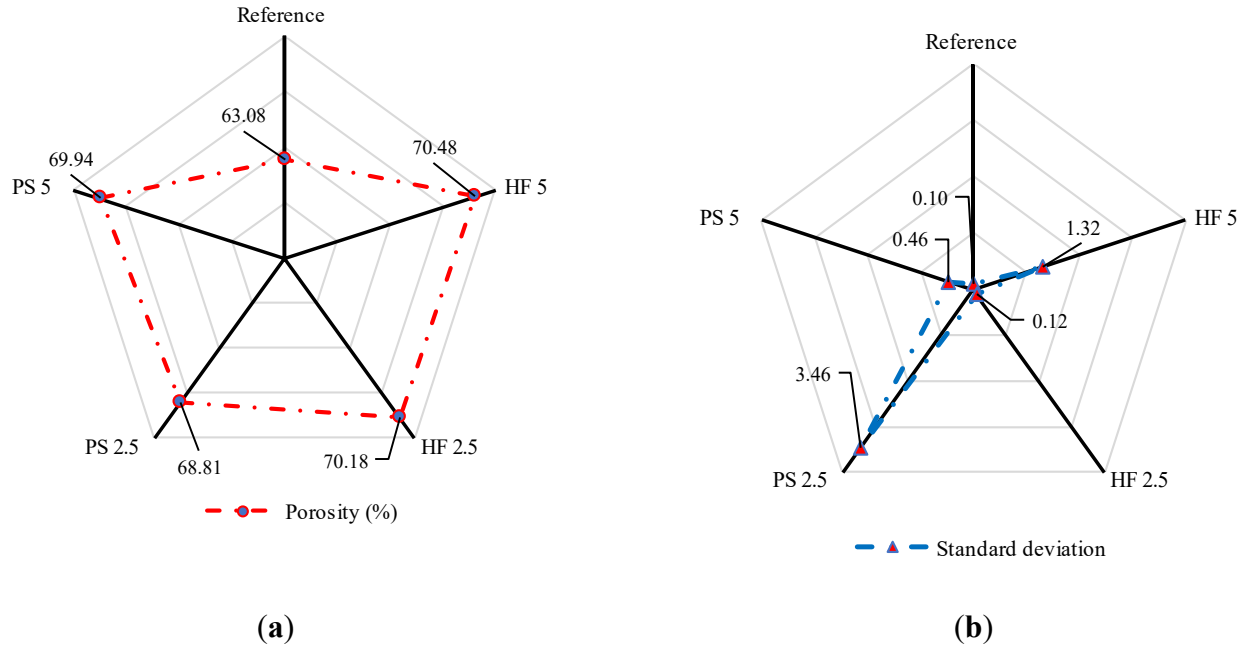


Figure 5.7 : (a) Porosity of fiber mortar and (b) standard deviation.

As can be observed, the investigated mortar mixtures showed a high porosity between 68% and 71%. These values are in good agreement with those reported in literature on the hemp (71%) and flax (74%) concrete mixtures [34,51,52]. The fiber mortar mixtures incorporating 5% of PS and HF showed slightly higher porosity than those containing only 2.5% of fibers and the reference mortar mixtures. The incorporation of natural fibers with lime increases the surface area and heterogeneity of the mixture, thus leading to the appearance of pores. This is advantageous in improving the insulating capacity of the materials, because the porosity is inversely proportional to thermal conductivity [34,53]. The porosity tests showed a low standard deviation, hence indicating that the porosity values obtained from the mixtures are close and, therefore, reflecting the good repeatability of the mixtures (**Figure 5.7.b**).

5.6.4 Thermal Conductivity of the Investigated Fiber Mortars

The thermal conductivity of the investigated fibers-reinforced mortar mixtures was measured at three different temperatures of 10, 23, and 40 °C. For each mixture, an average of three measurements was determined. The evolution of the thermal conductivity of dry and wet fiber mortars is presented in **Figure 5.8**.

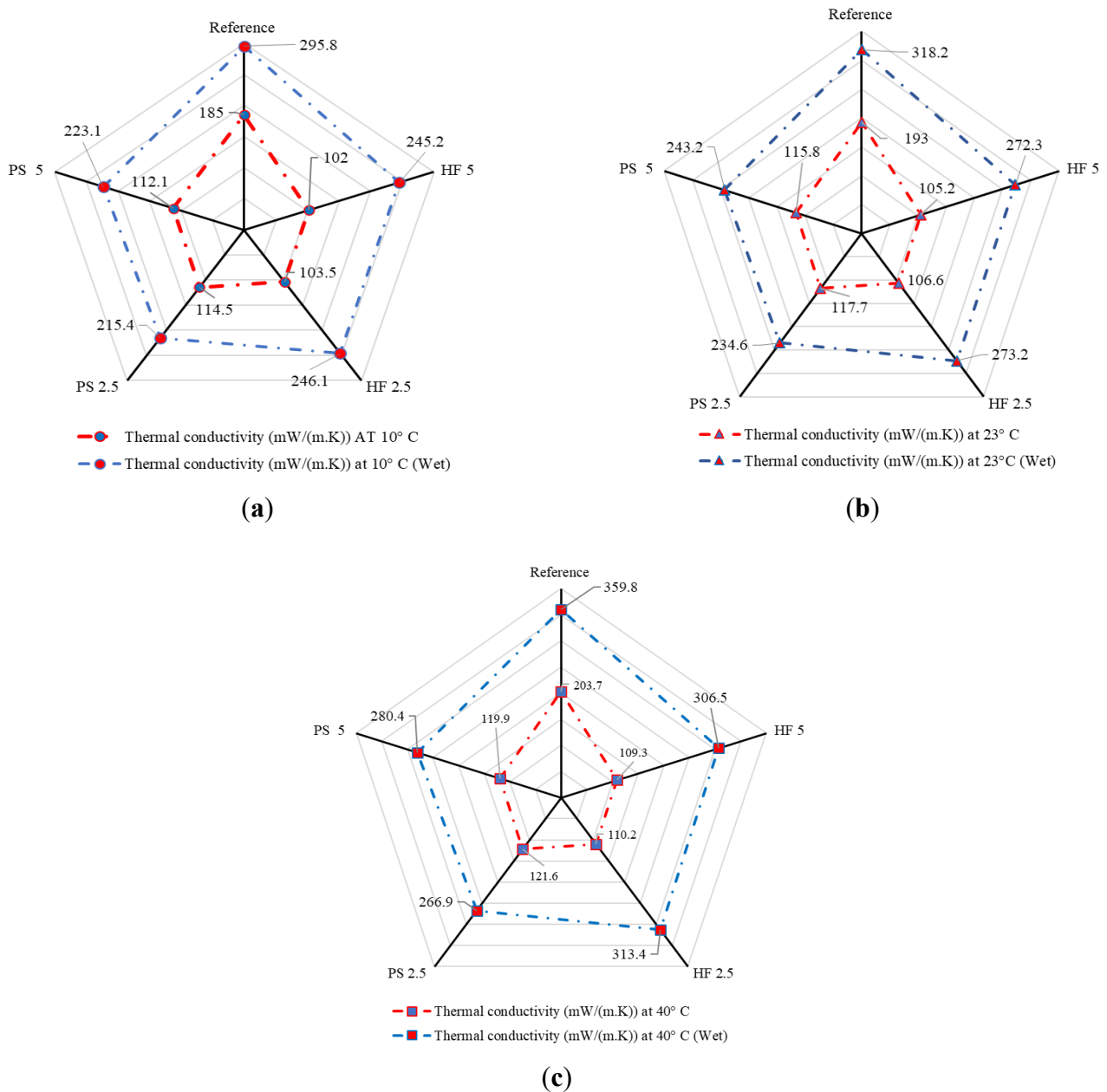


Figure 5.8 : Evolution of the thermal conductivity of fiber mortar at different temperatures, including (a) 10, (b) 23, and (c) 40 °C.

As expected, the fiber mortar mixtures exhibited low thermal conductivity compared to the control mixtures (without fibers), regardless of the fiber types. In the dry state and in the case of the lowest temperature of 10 °C, the thermal conductivity of the mortar is around 185 mW/(m.K), while that of the PS and HF fiber mortar mixtures varies between 102 and 114 mW/(m.K), respectively. This represents a reduction in the thermal conductivity by 38% and 45%, respectively. This significant reduction is due to the low thermal conductivity of the incorporated fibers and the increase in the porosity of the matrix incorporating PS and HF fibers. This porosity contributes in damping the transmission of heat. This trend is also observed at higher temperatures of 23 and 40 °C. As expected, the thermal conductivity increases linearly with temperature. This is consistent with reported literature [54]. The average thermal conductivities of the investigated hemp and palm fibers mortar mixtures are ranging between 102 and 114 mW/(m.K), respectively, which is much lower than that of the conventional materials used in construction, including polystyrene concrete [44,45]. It is worth mentioning that the increase in fiber dosage from 2.5% to 5.0% did not significantly affect the thermal conductivity. However, the use of a higher percentage can reduce the thermal conductivity of the mixtures. In addition, the mortar mixtures containing HF fibers showed better thermal conductivity behavior. This is probably due to a better distribution of HF fibers compared to PS fibers.

The thermal conductivity of wet fiber mortar mixtures was determined on samples that were first saturated in water to constant mass. Thereafter, the saturated samples were wrapped in a stretch film to avoid evaporation of water from the sample during the measurement. Although the temperature gradient imposed by the equipment (15 K) is likely to induce diffusion inside the sample, the water remains trapped inside because of the stretch film where the material is enclosed. The thermal conductivity of the wet samples was measured at different temperatures of 10, 23, and 40 °C. As can be observed in **Figure 5.8**, wet mixtures exhibited a higher thermal conductivity than dry ones at all temperatures. For example, at 10 °C, the thermal conductivity increased from 102 to 245 mW/(m.K), corresponding to 240%, for fiber mortar mixtures containing 5 % HF fiber content. At a temperature of 23 °C, this increase corresponds to 260% (i.e., increase from 105 to 272 mW/(m.K)). The same trend is also observed at 40 °C, where the thermal conductivity increases from 109 to 306 mW/(m.K). This trend was also observed in the case of mixtures containing 2.5% of fibers and reference composites, which is also reported in literature [51]. This behavior is due to the presence of water, for which the thermal conductivity is 24 times higher than that of air (λ_{water} of 600 mW/(m.K vs. λ_{air} of

25 mW/(m.K at a temperature of 25 °C)). As expected, the investigated mixtures are insulating materials in their dry state, and conductive in their wet state.

5.6.5 Sorption/Desorption Isotherms of the Investigated Mixtures

For each mixture, sorption/desorption isotherms were measured on two different samples. The sorption/desorption isotherm curves for the investigated mortar mixtures containing 2.5% and 5% PS and HF fibers are shown in **Figure 5.9**. It can be stated that the incorporation of fibers significantly affects the maximum absorbed water content. For example, at 94% of relative humidity, an increase in water content of 2.5% and 7.0% was observed for PS2.5 and HF2.5 mixtures compared to the reference mortar, respectively. The same trend was also observed for the fiber mortar made with 5% of fibers. This is due to the presence of highly hygroscopic materials which can absorb two to three times their weight at saturation. However, the increase in fiber dosage from 2.5% to 5.0% did not result in a significant difference. This may be due to the high heterogeneity of the materials and poor distribution of the fibers in the matrix. Moreover, the adsorption capacity of fiber reinforced mortars does not only depend on the fiber content. For example, porosity is a parameter that affects the adsorption of the mortar. In the case where the pores of the materials are emptied of air and filled with water, this results in a higher adsorption rate.

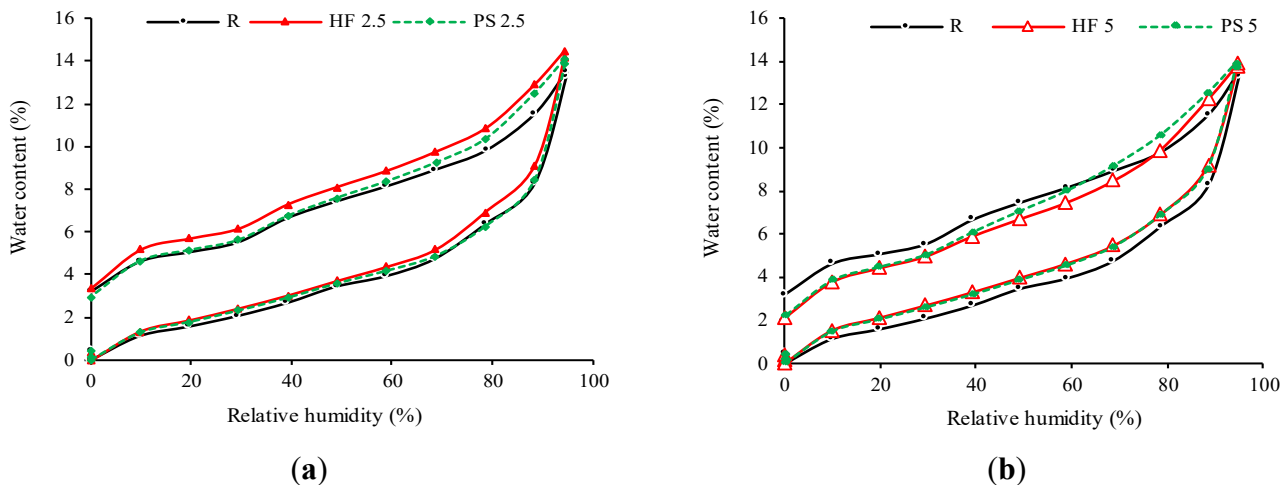


Figure 5.9 : Sorption isotherms of fiber mortar with different contents of fibers, including (a) 2.5%; (b) 5%.

As can be observed in **Figure 5.9**, the area of the sorption hysteresis loop differs in a random way from a formulation to another. The same behavior has been observed in flax concrete mixtures [34].

This behavior is probably due to the complexity of the microstructure of these materials, which governs the hysteresis phenomenon. Indeed, natural fibers increase the intergranular porosity of the materials, which changes their microstructure and pore-size distribution. Due to the “ink bottle” effect, water can be trapped inside the small pores where their emptying can be achieved only under relatively high capillary pressures, hence resulting in larger hysteresis loop. Moreover, during desorption, the emptying process of the large pores starts only after that of the small ones, which explains the difference between the observed hysteresis curves.

5.6.6 Moisture Buffer Value (MBV)

The moisture buffering capacity of the investigated mortar mixtures was measured according to the Nordtest protocol [38]. The average MBV values and their standard deviations are presented in **Figure 5.10**.

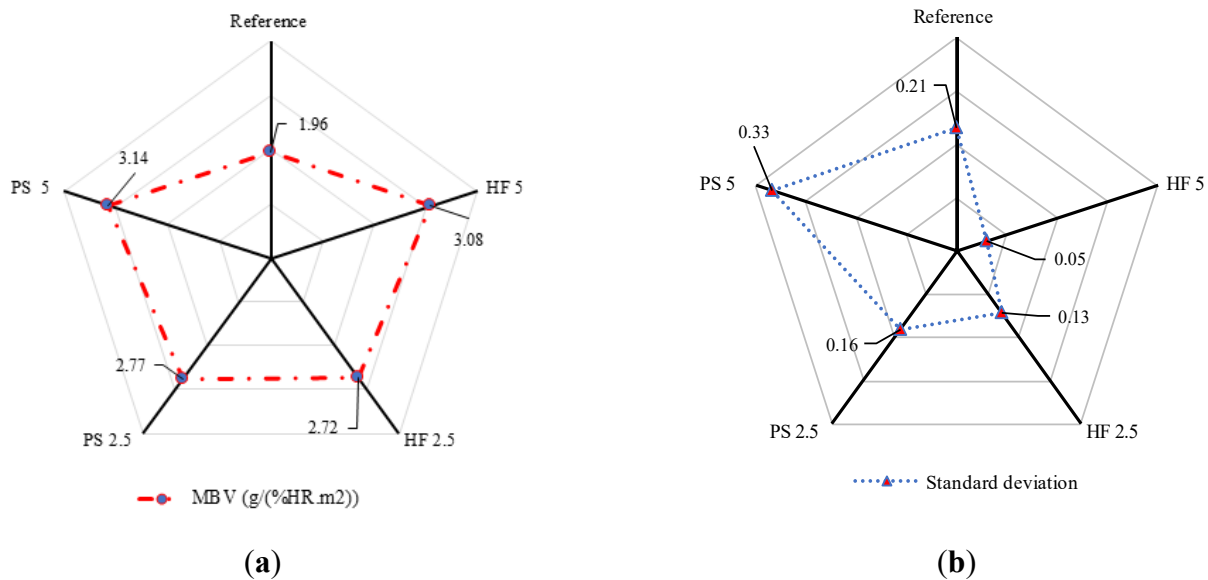


Figure 5.10 : (a) Moisture buffer value (MBV) of fiber mortar; (b) standard deviations.

The obtained results revealed the good behavior of the investigated fiber mortar mixtures to the moisture variation. Indeed, MBV greater than 2 [g/(%HR.m²)] corresponds to excellent moisture regulator materials according to the Nordtest classification. These results are in good agreement with those reported in literature [34,51,52]. Bio-based materials, including flax and hemp concrete, are shown to be excellent moisture regulators. The fiber content (PS and HF) considerably increased the MBV of the investigated fiber mortar mixtures. Indeed, the use of 5% of PS and HF fibers increased the MBV from 1.96 to 3.14 and 3.08 [g/(%HR.m²)], respectively. This suggests the ability of fiber

mortar to regulate humidity variations in living environments. Furthermore, the different mixtures investigated in this study showed a low standard deviation (**Figure 5.10.b**) and, therefore, good repeatability.

5.6.7 Compressive Strength Development of the Investigated Mortar Mixtures

For lightweight filling and insulating materials, a minimum compressive strength is required to support their own weight during installation and service life. The compressive strength of the investigated fiber mortar mixtures was determined according to the ASTM C109 specifications [49].

The obtained results are summarized in **Figure 5.11**.

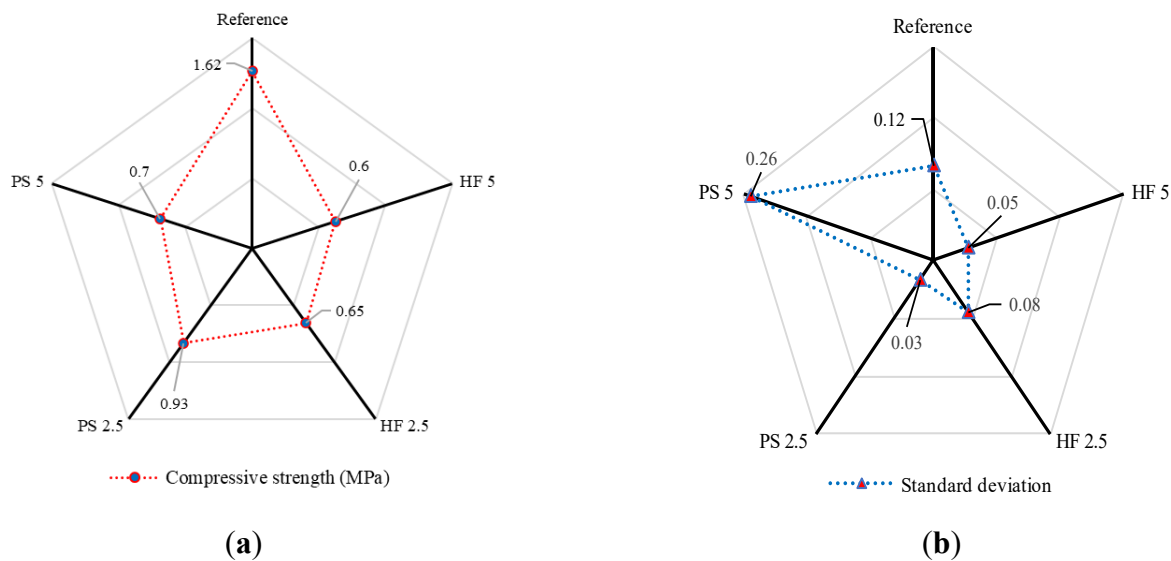


Figure 5.11 : (a) Compressive strength of fiber mortar; (b) standard deviation.

The compressive strength of the fiber mortar mixtures varies between 0.60 and 0.93 MPa, compared to 1.62 MPa of the control mixture. The obtained results revealed that the compressive strength is inversely proportional to the percentage of fibers. For example, the compressive strength decreased from 1.62 to 0.93 MPa (reduction of 43%) when 2.5% of PS fiber is used. In the case of 5% dosage, this reduction was 57% (decrease from 1.62 to 0.70 MPa). The same behavior was also observed for the mortar mixtures made with hemp fiber. Indeed, the presence of fibers in the material reduces its compactness due to the dependence between the intergranular porosity and the volume of vegetable particles in the material [34]. The increase in the void volume causes the embrittlement of the mechanical behavior and, consequently, reduces the compressive strength of the composite. In

addition, the increase in the vegetable particles content results in higher specific area and weak binder/fiber bond [55], thus resulting in low compressive strength of the material [53].

5.7 Conclusions

The experimental investigation presented in this study contributed novel natural fiber. The fiber was successfully extracted from date palm and characterized, then incorporated in mortar mixtures at different dosages. The effect of this fiber on the hydrothermal properties of the mortar was investigated. Based on the results presented in this paper, the following conclusions can be pointed out:

- The palm stem fibers (PS) have a rough and porous surface with a clear deposition of lignin, hemicellulose, and pectin on their surface. The microscopic observations revealed that PS fibers have a morphology similar to that of coir fibers and a complex microstructure of an assembly of elementary fibers having opened on their surfaces.
- The novel PS fibers are hygroscopic materials with high capillary condensation. The infusion of fibers significantly reduced their water absorption by up of 50%. In addition, their impregnation in hydrophobic resin reduced their hydrophilic character.
- The dry mortar mixtures incorporating 5% of PS and HF fibers exhibited low thermal conductivity in the order of 102 and 112 mW/(m.K), respectively, compared to 185 mW/(m.K) of the control mixture. In the case of wet mixture, this represents an increase of 245% and 200% compared to the control mortar (245 mW/(m.K) and 223 mW/(m.K)).
- The thermal conductivity of the mixture is affected not only by the percentage of fibers and their orientation in the matrix, but also by the water content of the material.
- The fiber mortar mixtures exhibited higher porosity and water absorption compared to the control mixture, regardless of the fiber content. Higher fiber content resulted in higher porosity and water absorption. This resulted in better moisture buffer capacity and lower thermal conductivity and compressive strength.
- The investigated fiber mortar mixtures exhibited an MBV greater than 2 [g/(%HR.m²)], regardless of the fiber content. The use of 5% of fibers resulted in the best moisture regulating behavior.

- The compressive strength of fiber mortar mixtures is inversely proportional to the percentage of fibers. The higher the percentage of natural fibers, the lower the compressive strength of the investigated mortar mixtures. This is mainly due to the reduction of compactness of the lime matrix and increase in porosity.

5.8 References

- [1] Panyakaew, S.; Fotios, S. New thermal insulation boards made from coconut husk and bagasse. *Energy Build.* 2011, 43, 1732–1739.
- [2] Korjenic, A.; Petránek, V.; Zach, J.; Hroudová, J. Development and performance evaluation of natural thermal-insulation materials composed of renewable resources. *Energy Build.* 2011, 43, 2518–2523.
- [3] Agoudjil, B.; Benchabane, A.; Boudenne, A.; Ibos, L.; Fois, M. Renewable materials to reduce buildings heat loss: Characterization of date palm wood. *Energy Build.* 2011, 43, 491–497.
- [4] Abdullah, H.M.; Latif, M.H.A.; Attiya, H.G. Characterization and determination of lignin in different types of Iraqi phoenix date palm pruning woods. *Int. J. Biol. Macromol.* 2013, 61, 340–346.
- [5] AlMaadeed, M.A.; Kahraman, R.; Khanam, P.N.; Madi, N. Date palm wood flour/glass fibre reinforced hybrid composites of recycled polypropylene: Mechanical and thermal properties. *Mater. Des.* 2012, 42, 289–294.
- [6] AlMaadeed, M.A.; Nógellová, Z.; Janigová, I.; Krupa, I. Improved mechanical properties of recycled linear low-density poly-ethylene composites filled with date palm wood powder. *Mater. Des.* 2014, 58, 209–216.
- [7] Bouguerra, A.; Ledhem, A.; de Barquin, F.; Dheilily, R.-M.; Quéneudec, M. Effect of microstructure on the mechanical and thermal properties of lightweight concrete prepared from clay, cement, and wood aggregates. *Cem. Concr. Res.* 1998, 28, 1179–1190.
- [8] Savastano Jr, H.; Warden, P.G.; Coutts, R.S.P. Potential of alternative fibre cements as building materials for developing areas. *Cem. Concr. Compos.* 2003, 25, 585–592.
- [9] Benmansour, N.; Agoudjil, B.; Boudenne, A.; Garnier, B. Numerical investigation of heat transfer of silver-coated glass particles dispersed in ethylene vinyl acetate matrix. *Int. J. Thermophys.* 2014, 35, 1803–1816.
- [10] Li, Z.; Wang, X.; Wang, L. Properties of hemp fibre reinforced concrete composites. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 2006, 37, 497–505.
- [11] Hernández-Olivares, F.; Bollati, M.; del Rio, M.; Parga-Landa, B. Development of cork-gypsum composites for building applications. *Constr. Build. Mater.* 1999, 13, 179–186.
- [12] Panesar, D.; Shindman, B. The mechanical, transport and thermal properties of mortar and concrete containing waste cork. *Cem. Concr. Compos.* 2012, 34, 982–992.

- [13] Bouguerra, A.; Amiri, O.; Ait-Mokhtar, A.; Diop, M.B. Sorption de l'eau et structure des pores de matériaux composites ci-ment-bois (Water sorptivity and pore structure of wood–cementitious composites). *Mag. Concr. Res.* 2002, 54, 103–112.
- [14] Pinto, J.; Paiva, A.; Varum, H.; Costa, A.; Cruz, D.; Pereira, S.; Fernandes, L.; Tavares, P.; Agarwal, J. Corn's cob as a poten-tial ecological thermal insulation material. *Energy Build.* 2001, 43, 1985–1990.
- [15] Zach, J.; Korjenic, A.; Pitránek, V.; Hroudová, J.; Bednar, T. Performance evaluation and research of alternative thermal in-sulations based on cheep wool. *Energy Build.* 2012, 49, 246–253.
- [16] Siddique, R. Properties of concrete incorporating high volumes of class F fly ash and san fibres. *Cem. Concr. Res.* 2004, 34, 37–42.
- [17] Jauberthie, R.; Rendell, F.; Tamba, S.; Cissé, I.K. Properties of cement–rice husk mixture. *Constr. Build. Mater.* 2003, 17, 239–243.
- [18] Nam, T.H.; Ogihara, S.; Kobayashi, S. Interfacial, Mechanical and Thermal Properties of Coir Fiber-Reinforced Poly(Lactic Acid) Biodegradable Composites. *Adv. Compos. Mater.* 2012, 21, 103–122.
- [19] Garikapati, K.P.; Sadeghian, P. Mechanical behavior of flax-lime concrete blocks made of waste flax shives and lime binder reinforced with jute fabric. *J. Build. Eng.* 2020, 29, 101187.
- [20] Hannant, D.J. *Fibre Cements and Fibre Concretes*; Wiley-Inter Sciences: New York, NY, 1978; p. 219.
- [21] Nguyen, T.T. *Contribution à L'étude de la Formulation et du Procédé de Fabrication D'éléments de Construction en Béton de Chanvre*. Ph.D. Thesis, Université Bretagne Sud, Lorient, France, 2010.
- [22] Cook, D.J.; Uher, C. The thermal conductivity of fibre-reinforced concrete. *Cem. Concr. Res.* 1974, 4, 497–509.
- [23] Ganjian, E. *Relationship between Porosity and Thermal Conductivity of Concrete*. Ph.D. Thesis, University of Leeds, Leeds, UK, 1990.
- [24] Hens, H. *Applied Building Physics*; Wilhelm Ernst & Sohn: Berlin, Germany, 2012.
- [25] Rashid, M.H.; Mallick, D.; Haque, T. Effects of aggregate types on thermal properties of concrete. *ARPN J. Eng. Appl. Sci.* 2012, 7, 900–906.

- [26] Cerezo, V. Propriétés Mécaniques, Thermiques et Acoustiques d'un Matériau à Base de Particules Végétales : Approche Expérimentale et Modélisation Théorique, Ph.D. Thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Villeurbanne, France, 2005.
- [27] Rahim, M.; Douzane, O.; Le, A.T.; Langlet, T. Effect of moisture and temperature on thermal properties of three bio-based materials. *Constr. Build. Mater.* 2016, 111, 119–127.
- [28] Li, X.; Tabil, L.G.; Oguocha, I.N.; Panigrahi, S. Thermal diffusivity, thermal conductivity, and specific heat of flax fiber–HDPE biocomposites at processing temperatures. *Compos. Sci. Technol.* 2008, 68, 1753–1758.
- [29] Dubois, V.; Leblanc, A.; Carpentier, O.; Alhaik, G.; Wirquin, E. Performances of flax shive-based lightweight composites with rapid hard-ening. *Constr. Build. Mater.* 2018, 165, 17–27.
- [30] Page, J.; Sonebi, M.; Amziane, S. Design and multi-physical properties of a new hybrid hemp-flax composite material. *Constr. Build. Mater.* 2017, 139, 502–512.
- [31] Al-Mohamadawi, A.; Benhabib, K.; Dheilily, R.-M.; Goullieux, A. Hygric Behavior of Cement Composites Elaborated with Flax Shives, a Byproduct of the Linen Industry. *Waste Biomass Valorization* 2019, 11, 5053–5066.
- [32] Feng, H.; Li, J.; Wang, L. Preparation of biodegradable flax shive cellulose-based superabsorbent polymer under microwave irradiation. *BioResources* 2010, 5, 1484–1495.
- [33] Grow2build Project, Brunel University (2013–2015), [Grow2Build | Brunel University London](#).
- [34] Benmahiddine, F.; Cherif, R.; Bennai, F.; Belarbi, R.; Tahakourt, A.; Abahri, K. Effect of flax shives content and size on the hygrothermal and mechanical properties of flax concrete. *Constr. Build. Mater.* 2020, 262, 120077.
- [35] Khazma, M.; Goullieux, A.; Dheilily, R.M.; Rougier, A.; Quéneudec, M. Optimization of flax shive-cementitious composites: Impact of different aggregate treatments using linseed oil. *Ind. Crop. Prod.* 2014, 61, 442–452.
- [36] Page, J.; Khadraoui, F.; Gomina, M.; Boutouil, M. Influence of different surface treatments on the water absorption capacity of flax fibres: Rheology of fresh reinforced-mortars and mechanical properties in the hardened state. *Constr. Build. Mater.* 2019, 199, 424–434.
- [37] Rahim, M.; Douzane, O.; Le, A.T.; Promis, G.; Laidoudi, B.; Crigny, A.; Dupre, B.; Langlet, T. Characterization of flax lime and hemp lime concretes: Hygric properties and moisture buffer capacity. *Energy Build.* 2015, 88, 91–99.

- [38] Rode, C.; Peuhkuri, R.; Time, B.; Svennberg, K.; Ojanen, T. Moisture Buffer Value of Building Materials. *J. ASTM Int.* 2007, 5, 1–12.
- [39] Sedan, D.; Pagnoux, C.; Smith, A.; Chotard, T. Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2008, 28, 183–192.
- [40] Momoh, E.O.; Osofero, A.I. Behaviour of oil palm broom fibres (OPBF) reinforced concrete. *Constr. Build. Mater.* 2019, 221, 745–761.
- [41] Boulos, L. Effet d'un Revêtement de Dioxyde de Zirconium sur la Durabilité des Fibres de lin en Milieu Cimentaire. Ph.D. Thesis, Université de Sherbrooke, Sherbrooke, QC, Canada, 2018.
- [42] NF EN 459, Norme Française. Chaux de Construction. Available online: (September 2015).
- [43] Ardanuy, M.; Claramunt, J.; García-Hortal, J.A.; Barra, M. Fiber-matrix interactions in cement mortar composites reinforced with cellulosic fibers. *Cellulose* 2011, 18, 281–289.
- [44] Issaadi, N.; Nouviaire, A.; Belarbi, R.; Aït-Mokhtar, A. Moisture Characterization of Cementitious Material Properties: Assessment of Water Vapor Sorption Isotherm and Permeability Variation According to their Ages. *Constr. Build. Mater.* 2015, 83, 237–247.
- [45] Maaroufi, M.; Bennai, F.; Belarbi, R.; Abahri, K. Experimental and numerical highlighting of water vapor sorption hysteresis in the coupled heat and moisture transfers. *J. Build. Eng.* 2021, 40, 102321.
- [46] AFPC-AFREM. Durabilité des Bétons-Mode Opérateur Recommandé: Détermination de la Masse Volumique Apparente et de la Porosité Accessible à L'eau, Compte Rendu des Journées Techniques AFPC-AFREM, Toulouse, (11–12 December 1997). Available online: (December 1997).
- [47] NF-EN12667. Performance Thermique des Matériaux et Produits Pour le Bâtiment—Détermination de la Résistance Thermique par la Méthode de la Plaque Chaude Gardée et la Méthode Flux Métrique-Produits de Haute et Moyenne Résistance Thermique (2001). Available online: (July 2001).
- [48] NF-EN12664. Performance Thermique des Matériaux et Produits Pour le Bâtiment—Détermination de la Résistance Thermique par la Méthode de la Plaque Chaude Gardée et la Méthode Fluxmétrique—Produits Secs et Humides de Moyenne et Basse Résistance Thermique (2001). Available online: (July 2001).

- [49] ASTM Committee, ASTM C109/ C109m—02 Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars, Annu. Book ASTM Stand. Available online: (May 1999).
- [50] Yan, L.; Chouw, N.; Huang, L.; Kasal, B. Effect of alkali treatment on microstructure and mechanical properties of coir fibres, coir fibre reinforced-polymer composites and reinforced-cementitious composites. *Constr. Build. Mater.* 2016, 112, 168–182.
- [51] Bennai, F.; Issaadi, N.; Abahri, K.; Belarbi, R.; Tahakourt, A. Experimental characterization of thermal and hygric properties of hemp concrete with consideration of the material age evolution. *Heat Mass Transf.* 2017, 54, 1189–1197.
- [52] Benmahiddine, F.; Bennai, F.; Cherif, R.; Belarbi, R.; Tahakourt, A.; Abahri, K. Experimental investigation on the influence of immersion/drying cycles on the hygrothermal and mechanical properties of hemp concrete. *J. Build. Eng.* 2020, 32, 101758.
- [53] Niyigena, C.; Amziane, S.; Chateauneuf, A. Multicriteria analysis demonstrating the impact of shiv on the properties of hemp concrete. *Constr. Build. Mater.* 2018, 160, 211–222.
- [54] Troppová, E.; Švehlík, M.; Tippner, J.; Wimmer, R. Influence of temperature and moisture content on the thermal conductivity of wood-based fibreboards. *Mater. Struct.* 2015, 48, 4077–4083
- [55] Parant, E. Mécaniques D’endommagement et Comportements Mécaniques d’un Composite Cimentaire Fibré Multiéchelle Sous Sollicitations Sévères : Fatigue, Choc, Corrosion. Ph.D. Thesis, École Nationale des Ponts et Chaussée, Champs-sur-Marne, France, 2003.

Chapitre 6: Hygro-thermo-mechanical behavior of a new generation of bio-based mortar

6.1 Avant-propos

➤ **Auteurs et affiliations**

Younes Zouaoui^{1,2,3}, Ferhat Benmahiddine^{2,3}, Ammar Yahia¹, Rafik Belarbi^{1,2,3}

- ¹ Department of Civil and Building Engineering, Université de Sherbrooke, 2500 Bd de university, Sherbrooke, QC J1K 2R1, Canada.
- ² Laboratory of Engineering Sciences for the Environment (LaSIE), UMR CNRS 7356, La Rochelle University, Avenue Michel Crépeau, CEDEX 1, 17042 La Rochelle, France.
- ³ 4ev Lab, EDF R&D, CNRS, LaSIE, La Rochelle University, Avenue Michel Crépeau, CEDEX 1, 17042 La Rochelle, France.

- **Titre de l'article:** Hygro-thermo-mechanical behavior of a new generation of bio-based mortar.
- **Journal:** Construction and building materials -Elsevier-.
- **Statut :** Soumis (en cours d'évaluations)

6.2 Résumé

Cette étude présente les propriétés hygro-thermomécaniques des mortiers fibrés avec des fibres de chanvre (HF) et une nouvelle génération de mortier hybride (HYB) innovante destinée à l'isolation thermique. Différentes fractions volumiques de fibres de chanvre et de billes de polystyrène ont été étudiées. Les résultats obtenus ont révélé que les mélanges de mortier HYB et HF présentent une faible conductivité thermique par rapport au mélange de référence. De plus, les mortiers HYB et HF ont montré des valeurs tampons hydriques (MBV) entre 2 [g/(%RH-m²)] et 3.0 [g/(%RH-m²)], ce qui

signifie que ces nouveaux matériaux peuvent être classés comme étant un excellent régulateur d'humidité (classification Nordtest). Comme prévu, les mortiers HF et HYB présentaient une porosité très élevée et une faible résistance à la compression, cette dernière est comprise entre 0,3 et 0,7 MPa. De plus, les observations microscopiques ont montré que les fibres de chanvre et les particules de polystyrène ont une bonne qualité d'adhérence à l'interface fibre/matrice et billes en polystyrène/matrice de chaux.

Mots-clés :

Propriétés hygro-thermomécaniques, mélanges de mortiers hybrides ; fibres végétales ; particules de polystyrène, capacité de tampon hydrique.

6.3 Abstract

This study presents the hygro-thermo-mechanical properties of innovative hemp fiber (HF) and hybrid (HYB) mortar mixtures intended for thermal insulation and construction filling. Different volume fractions of hemp fiber and polystyrene particles were investigated. Test results revealed that the HYB and HF mortar mixtures exhibit low thermal conductivity compared to the reference mixture. Also, the HYB and HF mixtures showed moisture buffer values (MBV) between 2 [g/(%RH-m²)] and 3.0 [g/(%RH-m²)], which means these new materials can be classified as excellent moisture regulators, according to the Nordtest standards. As expected, the HF and HYB mortars showed very high porosity and low compressive strength, ranging between 0.3 and 0.7 MPa. In addition, microscopic observations showed that the hemp fibers and polystyrene particles had a high level of adhesion in the lime matrix.

Keywords:

Hygro-thermo-mechanical properties, Hybrid mortar mixtures; Plant-based fibers; Polystyrene particles, Moisture buffer value.

6.4 Introduction

A building's energy demands are necessarily reduced by using high-performance insulating materials. Foams, glass wool, and polystyrene panels are the most commonly used materials because of their low cost. Polystyrene foam has been used in various thermal insulation applications [1-4]. Due to its high level of resistance to chemical agents and its low thermal conductivity, expanded polystyrene

(EPS) was used as an additive in cement-based materials to proportion lightweight concrete. EPS is reported to be a good choice for the production of lightweight concrete due to its improved moisture resistance for use in special applications. Compared to ordinary concrete, lightweight concrete has many advantages, including low density, low thermal conductivity, improved durability, and better sound insulation characteristics [5, 6]. However, EPS is often discarded after use, and because it is a non-biodegradable material, it remains present in nature for many years. Thus, developing a value-added hybrid mortar composed of both polystyrene balls and plant fibers can efficiently reduce energy consumption in buildings and protect the environment. Using plant-based fibers in EPS is a way to develop materials with a small environmental footprint while combining good hygrothermal and mechanical characteristics. Plant-based fibers are recyclable and reusable with minimal environmental impact. Furthermore, plant-based fibers are abundant and have good thermal and acoustic insulation properties compared to conventional industrial materials [7].

The combination of cellulosic filaments with building materials such as cement, lime, gypsum, and concrete reduce the thermal conductivity of the composite [8-25]. However, these composites have shown low compressive strength. The properties of composite materials that are reinforced by natural fibers are influenced by the shape, size, distribution, and orientation of fibers in the matrix, the bond between the fibers and matrix, the mixture design, the mixing efficiency, and the processing methods [8, 9]. It is reported that the presence of plant-based fibers improves the flexural strength of fiber-reinforced concrete [14; 26-28]. In addition to their high insulation capacity, natural fibers are excellent moisture regulators (MBV). For example, flax concrete mixtures are considered excellent moisture regulating materials [29]. The use of date palm stems in air-lime mortars resulted in eco-composites with low thermal conductivity and excellent MBV [30]. In this study, a new generation of hybrid mortar mixtures containing both hemp fibers and polystyrene balls are developed. Their hygrothermal and mechanical properties were assessed.

6.5 Materials and test methods

6.5.1 Materials

Hybrid mortar mixtures (HYB) were proportioned using polystyrene spherical particles, hemp fibers, and air lime, while the fiber mortar mixtures (HF) incorporated hemp fibers and air lime. The hemp fibers have a length of about 2 cm. The binder used in the composites is Tradical[®] PF70 lime, which

complies with NF 459 specifications [31]. In the case of HYB mortar mixtures, hemp fibers and polystyrene particles have been incorporated at an equal fraction of the volume. For example, a volume incorporation of 5% polystyrene and hemp fiber means it incorporates 2.5% polystyrene and 2.5% HF. The hemp fibers are introduced into the HF mortar mixtures at different dosages. Prior to the preparation of the HYB mixtures, the polystyrene particles were dry mixed with air lime to ensure acceptable homogeneity of the mixture (**Figure 6.1**). The investigated mixtures (HYB and HF) are summarized in **Tableau 6.1**.

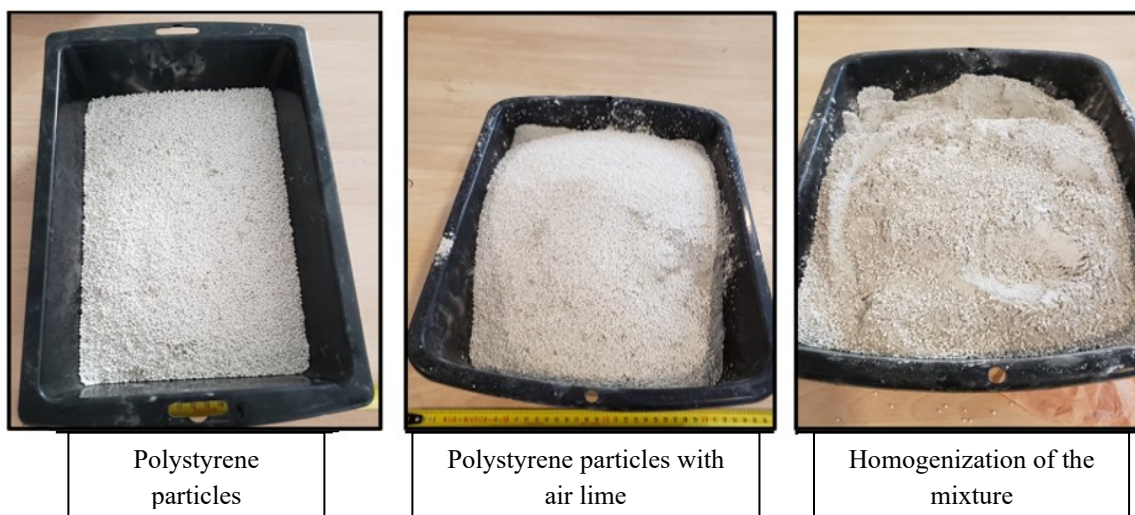


Figure 6.1 : Dry homogenization of polystyrene balls and lime.

Tableau 6-1: Identification of the investigated mixtures.

ID	Built-in element	Fiber content (% , by volume)
Référence	/	0
HF 2.5	Hemp Fibers	2.5
HYB 2.5	(Hemp Fibers + Polystyrene particles)	(1.25 + 1.25)
HF 5.0	Hemp Fibers	5.0
HYB 5.0	(Hemp Fibers + Polystyrene particles)	(2.5 + 2.5)

All the investigated mixtures were mixed using a vertical-axis Collomix XM 2-650 mixer. The mixing sequence consists first of mixing the water and fibers for 30 s. Half of the air lime and polystyrene particles are then added and mixed for 60 s. The remaining half will be added immediately after and mixed for the same duration as the first half. The mixer is then cleaned and the blend is left to stand for 60 seconds before being mixed for another 60 seconds. It is worth mentioning that the HF fibers have been saturated before their incorporation in the mixtures. For each mortar mixture, various 15

$15 \times 15 \text{ cm}^3$ prisms and $10 \times 10 \times 40 \text{ cm}^3$ were sampled to measure the hygrothermal properties. After seven days of casting, the samples were stored in a climate room with regulated temperature and relative humidity ($T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ and $\text{RH} = 50\%$). The porosity, adsorption/desorption isotherms, moisture buffer values (MBV), and compressive strengths of the investigated mixtures were determined. The different characterization techniques employed in this study are described below.

6.5.2 Test methods

The interface between the hemp fibers, polystyrene particles, and the lime matrix of HYB and HF mortar mixtures was analyzed using a Keyence[®] VHX-7000 digital microscope. The porosity was determined according to the AFPC-AFREM specifications [32] using $5 \times 5 \times 5 \text{ cm}^3$ cubic samples. The porosity was calculated using Eq. (6.1), as follows:

$$\varepsilon_p = \frac{M_{\text{air}} - M_{\text{dry}}}{M_{\text{air}} - M_{\text{water}}} * 100 (\%) \quad (6.1)$$

where M_{air} is the weight of the humid sample immediately after its removal from water, M_{dry} is the weight of the dry sample, and M_{water} corresponds to the hydrostatic weight of the water-saturated sample.

Furthermore, the thermal conductivity of the investigated mortar mixtures was assessed using the λ -meter Ep500e, which is based on the guarded hot plate method [33, 34]. For each mixture, the thermal conductivity was measured at three different temperatures of $10 \text{ }^\circ\text{C}$, $23 \text{ }^\circ\text{C}$, and $40 \text{ }^\circ\text{C}$. The $15 \times 15 \times 5 \text{ cm}^3$ prism sample is placed between two plates with different temperatures. The thermal conductivity was then deduced from the electrical power (UI) and the temperature gradient between the two plates (DT) using Eq. (6.2).

$$\lambda = \frac{U.I.e}{\Delta T.A} \left(\frac{W}{m.K} \right) \quad (6.2)$$

where 'e' is the thickness of the sample and 'A' is the exchange surface.

The adsorption/desorption isotherms of mortar mixtures were measured using the ProUmid SPS device. Mortar samples with dimensions of 1 cm^3 were placed in the climatic chamber of the ProUmid and exposed to different levels of relative humidity at a temperature of $23 \text{ }^\circ\text{C}$. The adsorption/desorption isotherms were obtained from the mass variation (gain/loss) of the samples at equilibrium. The tested samples were first dried at $40 \text{ }^\circ\text{C}$ under a vacuum until mass stabilization was

achieved. Additionally, the moisture buffering (MBV) capacity was measured according to the Nordtest protocol [35]. The MBV describes the material's ability to moderate changes in the relative humidity of the ambient air. The MBV test involves exposing the samples to daily relative humidity cycles simulating those encountered in buildings. The $10 \times 10 \times 5 \text{ cm}^3$ samples were subjected to relative humidities of 75% and 33% for 8 h and 16 h, respectively. The samples were previously conditioned at a temperature of 23 °C and a relative humidity of 50% to reach equilibrium. According to Nordtest classifications, MBV values of 2 and up describe a material with excellent moisture buffering capacity, as shown in **Figure 6.2**.

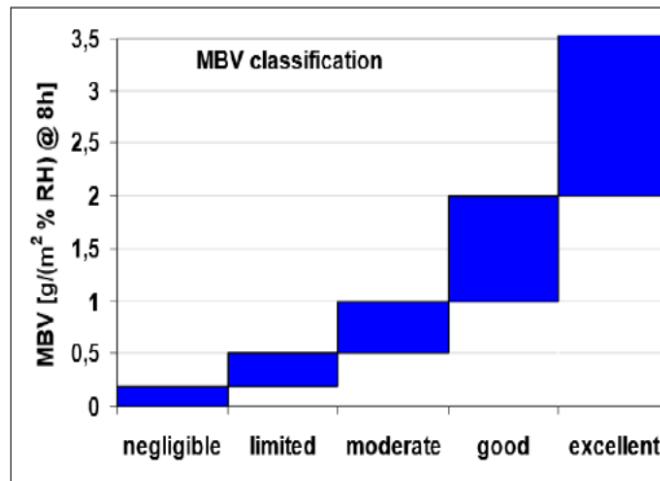


Figure 6.2 : Nordtest project classification of materials versus Moisture Buffer Values [35].

The MBV of the material can be calculated using Eq. (6.3), as follows:

$$MBV = \frac{\Delta m}{A(HR_{max} - HR_{min})} \quad (6.3)$$

Where MBV [g/(%HR.m²)] is the Moisture Buffer Value, Δm [g] is the mass variation during the adsorption/desorption phases, A [m²] is the exposed sample surface area, and HR_{max} and HR_{min} (%) are the maximum and minimum relative humidity applied during humidification and drying cycles, respectively. The compressive strength of the investigated mortar mixture was measured according to the ASTM C109 specifications [36] using $5 \times 5 \times 5 \text{ cm}^3$ samples. Each reported value corresponds to a mean value determined using three different samples.

6.6 Results and discussion

The obtained results are discussed in terms of the quality of the interface between the fibers and polystyrene particles and the mortar matrix, and hygro-thermo-mechanical properties of HYB and HF mortar mixtures.

6.6.1 Microscopic observations on the interfacial zones of the composite

As can be observed in **Figure 6.3**, the fiber and polystyrene particles in the matrix are well distributed, which reflects the efficiency of the mixing procedure. Microscopic images showed good adhesion between the polystyrene particles and the matrix **Figures 6.3 (b); (d)**. This may be due to the rough structure of the polystyrene. It is reported that polystyrene particles are characterized by a cellular structure that only contains polystyrene around their edges and are empty inside, as shown in **Figure 6.4** [37]. The walls of these cells are extremely thin with some polystyrene residue on the surface, which enhances bonding with the matrix. Also, this fiber structure favors the penetration of lime and provides additional bonding to the matrix. Like the polystyrene particles, the hemp fibers also bonded well with the matrix, but slight delamination between the fibers and the matrix was observed, as shown in **Figure 6.4 (c)**. This is probably due to the dimensional variation of the hemp fibers due to humidity variation (swelling/shrinking).

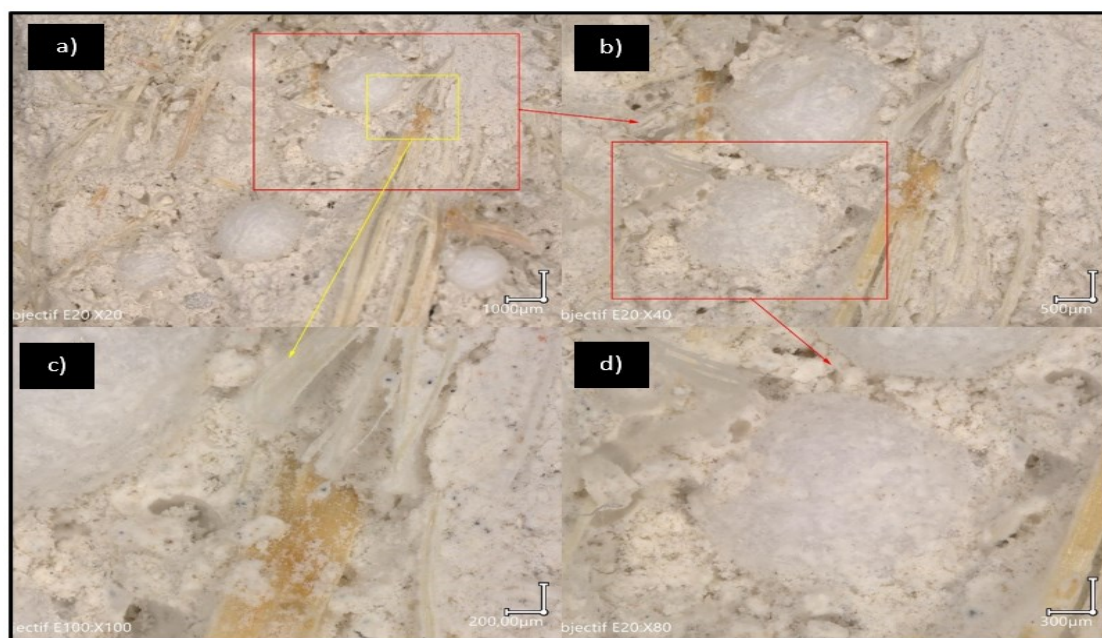


Figure 6.3 : Microscopic observations of the HYB mortar mixture, including a) Hemp fiber and

polystyrene particle distribution, b) Bond quality between the matrix and fibers/polystyrene; c) Hemp fiber/matrix (air lime) interfacial zone; d) Polystyrene particles/matrix interfacial zone.

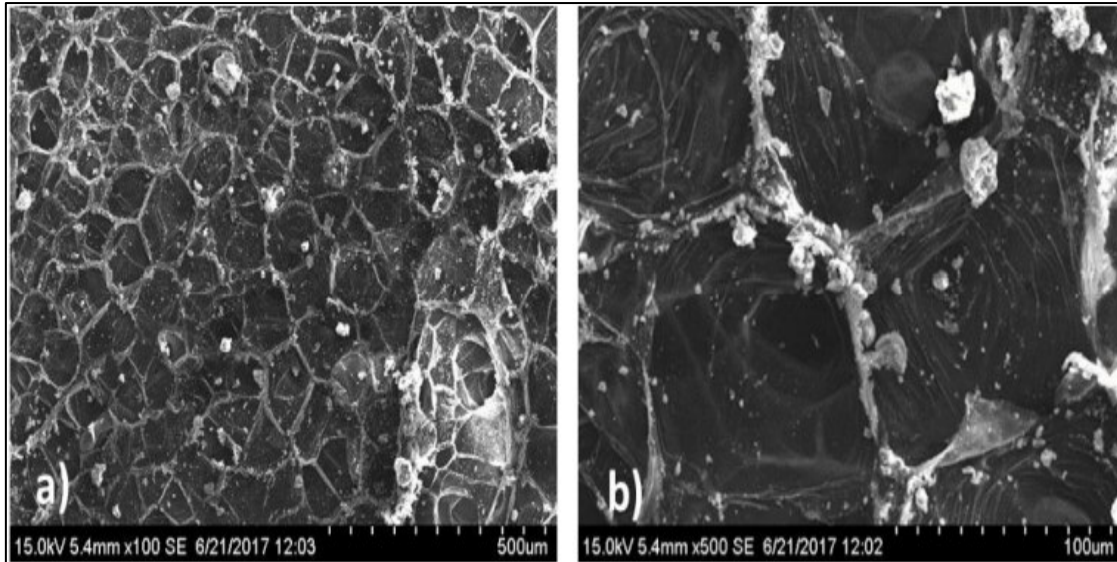


Figure 6.4 : SEM image of polystyrene ball with a magnification of (a) x100 and (b) x500 [37].

6.6.2 Porosity assessment of HF and HYB materials

For each of the investigated HYB and HF mortar mixtures, the total porosity was examined according to the AFPC-AFREM specifications [32] using three different samples. The obtained mean porosity and the corresponding standard deviation are shown in Figure 6.5.

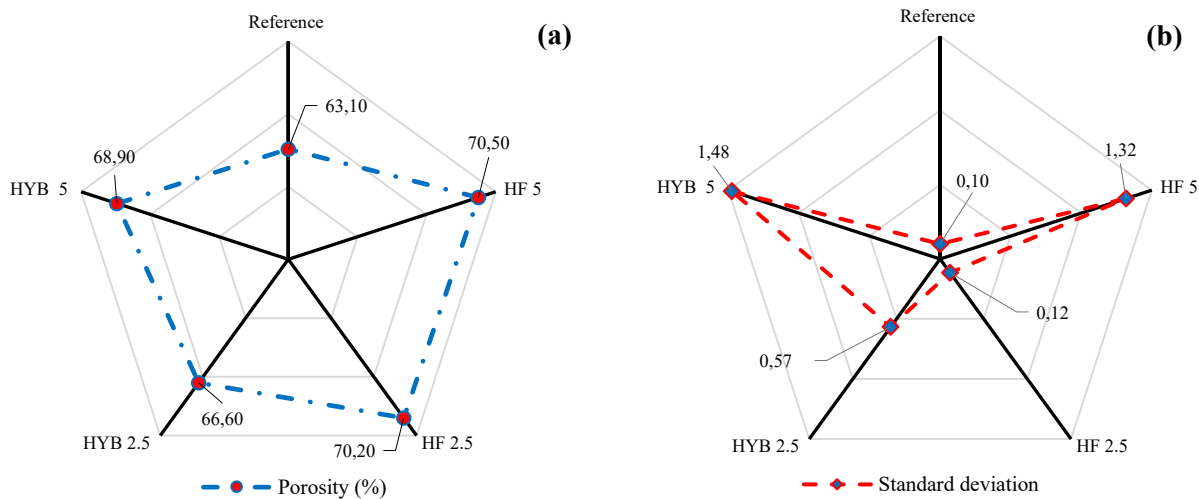
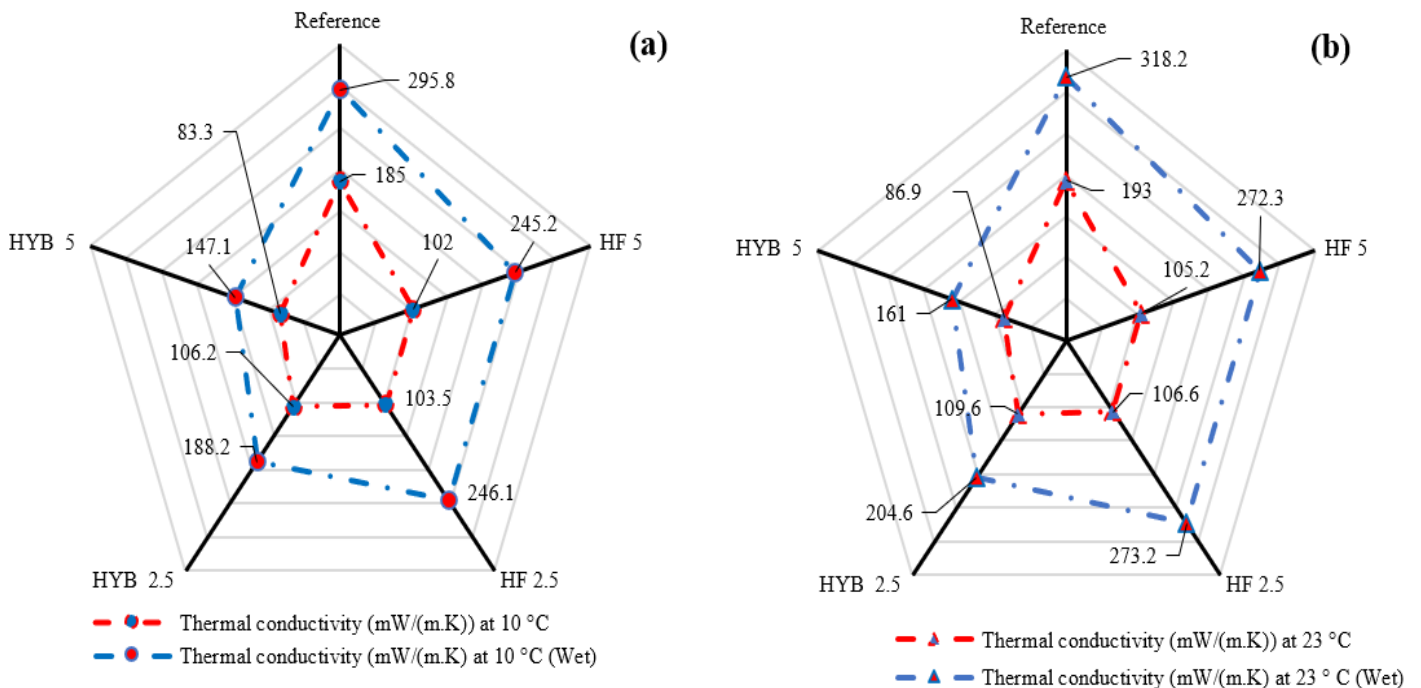


Figure 6.5 : (a) Porosity of the HYB and HF mortar mixtures and (b) Standard deviation.

As can be observed, the incorporation of hemp fibers increased the total porosity of the matrix from 63% to 71% (an increase of about 12%). The increase in hemp fibers from 2.5% to 5.0% did not result in a significant change in the total porosity. The HF mortar mixtures were more porous than the HYB mortars. This is probably due to the additional pores of hemp fibers and the inter-particle porosity observed in the microscopic observations between the fiber and the matrix **Figures 6.3 (a) (c)**. This agrees with observations reported in the literature on palm (70%), hemp (71%), and flax (74%) concrete mixtures [29, 30, 38, 39]. However, the addition of 2.5% polystyrene particles and HF in HYB mixtures resulted in a total porosity of 67%. The increase in polystyrene and HF content increased the total porosity to 69%. Indeed, increasing the content of polystyrene and fibers increased the heterogeneity of the mixture, which resulted in the higher porosity of the composite. This could be advantageous if there is a positive effect on the thermal conductivity.

6.6.3 Effect of fiber and polystyrene on thermal conductivity

The thermal conductivity evolution of mortars in dry and wet states is presented in **Figure 6.6**. As mentioned earlier, the thermal conductivity of the investigated HYB and HF mortar mixtures was measured at three different temperatures (10 °C, 23 °C, and 40 °C). For each mixture, an average of three measurements was presented.



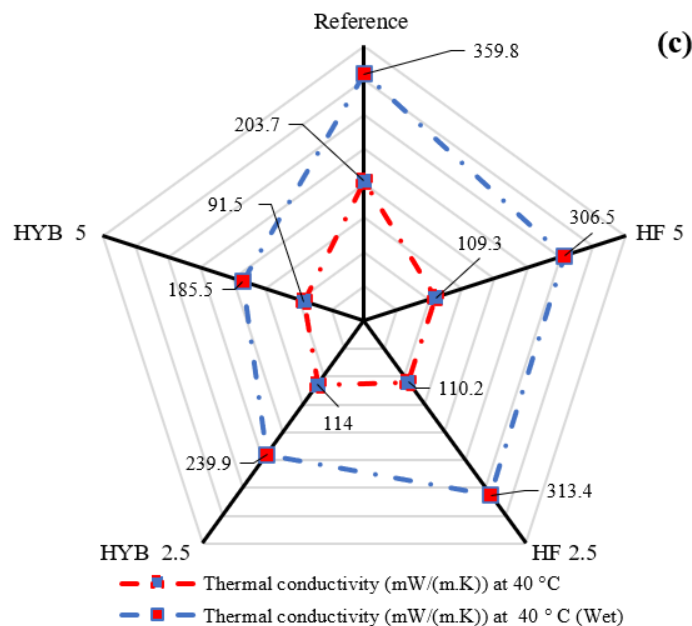


Figure 6.6 : Evolution of thermal conductivity of HYB and HF mortar mixtures at different temperatures, including (a) 10 °C, (b) 23 °C, (c) 40 °C.

Dry HF and HYB mortar mixtures showed low thermal conductivity compared to the reference mortar. For example, at 10 °C, the thermal conductivity of the reference mixture is about 185 mW/(mK), while the thermal conductivity of HF 5 and HF 2.5 mixtures is about 102 mW/(mK) and 103.5 mW/(mK), respectively, which is a reduction of about 45% compared to the reference mortar. However, the thermal conductivity of HYB 5 and HYB 2.5 mixtures is about 83.3 mW/(mK) and 106.2 mW/(mK), respectively, which is a reduction of 55% and 42% compared to the reference mortar. The reduction of the thermal conductivity of HF mortars compared to the reference mortars is due to the low thermal conductivity of HF fibers, which contribute substantially to reducing the thermal conductivity of the composite. Similar behavior has been observed in the mortar mixtures incorporating palm, hemp, or flax that considerably reduced the thermal conductivity of the composites [29, 30, 39]. The low thermal conductivity of HYB is due to the combined effect of the hemp fibers and polystyrene balls. Indeed, the insulating character of hemp fibers and polystyrene strongly contributed to dampening the heat transmission through the material and consequently, to reducing the thermal conductivity of the composite. Moreover, the combination of both polystyrene particles and hemp fibers gave some heterogeneity and complexity to the composite's microstructure, reducing the thermal conductivity of the composite. Similar behavior was also observed with the mixtures at temperatures of 23 °C and 40 °C.

Furthermore, the obtained results revealed that increasing the percentage of fibers and polystyrene particles considerably affects the thermal conductivity of hybrid mortars. Indeed, at a temperature of 10 °C, the thermal conductivity of the hybrid mortars went from 106 mW/(m.K) for HYB 2.5 to 83% for HYB 5, which corresponds to a reduction of about 22%. This is due to the insulating character of the fibers and the polystyrene materials, as well as to the heterogeneity of the mixture, as mentioned above.

As we see in the results of Figure 6.7, the thermal conductivity of the studied materials was measured in dry and wet states. In order to measure the thermal conductivity of wet composites, the test specimens were immersed in water until saturation, then wrapped in a stretch film to keep the water from evaporating from the specimen during measurement. Subsequently, the thermal conductivity of the wet specimens was measured at temperatures of 10 °C, 23 °C, and 40 °C. As expected, the obtained results (Figure 6.6 (a), (b), (c)) showed that the samples' water content significantly affects the thermal conductivity of the studied materials (Reference, HYB, and HF mortars). Indeed, compared to the reference material, an increase in thermal conductivity of about 240% and 176% was recorded for HF 5 and HYB 5, respectively. A similar trend was observed in the cases of HF 2.5 and HYB 2.5. This is due to the decrease in air following the increase of moisture in the tested specimens. In fact, the thermal conductivity of water is almost 24 times that of air ($\lambda_{\text{water}} = 600 \text{ mW/m.K}$ and $\lambda_{\text{air}} = 25 \text{ mW/m.K}$ at 25 °C), which leads the mixture to be more thermally conductive. Thus, the thermal conductivity of HYB and HF fiber reinforced mortars is proportional to its water content. The thermal conductivity tests showed a low standard deviation between 0.11 and 2.5, reflecting good measurement repeatability.

6.6.4 Adsorption/desorption isotherms of the investigated materials

For each investigated mixture, the adsorption/desorption isotherms were measured using two samples of 1 cm³. The adsorption/desorption isotherm curves for the investigated HYB and HF mortar mixtures are shown in Figure 6.7.

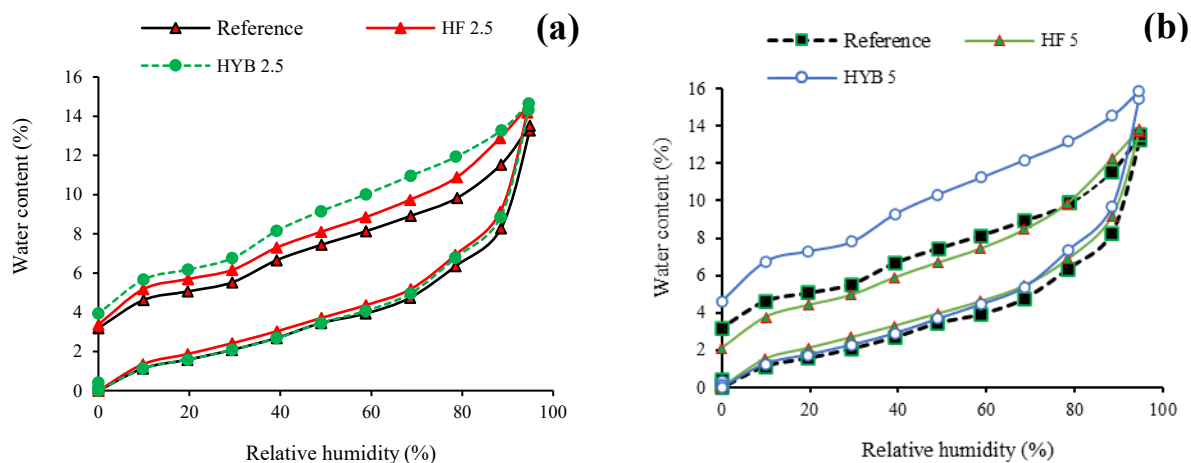


Figure 6.7 : Sorption isotherms of HYB and HF mortar mixtures with different fiber contents, including (a) 2.5% and (b) 5%.

As observed in **Figure 6.7**, the incorporation of plant-based fibers and polystyrene particles significantly influenced the adsorbed water content. At 94% RH, a 10% increase in moisture content was observed in the case of HYB 2.5 and HF 2.5 mixtures compared to the reference mortar. Indeed, the cellulosic filaments are highly hygroscopic materials and their adsorption capacity can be up to three times their mass [39]. Thus, their presence increases the water adsorption capacity of composites. The adsorption/desorption isotherms of HF and HYB mortar mixtures containing 5% fibers and polystyrene particles (**Figure 6.7 (b)**) were higher than those of the reference mixture. Moreover, the results obtained showed that HYB 5 has a higher adsorption rate than HF 5. These results contradicted our expectations. We expected to have a higher adsorption rate than the fibered mortars considering the highly hydrophilic character of the plant-based fibers. This behavior is probably due to the heterogeneity of the mixture. Indeed, the water adsorption of composites does not only depend on the fiber content, but also on the heterogeneity and complexity of their microstructure, porosity, pore connectivity, and capillary pore distribution. Further testing may be required to investigate the pore structure and distribution to better understand this phenomenon and provide a more thorough explanation. It is worth mentioning that the hybrid mortar mixtures showed larger and more random areas under the sorption hysteresis loop compared to fiber mortar and reference mortar mixtures. This is probably due to the complex microstructure of these materials and the presence of both hemp fibers and polystyrene particles, which largely determines the hysteresis phenomenon. Indeed, the presence of fibers and polystyrene particles with irregular surfaces influences the interparticle porosity of the matrix, which modifies their microstructure and pore-size distribution. As the Law of Laplace states,

due to the "ink-bottle" effect, water can be trapped in fibers, at the fibers-matrix interface, between the polystyrene particles, and inside the small capillary pores, so taking water from these pores may require relatively higher pressure, which results in a larger hysteresis loop. Moreover, during the desorption phase, the process of emptying large pores starts only after the process of emptying the small pores, which explains the difference between the observed hysteresis curves [29, 30, 38].

6.6.5 Moisture buffer value (MBV)

The average MBV values measured on the studied materials according to the Nordtest protocol [35] and their standard deviations are presented in **Figure 6.8**.

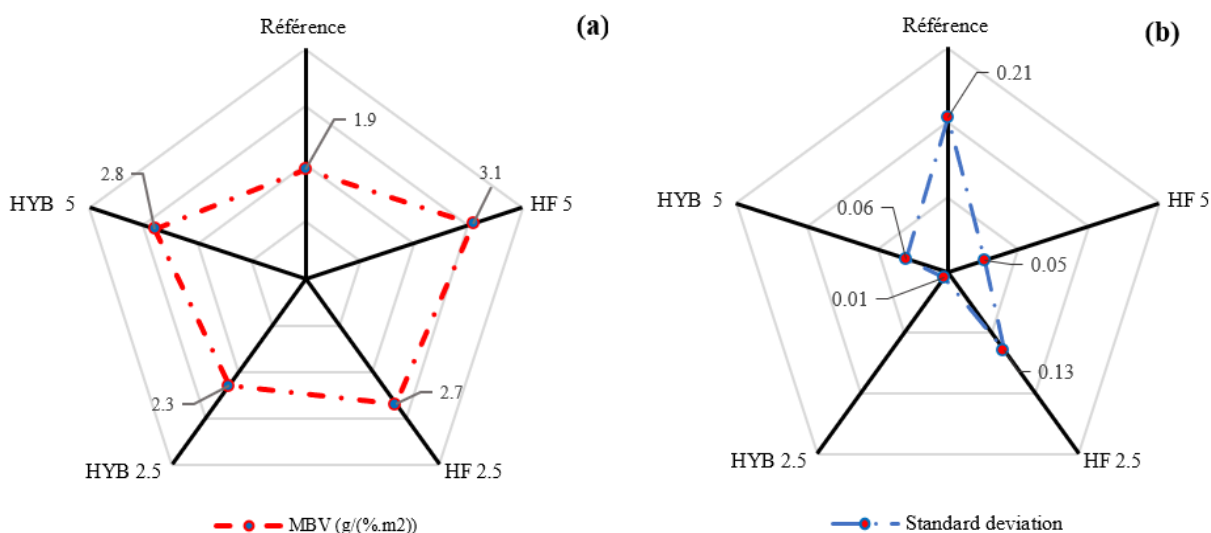


Figure 6.8 : (a) Moisture buffer value (MBV) of HYB and HF mortar mixtures, (b) Standard deviations.

The obtained results showed that the investigated HYB and HF mortar mixtures responded well to the moisture variation. In fact, the HYB and HF mortar mixtures showed an MBV greater than 2 [g/(%RH·m²)], which means that these materials are excellent moisture regulators according to the Nordtest classifications (**Figure 6.2**). However, HF mortar mixtures performed better than the HYB mixtures. HF mortars are composed solely of hemp fibers as opposed to HYB mixtures, which contain both plant-based fibers and polystyrene particles. The hydrophilic character of hemp fibers led to higher adsorption and storage of water, which helps better regulate the humidity. These results agree with those reported in the literature [29, 30, 38, 39]. Plant-based materials, including flax, palm stems, and hemp concrete, are shown to be excellent moisture regulators. In the case of HYB mortar mixtures,

the presence of polystyrene particles reduces the water buffering capacity because of their very low water adsorption rate and hydrophobic character. Indeed, lightweight concrete developed with polystyrene particles revealed an MBV value of about 0.55 [g/(%HR-m²)] [40], which designates a limited material according to the Nordtest classification [35]. However, combining hemp fibers with polystyrene particles in a hybrid mixture is a promising way to improve the natural regulating capacity of the composite. Furthermore, the obtained results showed that increasing the fiber content considerably increases the storage capacity of wet material, regardless of the mortar type (i.e. HYB or HF). This confirms the ability of HF and HYB mortar mixtures to regulate humidity variations in living environments.

6.6.6 Compressive strength

The compressive strength values of HYB and HF mortar mixtures measured according to ASTM C109 [36] are shown in **Figure 6.9**.

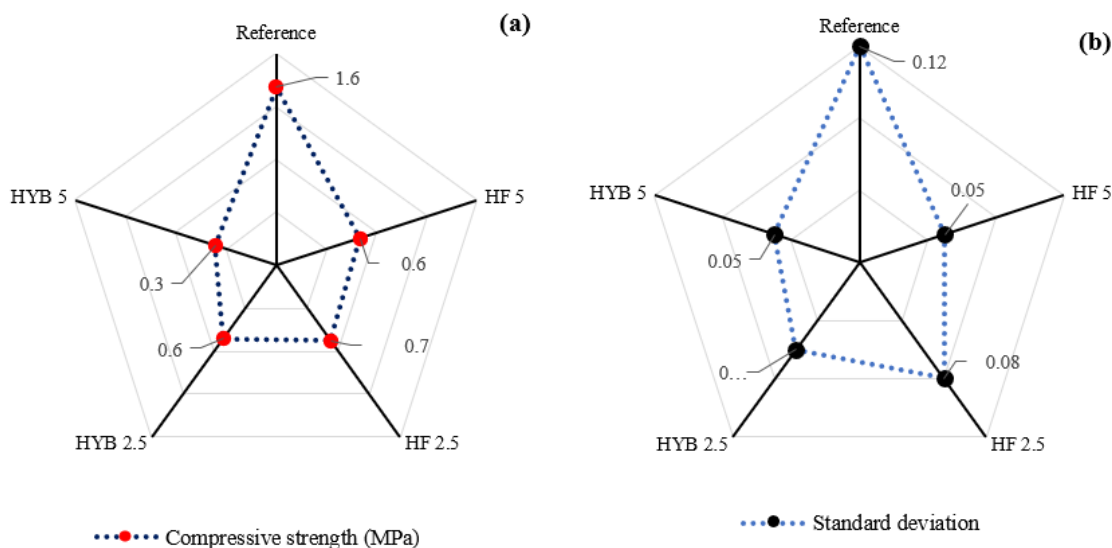


Figure 6.9 : (a) Compressive strength of HYB and HF mortar mixtures and (b) standard deviation.

As expected, the HYB and HF mortar mixtures had a lower compressive strength of 0.3 MPa to 0.7 MPa than the control mixture (i.e. without fiber) of 1.6 MPa. The compressive strength is inversely proportional to the percentage of fibers and polystyrene particles in HF and HYB mixtures. Indeed, the presence of fibers and polystyrene particles reduces the compactness of the lime matrix, which reduces the compressive strength. This behavior is similar to the behavior of cementitious materials.

As reported in the literature, incorporating fibers in concrete reduces its compressive strength and increases its porosity and heterogeneity [41]. Having shown that, it is worth noting that the lightweight filling and insulating materials do not require high compressive strength. Indeed, a minimum compressive strength may be required to support its own weight during installation and during its service life.

6.7 Conclusions

The experimental investigation presented in this study contributed to the development of a new generation of hybrid mortar mixtures that can be used as filling thermal insulating materials. The effect of plant-based fibers and polystyrene particles on the mixtures' hygrothermal properties was investigated. Based on the results presented in this paper, the following conclusions can be made:

- The thermal conductivity of the investigated mortar mixtures is greatly influenced not only by the content of fiber and polystyrene particles, but also by their water content.
- The hybrid (HYB5) and hemp fiber (HF5) mortar mixtures in a dry state showed low thermal conductivity of 83.3 and 102 mW/(m.K), respectively, compared to 185 mW/(m.K) for the reference mix. However, in a wet state, hybrid and fibered mortars showed higher thermal conductivity.
- Although hybrid and hemp fiber mortar mixtures are good thermal insulators, hybrid mixtures had better insulating characteristics.
- Hemp fiber mortar mixtures showed higher water porosity than hybrid mixtures. Higher fiber content resulted in higher porosity and water adsorption.
- The use of hemp fibers and polystyrene particles resulted in a mortar mixture with MBV higher than 2 [g/(%RH-m²)], which designates an excellent moisture regulating material. Incorporating plant-based fibers in a matrix that contains polystyrene balls increases the adsorption capacity of HYB mortars and consequently improves their capacity for moisture regulation.
- The hemp and polystyrene mortar mixtures showed acceptable compressive strength according to the requirements of lightweight and insulation materials. A higher plant-based fiber and polystyrene particle content resulted in a greater reduction in compressive strength due to higher porosity.

6.8 References

- [1] F. Kalmár, Energy analysis of building thermal insulation. In: 11th Conference for Building Physics. 2002 Sept 26–30, Dresden, Germany, pp. 103–112.
- [2] Á. Lakatos, F. Kalmár, Analysis of water sorption and thermal conductivity of expanded polystyrene insulation materials. *Building Services Engineering Research and Technology*, 34(4) 407–416.
- [3] Á. Lakatos, F. Kalmár, Investigation of thickness and density dependence of thermal conductivity of expanded polystyrene insulation materials. *Materials and Structures*, 46: 1101–1105.
- [4] S. Schiavoni, F. D’Alessandro, F. Bianchi, F. Asdrubali, Insulation materials for the building sector: A review and comparative analysis. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 62 (2016) 988–1011.
- [5] W. Chen, H. Hao, D. Hughes, Y. Shi, J. Cui, Z. Li, Static and dynamic mechanical properties of expanded polystyrene. *Materials and design*, 69 (2015) 170-180.
- [6] J. S. Horvath, Expanded Polystyrene (EPS) geofoam: An introduction to material behavior. *Geotextiles and Geomembranes* 13, (1994) 263-280.
- [7] S. Zhang, Y. Lia, Z. Zheng, Effect of physiochemical structure on energy absorption properties of plant fibers reinforced composites: Dielectric, thermal insulation, and sound absorption properties. *Composites Communications*.10(2018) 163-167.
- [8] N. Benmansour, B. Agoudjil, A. Boudenne, B. Garnier, Numerical investigation of heat transfer of silver-coated glass particles dispersed in ethylene vinyl acetate matrix. *International Journal of Thermophysics* (2014) 35:1803-1816.
- [9] Z. Li, X. Wang, L. Wang, Properties of hemp fibre reinforced concrete composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 37 (2006) 497–505.
- [10] F. Hernández-Olivares, M.R. Bollati, M. del Rio, B. Parga-Landa, Development of cork-gypsum composites for building applications. *Construction and Building Materials* 13 (1999) 179–186.
- [11] D. K. Panesar, B. Shindman, The mechanical transport and thermal properties of mortar and concrete containing waste cork. *Cement and Concrete Composites* 34 (2012) 982–992.
- [12] A. Bouguerra, O. Amiri, A. Ait-Mokhtar, M.B. Diop, Water sorptivity and pore structure of wood–cementitious composites, *Magazine of Concrete Research* 54 (2002) P 103–112.

- [13] J. Pinto, A. Paiva, H. Varum, A. Costa, D. Cruz, S. Pereira, L. Fernandes, P. Tavares, J. Agarwal, Corn's cob as a potential ecological thermal insulation material. *Energy and Buildings* 43 (2011) P1985–1990.
- [14] K. P. Garikapati, P. Sadeghian, Mechanical behavior of flax-lime concrete blocks made of waste flax shives and lime binder reinforced with jute fabric. *Journal of Building Engineering*. 29 (2020) 101-187.
- [15] D.J. Hannant *Fibre cements and fibre concretes*, Wiley-Inter sciences. New York (1978) 219 P.
- [16] T.T. Nguyen, Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre. Thèse de Doctorat. Université Bretagne Sud (2010) P 168.
- [17] D.J. Cook, C. Uher. The thermal conductivity of fibre-reinforced concrete. *Cement and Concrete Research*. 4 (1974) P 497-509.
- [18] E. Ganjian, Relationship between porosity and thermal conductivity of concrete, PhD Thesis. University of Leeds UK (1990).
- [19] H. Hens, *Applied Building Physics*, Berlin. Wilhelm Ernst & Sohn. (2011).
- [20] M. K. Howlader, M. H. Rashid, D. Mallick, T. Haque. Effects of aggregate types on thermal properties of concrete, *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*. 7 (2012) P 900-906.
- [21] V. Cerezo, Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales : approche expérimentale et modélisation théorique, Thèse de Doctorat. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. France (2005) P242.
- [22] M. Rahim, O. Douzane, A.D. Tran Le, T. Langlet, Effect of moisture and temperature on thermal properties of three bio-based materials, *Construction and Building Materials*, 111 (2016) P 119-127.
- [23] X. Li, L.G. Tabil, I.N. Oguocha, S. Panigrahi, Thermal diffusivity, thermal conductivity, and specific heat of flax fiber-HDPE biocomposites at processing temperatures *Composites Sciences and technology*. 68 (2008) P 1753–1758.
- [24] V. Dubois, A. Leblanc, O. Carpentier, G. Alhaik, G.; E. Wirquin, Performances of flax shive-based lightweight composites with rapid hardening. *Construction and Building Materials* 165(2018), 17–27.
- [25] H. Feng, J. Li, L. Wang, Preparation of biodegradable flax shive cellulose-based superabsorbent polymer under microwave irradiation, *BioResources* 5 (2010) 1484–1495.

- [26] R. Siddique, Properties of concrete incorporating high volumes of class F fly ash and san fibres, *Cement and Concrete Research* 34 (2004) P 37–42.
- [27] R. Jauberthie, F. Rendell, S. Tamba, I.K. Cissé, Properties of cement–rice husk mixture. *Construction and Building Materials* 17 (2003) P 239–243.
- [28] T. H. Nam, S. Ogihara, S Kobayashi, Interfacial, Mechanical and Thermal Properties of Coir Fiber-Reinforced Poly(Lactic Acid) Biodegradable Composites. *Advanced Composite Materials* 21 (2012) P 103–122.
- [29] F. Benmahiddine, R. Cherif, F. Bennai, R. Belarbi, A. Tahakourt, K, Abahri, Effect of flax shives content and size on the hygrothermal and mechanical properties of flax concrete. *Constr. Build. Mater.* 2020, 262, 120077.
- [30] Y. Zouaoui, F. Benmahieddine, A. Yahia, R. Belarbi, Hygrothermal and Mechanical Behaviours of Fibers Mortar: Comparative Study between Palm and Hemp. *Energies* 2021, 14(21), 7110.
- [31] NF EN 459, norme française. Chaux de construction.
- [32] AFPC-AFREM - Durabilité des bétons-Mode opératoire recommandé : Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau, *Compte rendu des journées techniques AFPC-AFREM*, Toulouse, (11-12 décembre 1997).
- [33] NF-EN12667, Performance thermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode flux métrique-Produits de haute et moyenne résistance thermique (2001).
- [34] NF-EN12664, Performance thermique des matériaux et produits pour le bâtiment - Détermination de la résistance thermique par la méthode de la plaque chaude gardée et la méthode fluxmétrique - Produits secs et humides de moyenne et basse résistance thermique (2001).
- [35] C. Rode, R, Peuhkuri, B. Time, K, Svennberg, T, Ojanen, Moisture Buffer Value of Building Materials. *J. ASTM Int.* 2007, 5, 1–12.
- [36] ASTM Committee , ASTM C109/ C109m - 02 standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars , *Annu. Book ASTM Stand.*
- [37] M. Maaroufi, F. Bennaï, R. Belarbi, K. Abahri, Experimental and numerical highlighting of water vapor sorption hysteresis in the coupled heat and moisture transfers. *J of Building Engineering* (IF 3.379).

- [38] F. Bennai, N. Issaadi, K. Abahri, R. Belarbi, A. Tahakourt, Experimental characterization of thermal and hygric properties of hemp concrete with consideration of the material age evolution. *Heat Mass Transf.* 2017, 54, 1189–1197.
- [39] F. Benmahiddine, F. Bennai, R. Cherif, R. Belarbi, A. Tahakourt, K. Abahri, Experimental investigation on the influence of immersion/drying cycles on the hygrothermal and mechanical properties of hemp concrete. *Journal of Building Engineering* 2020, 32, 101758.
- [40] M. Maaroufi, R. Belarbi, K. Abahri, F. Benmahiddine, Full characterization of hygrothermal, mechanical and morphological properties of a recycled expanded polystyrene-based mortar. *J Construction and Building Materials* 301(2021)124310.
- [41] E. Parant, Mécaniques D'endommagement et Comportements Mécaniques d'un Composite Cimentaire Fibré Multiéchelle Sous Sollicitations Sévères: Fatigue, Choc, Corrosion. Ph.D. Thesis, École Nationale des Ponts et Chaussée, Paris, France, 2003.

Chapitre 7 : Conclusion générale et perspectives

7.1 Conclusions générales

L'objectif général de cette étude est de développer des biocomposites à faible empreinte environnementale destinés à des applications dans le domaine du bâtiment. Étant donné que les fibres végétales sont des matériaux renouvelables et recyclables avec un faible bilan carbone, leur association à diverses matrices telles que la chaux et le ciment présentent un bon moyen pour développer des composites durables, écologiques et économiques. Cependant, l'utilisation des fibres végétales à leur état brut dans la matrice cimentaire a donné lieu à l'apparition de problèmes notamment le retard de prise de la pâte cimentaire et la cristallisation et la rigidification des fibres. Afin de résoudre ces problèmes, plusieurs traitements ont été proposés et une large campagne de caractérisation a été entreprise.

Afin d'évaluer les performances hygrothermiques et mécaniques des mortiers fibrés et hybrides formulés, plusieurs pourcentages de fibres végétales et de billes en polystyrènes ont été évalués. Les mortiers fibres et hybrides fabriqués ont été sujets à une large campagne de caractérisation. La conductivité thermique, les isothermes de sorptions, la capacité de tampon hydrique et les résistances mécaniques des mortiers ont été mesurées. Ainsi, cette étude nous a permis de mettre la lumière sur les performances des fibres végétales dans les matrices cimentaires, et les paramètres influençant leurs propriétés hygrothermiques et mécaniques.

➤ **Extraction et traitement des fibres végétales**

- Les fibres extraites des tiges de palmier dattier ont présenté d'excellentes résistances à la traction. Cette dernière peut atteindre 800 MPa pour un diamètre de 0,4 mm.
- Les observations microscopiques ont révélé que les fibres de palmier ont une morphologie similaire à celle des fibres de coco. Ces fibres ont une microstructure complexe et sont composées d'un assemblage de fibres unitaires. De plus, les observations ont montré que les fibres ont une surface rugueuse et poreuse avec un dépôt net de lignine, d'hémicellulose et de pectine à leur surface.
- Les fibres de palmier ont présenté un taux d'absorption à l'eau très élevé. Ce dernier est dû à une teneur élevée de certains constituants des fibres, notamment l'hémicellulose et les pectines.

- L'imprégnation des fibres végétales dans une résine hydrophobe réduit considérablement leur taux d'absorption à l'eau. La fine couche de résine hydrophobe déposée à la surface des fibres empêche la pénétration de l'eau à l'intérieure de la fibre.
- Le traitement des fibres par infusion réduit jusqu'à 50% leur taux d'absorption. Grâce à ce traitement, les particules hydrophiles sont extraites de la fibre, ce qui réduit le taux d'absorption des fibres.

➤ **Effet des fibres sur le retard de prise et la rhéologie de la pâte cimentaire**

- L'association des fibres végétales à la matrice cimentaire conduit à un important retard de prise de la pâte cimentaire. L'infusion des fibres semble être un bon moyen pour extraire les particules végétales présentes sur les fibres et responsables du retard de prise de la pâte cimentaire. L'utilisation des liquides filtrés issus de l'infusion des fibres comme eau de gâchage augmente la période dormante de la pâte cimentaire. Cependant, les liquides issus de la deuxième infusion des fibres ont montré une période dormante presque similaire à celle de la pâte référence.
- Les liquides issus de l'infusion des fibres de palmier dattier causent une période dormante plus importante que ceux issus de l'infusion des fibres de chanvre. Ces derniers contiennent une teneur plus importante des particules végétales, en l'occurrence les polysaccharides, qui fixent le calcium et qui affectent l'apparition du gel C-S-H.
- Les pâtes cimentaires fabriquées à partir des liquides issus de l'infusion des fibres ont montré une contrainte de cisaillement plus élevée que la pâte référence, en particulier après 60 min de conservation. La présence de polysaccharides et d'impuretés contribue à augmenter les points de contact entre les particules, augmentant ainsi la résistance à l'écoulement, c'est-à-dire la contrainte de cisaillement. De plus, ces pâtes ont montré une viscosité apparente relativement plus élevée comparativement au mélange témoin.

➤ **Mortiers fibrés cas de matrice cimentaire**

- Les mortiers fibrés avec 0,5% de fibres de chanvre et de palmier ont montré une meilleure résistance à la flexion comparativement au mortier témoin. Les fibres présentes dans les mélanges reprennent les chargements appliqués et contribuent à l'augmentation globale de la résistance à la flexion du composite. Les deux mortiers fibrés (chanvre et palmier) ont montré des valeurs de flexion similaire.
- L'augmentation du pourcentage de fibres ne garantit pas une meilleure résistance à la flexion des composites à l'exception des mortiers fibrés avec des fibres de palmier. En générale, une nette diminution de la résistance à la flexion des mortiers fibrés a été observée pour tous les spécimens fibrés avec 1,5% et 2% de fibres.
- Les mortiers fibrés avec 0,5% de fibres de palmier et conservés durant 7 jours dans une cure sèche ont montré une meilleure résistance à la flexion comparativement aux autres types de mortiers. Dans une cure sèche, les fibres végétales agissent comme un réservoir d'eau et libèrent l'eau absorbée. Cette dernière contribue à l'hydratation du ciment et à l'amélioration de la résistance à la flexion du mélange. Ainsi, les fibres végétales contribuent au murissement interne de la matrice cimentaire.
- Les mortiers fibrés et conservés dans une cure humide ont montré une résistance à la flexion inférieure à celle du mortier référence à l'exception des mortiers fibrés avec 0,5% de fibres de chanvre et de palmier testés après 7 jours de conservation.

➤ **Comportement hygrothermique des mortiers fibrés**

- Les mortiers fibrés ont montré une conductivité thermique inférieure à celle du mortier de référence. L'augmentation du pourcentage des fibres affecte considérablement la conductivité thermique du composite. En effet, les mortiers fibrés avec 5% de fibres de chanvre et de palmier ont montré une conductivité thermique inférieure à celle des mortiers fibrés avec 2,5 % de fibres. Ainsi, l'augmentation du pourcentage des fibres végétales est inversement proportionnelle à la conductivité thermique.
- La conductivité thermique du matériau ne dépend pas uniquement de la concentration des fibres, mais elle dépend aussi de l'état du matériau et de la température du milieu.

- Les composites fibrés ont montré une porosité et un taux d'absorption à l'eau supérieure à celle du mortier référence. Les mortiers fibrés avec 5% de fibres de chanvres et de palmier ont montré une porosité légèrement supérieure aux mortiers fibrés avec 2,5% de fibres. L'association des fibres végétales avec la chaux conduit à une certaine hétérogénéité du mélange, ce qui donne lieu à l'apparition d'un nombre important de pores. Ainsi, l'augmentation de la teneur en fibres est proportionnelle à la porosité à l'eau.
- Les résultats obtenus ont montré que les mortiers ont un MBV supérieur à 2 [g/(%HR.m²)], ce qui permet de les classer comme étant d'excellent régulateur d'humidité. La présence des fibres végétales dans les composites a permis d'accroître la valeur MBV du composite. De plus, grâce à leur taux d'absorption élevé, les mortiers fibrés avec les fibres de palmier ont montré un meilleur comportement MBV comparativement aux mortiers fibrés avec des fibres de chanvre.
- Les composites développés ont présenté de très faibles résistances à la compression. Les résultats obtenus ont montré que l'augmentation du pourcentage des fibres conduit à une diminution de la résistance à la compression du mélange. Ceci est principalement dû à la réduction de la compacité de la matrice de chaux et à l'augmentation de la porosité. Ces matériaux sont des matériaux de remplissage et ne nécessitent qu'un minimum de résistance à la compression.

➤ **Comportement hygrothermique des mortiers hybrides**

- La combinaison des fibres de chanvre bille en polystyrène semble être un bon moyen pour développer des composites isolants. Les mortiers hybrides avec 5% de fibres de chanvre et de bille en polystyrène ont montré une faible conductivité thermique comparativement aux mortiers fibrés avec des fibres de chanvre. Le caractère isolant des billes en polystyrène réduit considérablement la conductivité thermique du composite.
- Les résultats obtenus ont montré que l'augmentation du pourcentage de fibres conduit à la réduction de la conductivité thermique des composites, et ce quel que soit le type de mortier hybride ou fibré. L'impact de la teneur en fibres et des billes en polystyrènes est plus apparent dans le cas des mortiers hybrides.

- La conductivité thermique des mortiers hybrides est affectée non seulement par le pourcentage de billes de polystyrène et de fibres végétales, mais aussi par la teneur en eau du matériau et la température dans du milieu.
- Malgré la faible densité des billes en polystyrène, les observations microscopiques ont montré un bon encrage des billes dans la matrice de chaux. La structure en nid d'abeille des particules en polystyrène a favorisé la pénétration du liant à l'intérieur de ces orifices, ce qui a permis d'accroître la qualité d'adhérence des billes en polystyrène/chaux aérienne.
- Les mortiers fibrés ont montré un taux d'absorption à l'eau supérieure à celui des mortiers hybrides. L'augmentation de la concentration du pourcentage des fibres de chanvre et des billes en polyester a entraîné une augmentation totale de la porosité du mélange.
- Avec un MBV supérieur à 2 [g/(%HR.m²)], les mortiers hybrides sont classés parmi les excellents matériaux régulateurs d'humidité. Bien que les billes en polystyrène possèdent un caractère hydrophobe, leur combinaison avec les fibres végétales semble être un bon moyen pour augmenter le taux d'absorption du composite et, par conséquent, son MBV.
- Les composites développés ont présenté de très faibles résistances à la compression. L'augmentation du pourcentage des fibres conduit à une diminution de la résistance à la compression du mélange. Ceci est principalement dû à la réduction de la compacité de la matrice de chaux et à l'augmentation de la porosité.
- Les mortiers hybrides possèdent une résistance à la compression inférieure aux mortiers fibrés et de référence. Cette dernière est due à la présence à la fois des billes en polystyrène et des fibres végétales. Leur présence réduit la compacité de la matrice.

➤ Durabilité des fibres végétales

- Les fibres de palmier sont vulnérables dans les milieux cimentaires. Les observations microscopiques ont montré que la présence d'une grande quantité d'hydrates à la surface de la fibre. La présence de ces hydrates cause la modification des caractéristiques des fibres et l'endommagement chimique de la lignine et de l'hémicellulose. De plus, la cristallisation de la fibre conduit à la perte de sa résistance à la traction.
- L'imprégnation des fibres de palmier dans la résine hydrophile puis leur imbibition dans la fumée de silice présente un bon moyen d'accroître leur durabilité dans la matrice cimentaire. Une fine couche protectrice constituée de résine et de fumée de silice est formée à la surface

de la fibre. La présence de cette dernière empêche l'intrusion des hydrates à l'intérieure de la fibre, et par conséquent, évite sa détérioration par rigidification et cristallisation. De plus, la présence de la fumée de silice à la surface des fibres interagi avec la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) et forme les silicates de calcium hydratés C-S-H. Ce phénomène conduit à l'amélioration de la qualité d'adhérence à l'interface fibres/matrice cimentaire.

7.2 Perspectives

À travers les travaux réalisés dans cette étude, nous dressons ci-dessous une liste de suggestions qui pourraient apporter des réponses et explications plus approfondies sur les performances des fibres végétales dans le domaine du bâtiment. Ces suggestions sont résumées comme suit :

- Dans cette étude, nous avons pu extraire des fibres végétales issues de la valorisation des tiges de palmier dattier. Cependant, il serait intéressant de classer ces fibres en fonction leur diamètre, longueur, résistance à la traction afin de pouvoir les commercialiser.
- Le protocole de broyage des tiges de palmier dattier a permis l'extraction des fibres de palmier dattier. Toutefois, il serait judicieux de mettre un nouveau protocole de broyage, qui consiste à broyer les tiges jusqu'à l'obtention d'une poudre de palmier dattier. La poudre obtenue sera utilisée soit comme ajout cimentaire, matériau d'isolation, agent viscosant ou retardateur de prise.
- Les différents constituants des fibres végétales ont été obtenus qualitativement en utilisant la technique FTIR. Toutefois, cette technique ne permet pas de mesurer les différents pourcentages de concentration des fibres, notamment la cellulose, l'hémicellulose, la lignine et les pectines. De ce fait, il serait plus judicieux d'utiliser d'autres techniques de caractérisations plus poussée, telle que la chromatographie à phase liquide.
- Dans cette étude nous avons utilisé la résine hydrophobe pour réduire le caractère hydrophile des fibres végétales. Bien que les résultats obtenus étaient satisfaisants, d'autres approches, telle que l'imprégnation des fibres végétales dans la paraffine, peut être intéressante.
- Dans ces travaux de recherche, nous avons montré que les fibres végétales sont vulnérables dans les milieux alcalins. L'imprégnation des fibres de palmier dans la résine hydrophobe puis son imbibition dans la fumée de silice a permis de développer une fine couche protectrice autour de

la fibre. Cette dernière empêche l'hydrolyse et la cristallisation de la fibre. Cependant, la mise en place d'une approche plus écologique en substituant la fumée de silice par la poudre de verre, tout en gardant le même protocole expérimental, présente une solution prometteuse.

- Pour atténuer le problème de durabilité des fibres, la carbonatation des mortiers fibrés est fortement recommandée. La carbonatation consiste à réduire le pH de la matrice cimentaire de 12.5 à 9. Avec un pH réduit, les fibres végétales sont moins exposées à une dégradation alcaline.
- Nous avons évoqué dans ce manuscrit l'effet des fibres végétales sur le durcissement interne de la matrice cimentaire. De ce fait, il est judicieux de consacrer une étude portant sur l'effet des fibres végétales sur le durcissement interne, et ce dans les milieux secs, arides et semi-arides. De plus, il serait opportun d'étudier le comportement des fibres végétales à l'écaillage et aux cycles de gel-dégel.
- Les mortiers fibrés et hybrides ont montré une faible conductivité thermique. Cependant, l'augmentation de la concentration des fibres végétales et/ou des billes en polystyrène peut aboutir à une réduction plus significative de la conductivité thermique.
- Il serait opportun de développer des panneaux d'isolant fabriqués avec des mortiers hybrides et fibrés et les soumettre à différentes sollicitations météorologiques.

Annexe A : Performance evaluation of palm stems fibers in cement-based materials

➤ **Auteurs et affiliations**

Younes. Zouaoui¹. Ammar, Yahia¹. Slimane, Metiche²

¹2500 Boulevard de l'Université, Sherbrooke, QC J1K 2R1, Canada

²Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene

- **Titre de l'article :** Performance evaluation of palm stems fibers in cement-based materials
- **Journal :** Academic Journal of Civil Engineering
- **Références:** Y. Zouaoui¹, A. Yahia¹, S. Metiche². Performance evaluation of palm stems fibers in cement-based materials. Academic Journal of Civil Engineering, 37(2), 57-64. DOI: <https://doi.org/10.26168/icbbm2019.8>.

Abstract

Natural fibers, including cellulose, bamboo, hemp, have good mechanical and thermal properties, and they are renewables and recyclables. Recent advances regarding the use of natural fibers in cement composite showed that their behavior is depended on their structure, chemical composition, and their position in the vegetable. Therefore, the use of natural fibers in cement composite presents important challenges. For example, their hydrophilic character and vulnerability in alkaline environment have to be solved. The objective of this investigation is to characterize and evaluate the performance of date palm stems (pedicel) fibers in cement-based materials. Two different types of natural fiber, including hemp and date palm stems (pedicel) fibers, were evaluated. Both types of fiber have been subjected to several chemical treatments to reduce their high hydrophilicity and increase their durability. The obtained results showed that palm stems fibers have good mechanical properties.

Furthermore, the chemical treatment of fiber using hydrophobic resin reduced the hydrophilic character of the fibers, hence resulting in improving the bond between fibers and matrix.

Keywords:

Cement-based materials, chemical treatments, durability, natural fibers, rheology.

1. Introduction

The use of natural fibers in concrete is one of the most technical advance in recent years. Natural fibers have good mechanical and thermal properties, and they can reduce shrinkage of cement-based materials. For example, their use in cement-based materials is very effective in controlling plastic shrinkage [BOGHOSSIAN 2008]. For example, the use of 0.3%, by volume, of hemp fibers reduced plastic shrinkage and crack width by 99% [KAWASHIMA 2011]. Also, they are renewables and recyclables. In addition, their incorporation in cement matrix helps preserve the environment. Indeed, the use of hemp fibers help to produce eco-friendly composite materials that can sequester significant quantities of CO₂. The experimental wall made with lime-hemp concrete (LHC) was found to have a total carbon sequestration of 275.7 kg of CO₂ per 1 m³. On the other hand, in the context of ecological and sustainable developments, natural fibers present a good opportunity, because cellulose alone presents 40% of the biosphere. Recent advances regarding the use of natural fibers showed that their behavior in cement composite is depended on their structure, chemical composition, and their position in the plant, i.e. internal part of the stem or the external one. On the other hand, the behavior of these fibers is affected by the interactions between the fibers and the cement matrix, because of their important hydrophilic character, which increase their vulnerability in alkaline. For example, the natural fibers, especially cellulose, hemicellulose, lignin and pectin, can degrade in high pH medium, such cement-based matrix, which results in their fragmentation [ROMIDO 2000]. This degradation can be due to the crystallization of the portlandite inside the lumen, hence leading to the loss of tensile strength of fibers. In addition, the hemp fibers may contain high amount of pectin that can fix calcium and hydroxyl ions on their surfaces. This fixation can be responsible of delaying setting time and hindering the CSH formation [Sedan 2008]. The objective of this investigation is to characterize and evaluate the performance of palm stems (PS) fibers in cement-based materials. Rheological measurements and microstructural observations were carried out. A commercial hemp fiber is also

considered for comparisons purposes. Both types of fibers have been subjected to several chemical treatments to improve their durability.

2. EXPÉRIMENTAL PROGRAM

2.1 Extraction of PS fibers

PS fibers are extracted from date palms. First, the stems (pedicels) are collected and cut to different lengths. The stems were then stored in a controlled room temperature for 48 hours before the extraction process. The stems are placed in a disk mill (Photos 1-4) and subjected to different preparation processes to optimize the geometry of fibers. After several trial and error tests, the best quality of fibers was obtained by using 30 g of PS and grinding for 60 sec.

2.2 Infusion of PS and hemp fibers in water

For both PS and hemp fibers, a given quantity of PS and hemp fibers is immersed in 1.5 L and boiled during 45 min. Two different concentrations of fibers of 10 g and 20 g were used for the first infusion test. After 45 min of immersion, a filtration process was carried out to collect the filtrated liquid. The fibers were kept at room temperature for 48 hours. A second infusion was carried out on the infused fibers and the filtered liquid was collected (Photo 5). The water collected from the two infusions was used separately to proportion cement paste mixtures.

2.3 Fibers treatments

Different fiber treatments were carried out on PS and hemp fibers. The treatment methods are 1) Thermal treatment by infusing fibers in boiling water, 2) Immersing fibers in a hydrophobic resins type, and 3) Combined treatment that consists in immersing fibers in varathane hydrophobic resin followed by imbibition in silica fume suspension. Before the impregnation of the fibers in the resin, their absorption was determined. The water absorption rate of the fibers was calculated using Eq. (1).

$$\dot{A} (\%) = \frac{M_f - M_i}{M_f} \quad (1)$$

Where, A is the percentage of absorption (%), M_i and M_f are the initial and final masse values of fiber, respectively.

The fibers were then dried and placed in a controlled room temperature. After 48 hours, the dried fibers were impregnated in the hydrophobic resin for 10 minutes and then dried in air for 2 hours. In the case of combined treatment, the PS and hemp fibers are impregnated in the hydrophobic resin for 10 minutes. The fibers are then removed from the resin and impregnated directly into the silica fume for 24 hours.

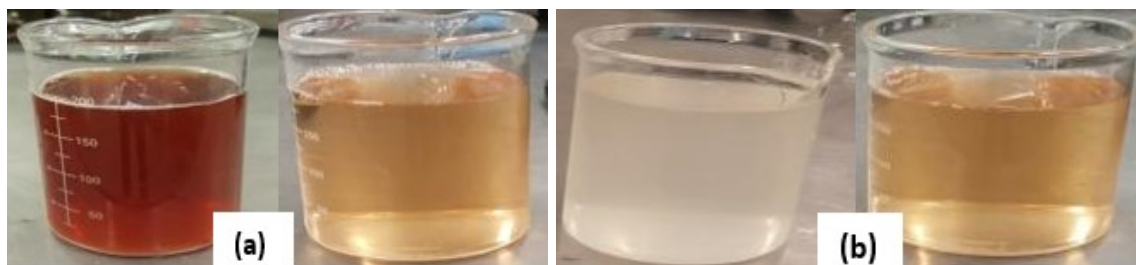


Photo 5 : Liquid filtered after infusion of a) PS fibers
and b) hemp



Photo 1 : Salvaged date pedicels



Photo 2 : Cut palm stalk



Photo 3 : Mill components



Photo 4 : Palm stem fibers.

2.4. Characterizations of PS fibers

The morphology of fibers was determined using a scanning electron microscope (SEM) equipped with an energy spectroscopy (EDS). Furthermore, the tensile strength and elongation of 6-cm length fibers are determined according to ASTM C1557-14 Standard using a ProLine test machine (Photo 6).



Photo 6 : Tensile tests on fibers.

2.5. Cement paste mixtures

The various cement paste mixtures were prepared using general use cement (GU). The physical and chemical compositions of GU cement and silica fume are summarized in Table 1. The paste mixtures were proportioned using a water-to-cement ratio (W/C) of 0.45. In addition to the calorimetry evaluation (ASTM C1702), rheological measurements were carried out on cement paste mixtures using a coaxial cylinders viscometer with serrated surfaces. The diameters of the outer and inner cylinders are 28.911 mm and 26.660 mm, respectively, hence providing a shear gap of 1.126 mm. The rheological measurements were carried out at 10 minutes and 1 hour after the first contact between liquid and cement. All rheological measurements were made at a temperature of 25 °C. The flow curves were determined using the protocol presented in Fig.1. The duration of each shear step was optimized to ensure a complete breakdown. The yield stress and plastic viscosity values were estimated using the modified Bingham model (Eq. 2):

$$\tau = \tau_o + \mu_p \dot{\gamma} + C\dot{\gamma}^2 \quad (2)$$

Where, τ_o is the shear stress (Pa), μ_p is the plastic viscosity (Pa.s), and $\dot{\gamma}$ is the shear rate (s^{-1}).

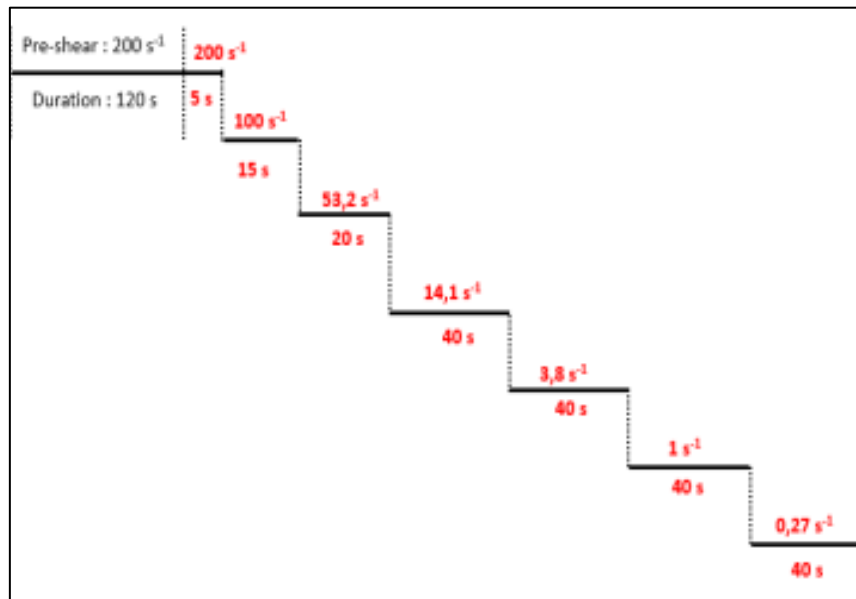


Figure 1: Experimental protocol for rheological measurements.

3 RESULTS AND DISCUSSIONS

The obtained results will be discussed in terms of fiber characteristics, calorimetry measurements and rheology of cement paste prepared with filtered liquid from fibers.

3.1 Fiber characteristics

The images obtained using the SEM scanning electron microscope (Fig. 2) showed that the PS fibers have a rough and porous structure. On the other hand, the absorption tests revealed that both PS and hemp fibers showed high absorption of around 150%, which is consistent with literature (Figs. 3 and 4). However, the impregnation of fibers in the hydrophobic resin (treated PS) reduced their absorption (reduction between 62 and 82%), regardless of the time of immersion. The evolution of absorption with time of treated fibers can be attributed to the presence of micro-cracks between fibers and resin, which increases the rate of absorption of the fibers with time.

3.2 Tensile strength of fibers

Tensile strength and Young modulus were determined on PS fibers having diameters varying between 200 and 426 μm . The PS fibers showed excellent tensile strength (Table 2) value of up to 800 MPa. The Young's modulus of fibers is varying between 20 and 36 GP. It is worthy to mention the high variation observed in measuring tensile strength of fiber, which is probably due to the variation of fiber diameters.

3.3 Calorimetry and rheological measurements

Calorimetry and rheological measurements were carried out on cement paste mixtures proportioned using liquid obtained from the first and second filtration processes. The instantaneous heat and cumulative heat values are presented in Figs. 5 and 6, respectively. As can be observed, the use of liquid filtered from PS and hemp fibers resulted in higher instantaneous hydration peak (Fig. 5) compared to reference mixture. This phenomenon may be due to the alkaline hydrolysis of polysaccharide and impurity of the fibers, which increases the heat. Generally, this trend is common in high-purity nano-cellulosic and bacterial nanocellulose medium [Gomez 2013], [Onuaguluchi 2014]. Indeed, it is reported that the alkaline hydrolysis of cellulose, which is an exothermic reaction, can promote hydration of cement.

The calorimetry results obtained on paste mixtures prepared with first and second filtered liquids obtained after infusion of 20 g of fibers are summarized in Fig.7. On the other hand, the results of mixtures prepared using the first filtered liquid using 10 and 20 g of fibers are presented in Fig. 8.

As can be observed (Fig. 7), cement paste mixture prepared with filtered liquid from PS fiber (first infusion) resulted in higher dormant period compared to those made with hemp fiber and reference mixtures. However, the use of filtered liquid from the second infusion resulted in lower dormant period. This phenomenon may be due to the presence of a large amount of polysaccharide and impurity in the filtered liquid (from the first infusion). The presence of polysaccharides contained in fibers can form a protective layer around cement particles, which contribute in delaying cement hydration and setting. For example, the pectin in fibers can delay cement hydration [SEDAN 2008]. The use of PS fibers may results in higher dormant period than hemp fibers. Results presented in Fig. 8 revealed that the increase in dosage of fibers leads to a significant delay in setting of cement paste (Fig. 8). Boiling fiber in water during an optimum time seems to be efficient in extracting polysaccharides from PS fibers and reduce their impact on cement hydration.

The flow curves and variation of apparent viscosity presented in Figs. 9 revealed higher stress (flow resistance) of cement paste mixtures proportioned with filtered liquids from fibers, especially after 60 min of age. However, all the investigated mixtures showed a comparable yield stress, regardless of the type and dosage of fibers. On the other hand, the use of liquid from the infusion of PS and hemp fibers induced a relatively higher apparent viscosity at low shear rate and pseudoplastic response, regardless of the duration of infusion. The presence of polysaccharide particles contribute in increasing the contact points between particles, hence increasing the shear stress. Further analysis, such as liquid chromatography, are necessary to determine the chemical composition of filtered liquids.

Tab. 1: Chemical composition of cement and silica fume

(%)	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	Other oxides
Cement GU	20.4	0.2	4.4	2.5	2.1	62.0	0.0	0.8	3.8	0.2
Silica fume	94.2	0.0	0.3	0.1	0.3	0.8	0.1	0.5	0.0	0.5

Tab. 2: Properties of PS fibers

-	Diameter (um)	E (GPa)	ΔL	Tensile (MPa)	Standard deviation (MPa)
PS fibers	<u>Min - Max</u> 200 - 426	<u>Min - Max</u> 20.2 - 35.8	<u>Min - Max</u> 1.64 - 2.60	<u>Min - Max</u> 229 - 804	105

3.4. Effect of fiber imbibition in silica fume

As can be observed in Fig. 13, the incorporation of PS fibers in cement matrix resulted in the formation of portlandite inside their lumens and cause their degradation. On the other hand, the images of fibers taken after their soak in silica fume are shown in Fig. 14. It is worthy to mention that EDX analysis were performed to identify the chemical composition of the constituents. The obtained images showed that after their imbibition in silica fume suspension, large amounts of C-S-H are deposited on their surfaces, and no portlandite was found. The immersion of fibers in silica fume suspension create a thin protective layer of silica on their surfaces, which can promote the formation of C-S-H, hence reduce hydrophilicity and improve durability of fibers.

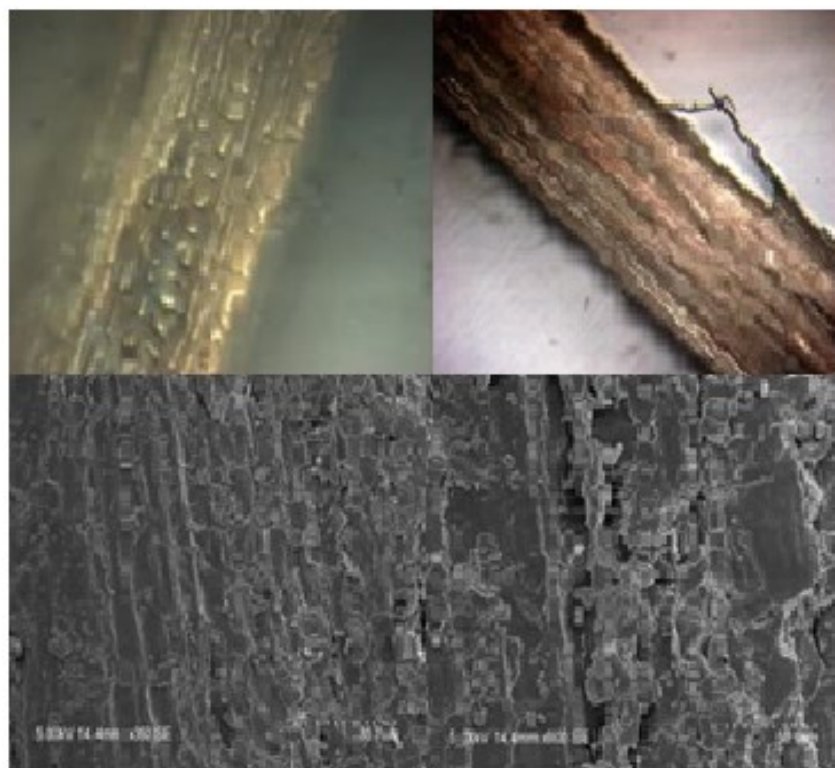


Figure 2: Microscopic images of PS fibers under different magnifications.

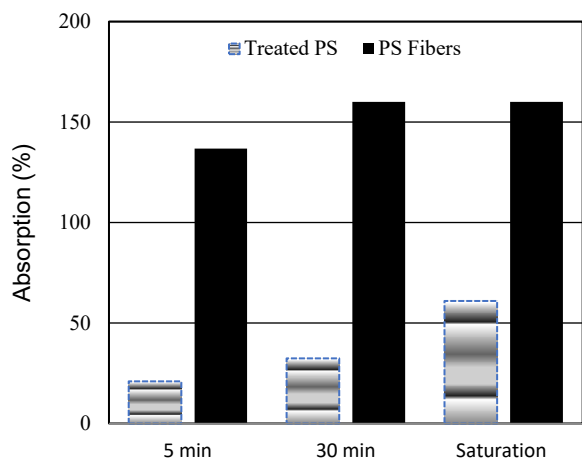


Figure 3: Absorption PS fibers.

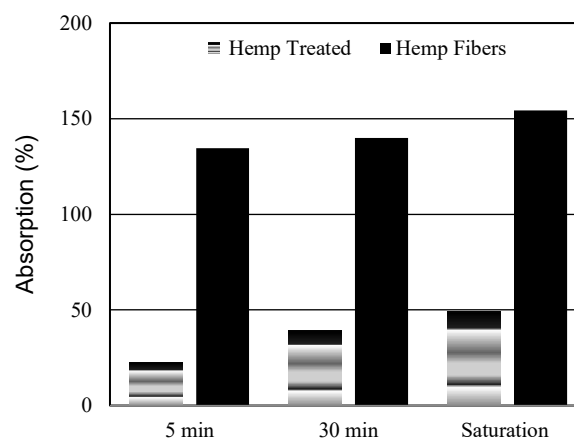


Figure 4: Absorption of hemp fibers.

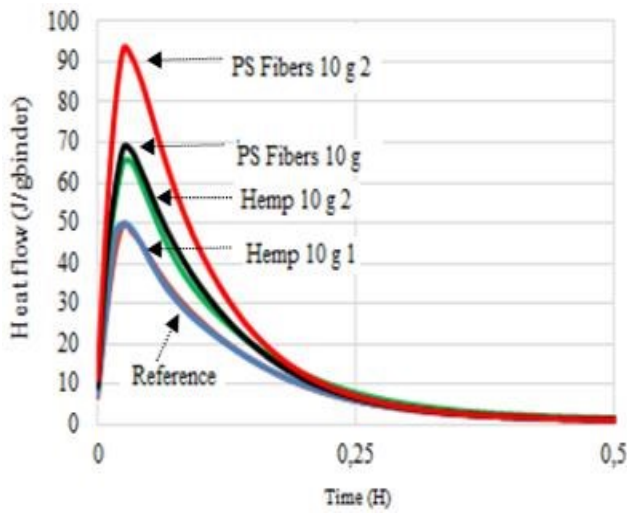


Figure 5 : Heat flow of different cement paste mixtures

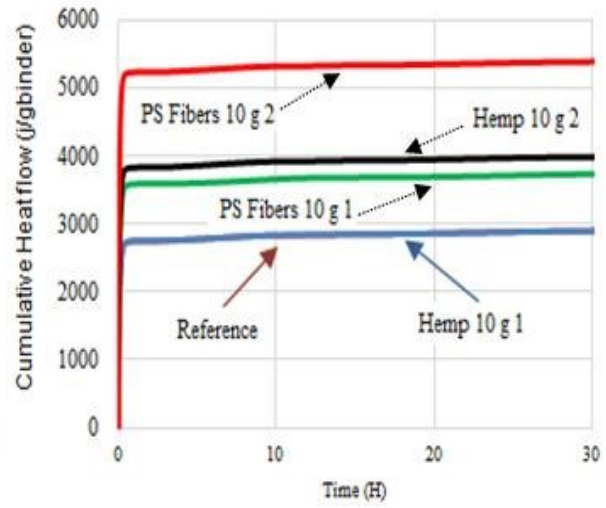


Figure 6 : cumulative heat flow of past cement

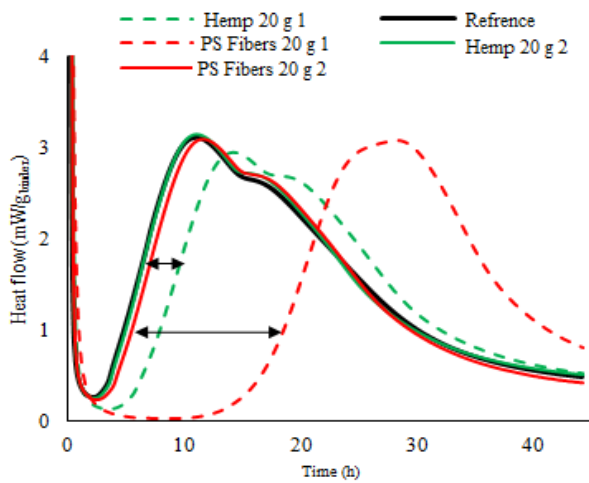


Figure 7: Heat of cement paste mixtures made with filtered liquid (1st infusion) and different dosages of (1st and 2nd infusions)

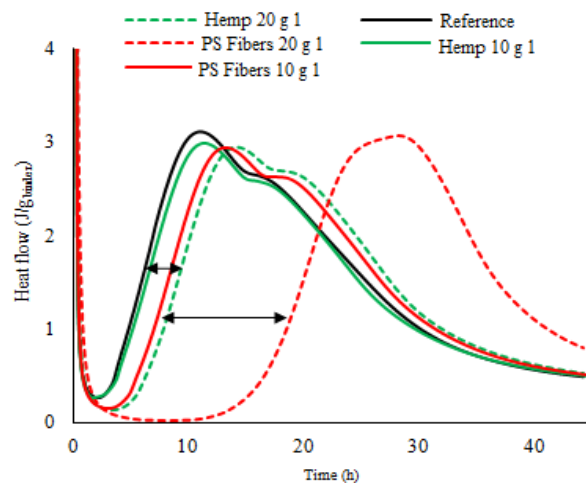


Figure 8: Heat of cement paste mixtures made with the 1st with the filtered liquid

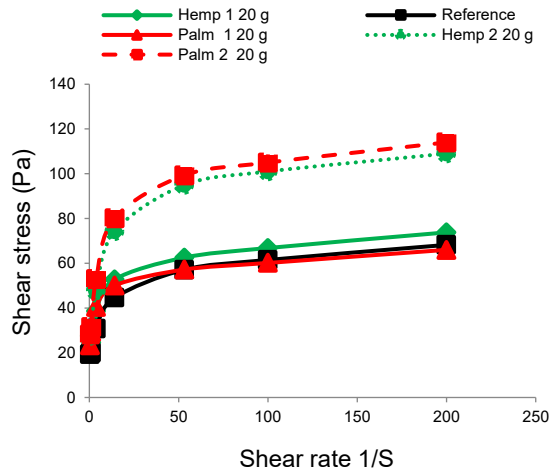


Figure 9 : Flow curves of cement paste mixtures at 10 minutes

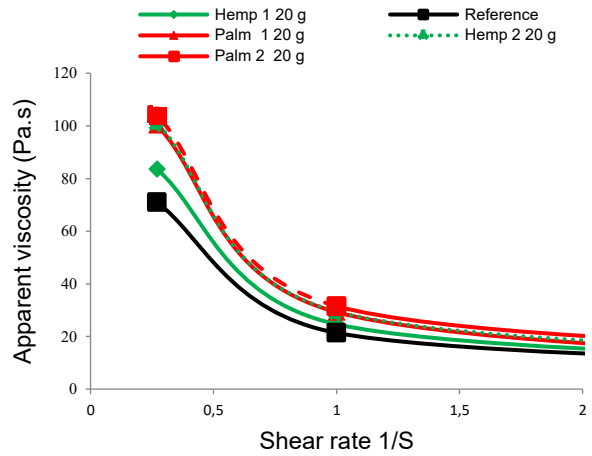


Figure 10 : variation of apparent viscosity at 10 minutes

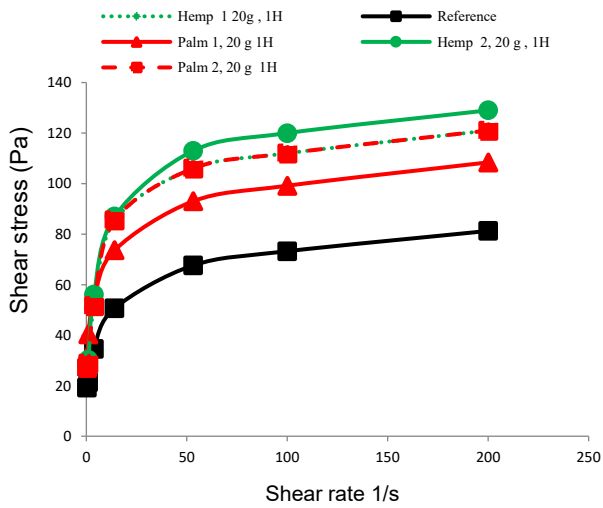


Figure 11 : Flow curves of cement paste mixtures at 60 minutes

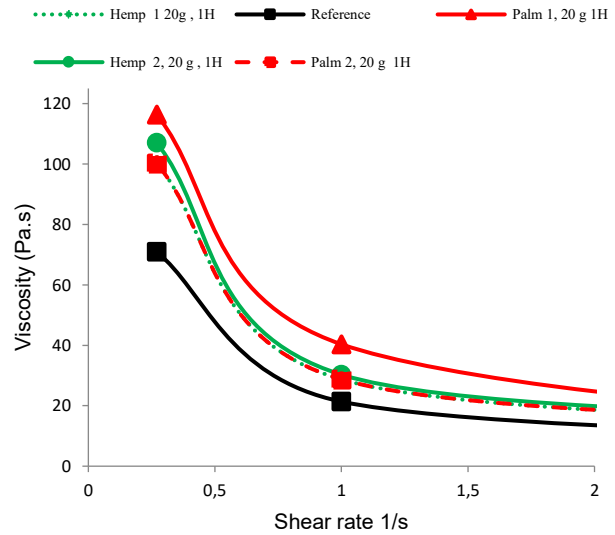


Figure 12 : Variation of apparent viscosity at 60 minutes

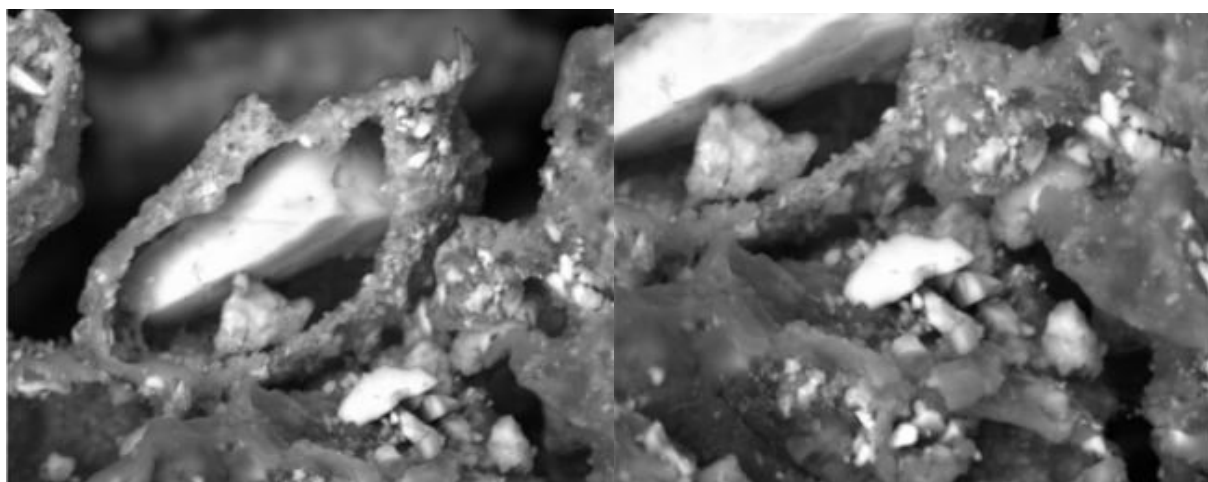


Figure 13: Portlandite inside the lumen of PS fibers

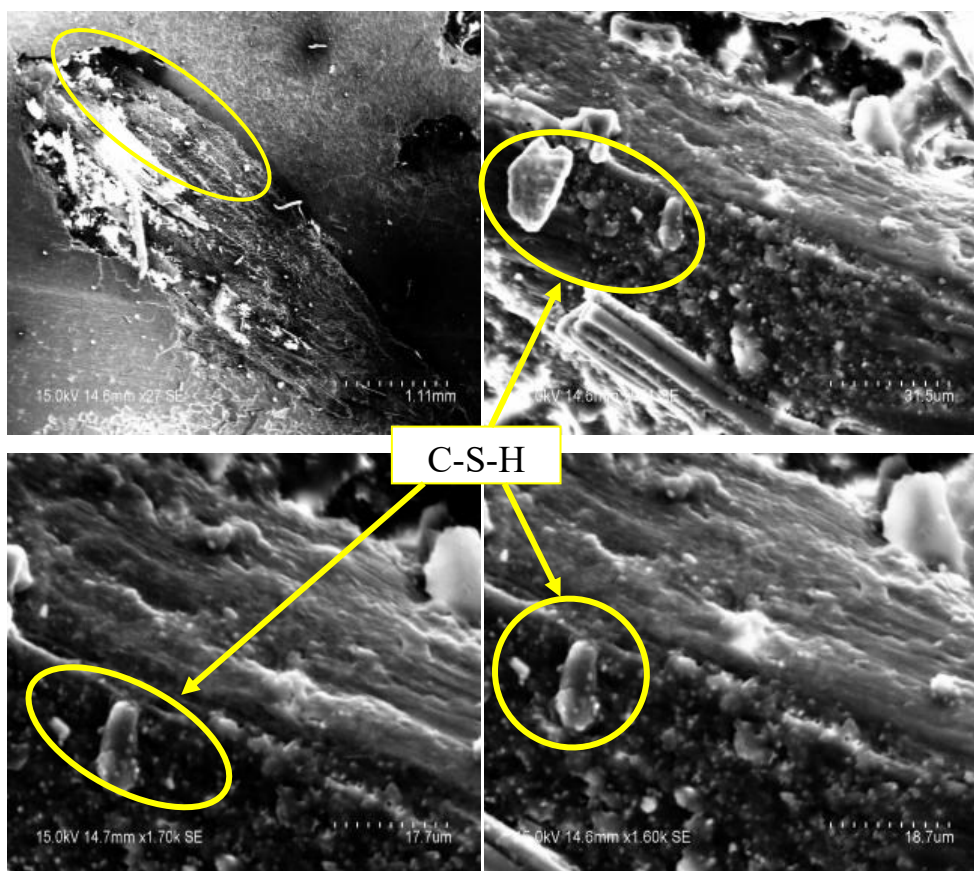


Figure 14: Microscopic image of date palm fibers soaked in silica fume.

4. CONCLUSIONS

Based on the results presented in this paper, the following conclusions can be pointed out:

1. Palm stem fibers were successfully extracted and their characteristics were determined. These fibers showed high water absorption, but good tensile strength.
2. The impregnation of palm stem fibers in hydrophobic resin is efficient to reduce their water absorption by 62% to 82%.
3. The infusion of natural fibers in boiled water is efficient way to extract the various constituents of fibers causing delay of cement hydration and setting.
4. The imbibition of natural fibers in silica fume is a good way to avoid the formation of portlandite in inside the lumen of fibers, hence improve their durability in cement-based materials. The imbibition of fibers in silica fume promoted the formation of CSH on their surfaces, which can contribute in enhancing their bonding with matrix.
5. The use of filtered liquids from the natural fibers increased the dormant period, apparent viscosity, and pseudoplastic response of cement paste mixtures.

5 RÉFÉRENCES

1. [ROMIDO 2000] ROMIDO, D., TOLEDO FILHO, K. S., ENGLAND, G.; GHAVAMI, K.; “DURABILITY OF ALKALI-SENSITIVE SISAL AND COCONUT FIBRES IN CEMENT MORTAR COMPOSITES. CEMENT AND CONCRETE, 2000, 127–143.
2. [BOGHOSSIAN 2008] BOGHOSSIAN, E.; WEGNER, L. D.; USE OF FLAX FIBRES TO REDUCE PLASTIC SHRINKAGE CRACKING IN CONCRETE. CEMENT AND CONCRETE, 2008, 929–937.
3. [KAWASHIMA 2011] KAWASHIMA, S.; SHAH, S. P.; EARLY-AGE AUTOGENOUS AND DRYING SHRINKAGE BEHAVIOR.
4. CELLULOSE FIBER-REINFORCED CEMENTITIOUS MATERIALS. CEMENT AND CONCRETE, 2011, 201–208.
5. [SEDAN 2008] SEDAN, D.; PAGNOUX, C.; SMITH, A.; CHOTARD, T.; MECHANICAL PROPERTIES OF HEMP FIBRE REINFORCED CEMENT: INFLUENCE OF THE FIBRE/MATRIX INTERACTION. EUROPEAN JOURNAL, 2008, 183–192.

7. [GOMEZ 2013] GOMEZ, H. CRISTIA, E. VÁZQUEZ, C, A. ; EFFECT OF CELLULOSE
8. MICROCRYSTALLINE PARTICLES ON PROPERTIES OF CEMENT BASED. MATERIALS AND DESIGN, 2013, 810-818.
9. [ONUAGULUCHI 2014] ONUAGULUCHI, O. PANESAR, D. SAIN, M. ; PROPERTIES OF
10. NANOFIBRE REINFORCED CEMENT COMPOSITES. CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS, 119–124.,
11. ASTM C1702 STANDARD TEST METHOD FMATERIALS OR MEASURMENT OF HEAT FLOW OF HYDRATATION FOR HYDRAULIC CEMENTIOUS USING ISOTHERMAL CONDUCTION CALORIMETRY.
12. ASTM C1557-14 STANDARD TEST METHODS- TENSION.