HAL
open science

Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée

Jonathan Page

▶ **To cite this version:**

Jonathan Page. Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée. Génie civil. Normandie Université, 2017. Français. NNT : 2017NORMC244 . tel-01713160

HAL Id: tel-01713160

https://theses.hal.science/tel-01713160

Submitted on 20 Feb 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Normandie Université

THESE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité Génie Civil

Préparée au sein de l'Université de Caen Normandie

Formulation et caractérisation d'un composite cimentaire biofibré pour des procédés de construction préfabriquée

Présentée et soutenue par
Jonathan PAGE

Thèse soutenue publiquement le 11 décembre 2017 devant le jury composé de		
M. Alexis BEAKOU	Professeur des universités, Université Clermont Auvergne	Rapporteur
M. Vincent PICANDET	Maître de conférences HDR, Université de Bretagne Sud	Rapporteur
M. Sofiane AMZIANE	Professeur des universités, Université Clermont Auvergne	Examinateur
M. Mohamed BOUTOUIL	Directeur de recherche, ESITC Caen	Directeur de thèse
M. Moussa GOMINA	Chargé de recherche HDR, ENSICAEN	Codirecteur de thèse
Mme Fouzia KHADRAOUI-MEHIR	Enseignant-chercheur, ESITC Caen	Coencadrant

Thèse dirigée par Mohamed BOUTOUIL, laboratoire de l'ESITC Caen et Moussa GOMINA, laboratoire CRISMAT

Membres invités : Sandrine MARCEAU (Chercheur, IFSTTAR)
Matthieu DUFEU (Ingénieur R&D, CMEG)

UNIVERSITÉ CAEN NORMANDIE

ESITC CAEN
Ecole Supérieure d'Ingénieurs des Travaux de la Construction

ED PSIME

RISMA

Avant-propos

Cette thèse de doctorat a bénéficié d'une convention CIFRE (Conventions Industrielles de Formation par la Recherche) subventionnée par l'ANRT (Association Nationale de la Recherche Technique) responsable de la gestion et de l'animation des conventions CIFRE, pour le compte du Ministère chargé de l'enseignement supérieur et de la recherche.

Les conventions CIFRE associent autour d'un projet de recherche, qui conduira à une soutenance de thèse de doctorat, trois partenaires : une entreprise, un étudiant et un laboratoire.

Le présent travail a été réalisé au sein du laboratoire de recherche sur les matériaux de construction de l'ESITC Caen et du laboratoire de cristallographie et sciences des matériaux (CRISMAT) de l'Université de Caen Normandie (Unicaen), en partenariat avec la Coopérative Métropolitaine d'Entreprise Générale (CMEG).

Remerciements

Mes premiers remerciements s'adressent à Monsieur Gilles Florentin, président-directeur général de l'entreprise CMEG, pour m'avoir accordé sa confiance en m'accueillant au sein de son entreprise durant ces trois années de thèse. Son œil critique et son expérience m'ont permis d'orienter rapidement ces travaux de recherche. Par ailleurs, je remercie également chaleureusement Matthieu Dufeu, ingénieur R&D à CMEG, qui a été mon tuteur industriel. Je le remercie pour la confiance qu'il m'a accordée en me laissant une autonomie sans cesse grandissante tout au long de ce travail.

Je tiens ensuite à exprimer toute ma gratitude à mon directeur de thèse Monsieur Mohamed Boutouil, directeur de la recherche à l'ESITC Caen, et à mon co-directeur de thèse Monsieur Moussa Gomina, chargé de recherche CNRS au laboratoire CRISMAT. Le partage de leurs compétences scientifiques et de leurs conseils avisés m'a permis de mener à bien ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à Madame Fouzia Khadraoui-Mehir, enseignant-chercheur à l'ESITC Caen, pour l'encadrement de ma thèse. Je la remercie de m'avoir fait bénéficier de son expérience et de ses qualités de chercheur. Merci de m'avoir appris et aidé à progresser non seulement dans le domaine de la recherche mais aussi sur le plan personnel. Merci pour sa gentillesse et sa disponibilité, mais aussi pour son soutien dans les moments difficiles de la thèse.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à Messieurs Alexis Beakou et Vincent Picandet d'avoir accepté d'être rapporteurs pour mon travail de thèse. Je remercie également Monsieur Sofiane Amziane et Madame Sandrine Marceau pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de participer au jury de ma soutenance de thèse.

Je n'oublie pas de remercier sincèrement le Professeur Luke Bisby et toute l'équipe du BRE Fire Safety Engineering (Université d'Edimbourg), pour m'avoir accueilli chaleureusement durant ce séjour de recherche d'une durée de quatre semaines.

Je remercie chaleureusement Guillaume Desoulle et Iskander Abroug, que j'ai eu l'honneur de co-encadrer pendant leur période de stage à l'ESITC Caen. Leur sérieux et leur motivation m'ont aidé à faire avancer mon programme expérimental.

Au sein du laboratoire de l'ESITC Caen, de nombreuses personnes m'ont également donné un coup de pouce et participé, de près ou de loin à mon travail. En premier lieu, un grand merci à Hector et Dang, anciens doctorants et « co-bureaux » à mon arrivée. Leur expérience, leur patience et leur gentillesse m'ont permis d'organiser mon travail de thèse sereinement. Ensuite, je tiens à remercier chaleureusement Malo pour sa bonne humeur inépuisable et pour les longues et nombreuses discussions que nous avons pu avoir. Je remercie également Tuan Anh de m'avoir subi comme co-bureau pendant 1 an et demi et pour m'avoir appris à maîtriser parfaitement le vietnamien ! J'adresse pour finir des remerciements sincères à toute l'équipe du laboratoire de l'ESITC Caen : Stéphanie, Frédéric, Aurélie, Antoine, Mariane, David, Jean-Jacques, Karim, Marie-Adeline (Mad) et Olivier. Un grand merci pour les bons moments partagés tout au long de ces années charnières de ma vie !

J'adresse mes vifs remerciements à tous les salariés de l'entreprise CMEG pour l'accueil chaleureux qu'ils m'ont réservé. Leur dynamisme et leur expérience du terrain ont été des atouts qui m'ont permis d'appréhender au mieux le caractère industriel de ce travail.

Je tiens également à exprimer ma reconnaissance et mon affection à mes amis et ma famille pour leur soutien et leur présence tout au long de mon périple de thésard.

Pour finir, j'adresse mes plus tendres remerciements à Alice pour sa patience et qui aura fait de ma dernière année de thèse un petit bonheur.

Table des matières

NOTATIONS **13**

INTRODUCTION **15**

A. Contexte **15**

B. Objectifs de l'étude **16**

C. Organisation du rapport **17**

1 ETAT DE L'ART **19**

1.1 Introduction **20**

1.2 La fibre de lin **20**

1.2.1 Généralités sur les fibres végétales 20

1.2.2 Le lin : de la plante à la fibre 22

1.2.3 La fibre de lin 25

1.2.3.1 Morphologie d'une fibre végétale 25

1.2.3.2 Composition chimique 28

1.2.3.3 Propriétés hygroscopiques 30

1.2.3.4 Propriétés mécaniques 32

1.2.3.5 Comportement thermique 34

1.3 Caractéristiques des composites cimentaires fibres **36**

1.3.1 Les bétons et mortiers renforcés de fibres artificielles 36

1.3.1.1 Généralités 36

1.3.1.2 Propriétés des bétons fibrés 37

1.3.1.3 Les principaux bétons renforcés de fibres 38

1.3.2 Caractéristiques des composites cimentaires incorporant des fibres végétales 40

1.3.2.1 Propriétés à l'état frais ... 41
1.3.2.2 Propriétés à l'état durci ... 44
1.4 Durabilité des composites cimentaires à fibres végétales ... 50
1.4.1 Propriétés sur le long terme ... 50
1.4.2 Impact du milieu cimentaire sur les fibres végétales ... 52
1.4.3 Méthodes d'amélioration des caractéristiques sur le long terme des composites cimentaires incorporant des fibres végétales ... 53
1.4.3.1 Traitement des fibres ... 53
1.4.3.2 Modification de la matrice cimentaire ... 60
1.5 Conclusion ... 61
2 CARACTERISATION DES MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES ... 63
2.1 Introduction ... 64
2.2 Caractérisation des matériaux de l'étude ... 64
2.2.1 Eau ... 64
2.2.2 Granulats ... 64
2.2.2.1 Présentation des granulats utilisés ... 64
2.2.2.2 Analyse granulométrique ... 65
2.2.2.3 Masses volumiques et absorption d'eau ... 65
2.2.2.4 Coefficient d'aplatissement et module de finesse ... 65
2.2.2.5 Compacité granulaire ... 66
2.2.3 Liants et fines ... 67
2.2.3.1 Présentation des liants utilisés ... 67
2.2.3.2 Granulométrie des liants et fines ... 68
2.2.3.3 Caractéristiques physico-chimiques des liants ... 68
2.2.4 Adjuvants ... 70
2.2.5 Fibres de verre ... 70
2.2.6 Fibres de lin ... 71
2.2.6.1 Caractéristiques chimiques des fibres ... 71
2.2.6.2 Teneur en matières organiques et minérales ... 72
2.2.6.3 Teneur en eau ... 72
2.2.6.4 Mesure de la masse volumique absolue ... 73
2.2.6.5 Cinétique d'absorption d'eau ... 73
2.2.6.6 Comportement hygroscopique ... 74
2.2.6.7 Imagerie par microscopie optique et mesure du diamètre de fibres ... 75
2.2.6.8 Caractérisation mécanique des fibres de lin ... 75
2.3 Méthodes de caractérisations des composites cimentaires ... 77
2.3.1 Préparation et confection des éprouvettes ... 77
2.3.1.1 Mortier ... 77
2.3.1.2 Béton ... 79
2.3.2 Propriétés à l'état frais ... 80

2.3.2.1 Masse volumique et air occlus 80
2.3.2.2 Consistance des mortiers 80
2.3.2.3 Ouvrabilité et fluidité des bétons 81
2.3.2.4 Essais sur pâte de ciment durcissante 82
2.3.3 Hydratation 83
2.3.3.1 Calorimétrie semi-adiabatique 83
2.3.3.2 Analyses thermo-gravimétriques 84
2.3.4 Propriétés physico-chimiques 85
2.3.4.1 Mesure du pH 85
2.3.4.2 Porosité accessible à l'eau 85
2.3.4.3 Vitesse de propagation des ondes ultrasonores 86
2.3.5 Propriétés mécaniques 86
2.3.5.1 Bétons 86
2.3.5.2 Mortiers 88
2.4 Conclusion 89
3 FORMULATION ET CARACTERISATION DES BETONS INCORPORANT DES FIBRES COURTES DE LIN 91
3.1 Introduction 92
3.2 Formulation des bétons 92
3.2.1 Squelette granulaire : optimisation et influence des fibres de lin 92
3.2.2 Pâte cimentaire des bétons 94
3.2.3 Formulation et élaboration des bétons 94
3.2.3.1 Cahier des charges et programme expérimental 94
3.2.3.2 Méthodologie de formulation des bétons 95
3.3 Propriétés des bétons à l'état frais 97
3.3.1 Maniabilité 97
3.3.2 Air occlus 100
3.4 Propriétés des bétons à l'état durci 101
3.4.1 Résistances en compression et flexion 101
3.4.1.1 Influence de la longueur et du taux de fibres de lin 101
3.4.1.2 Influence de la teneur en pâte 104
3.4.2 Module d'élasticité 105
3.4.3 Porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente sèche 107
3.5 Conclusion 109
4 TRAITEMENT DES FIBRES DE LIN : INFLUENCE SUR LES PROPRIETES DES MORTIERS BIOFIBRES 111
4.1 Introduction 112
4.2 Influence des traitements sur les propriétés des fibres de lin 112
4.2.1 Description des traitements 112

4.2.1.1 Traitement de surface au plasma atmosphérique 112
4.2.1.2 Traitement d'enrobage au coulis de ciment/laitier 114
4.2.1.3 Traitement d'enrobage à l'huile de lin 114
4.2.2 Microstructure des fibres traitées 119
4.2.2.1 Observations microscopiques 119
4.2.2.2 Analyses thermogravimétriques 120
4.2.3 Densité absolue des fibres 121
4.2.4 Propriétés hygroscopiques et cinétiques d'absorption d'eau 122
4.2.4.1 Isothermes de sorption/désorption des fibres de lin 122
4.2.4.2 Cinétiques d'absorption d'eau 124
4.3 Caractérisation des mortiers incorporant des fibres de lin traitées 126
4.3.1 Formulation et élaboration des mortiers 127
4.3.1.1 Formulation 127
4.3.1.2 Malaxage, confections d'éprouvettes et conditions de cure 128
4.3.2 Propriétés à l'état frais 128
4.3.2.1 Maniabilité 128
4.3.2.2 Air occlus 129
4.3.3 Propriétés à l'état durci 131
4.3.3.1 Porosité accessible à l'eau 131
4.3.3.2 Comportement à la flexion 3 points 131
4.3.3.3 Ténacité 134
4.3.3.4 Résistance à la compression 136
4.3.3.5 Module d'élasticité dynamique 138
4.4 Hydratation des composites cimentaires incorporant des fibres de lin traitées. 139
4.4.1 Calorimétrie semi-adiabatique 139
4.4.2 Temps de prise sur pâte de ciment 141
4.4.2.1 Extraction des éluats des fibres 141
4.4.2.2 Consistances normalisées des pâtes de ciment 142
4.4.2.3 Temps de début de prise des pâtes de ciment 142
4.4.2.4 Analyse des éluats 143
4.4.3 Analyses thermogravimétriques 145
4.5 Conclusion 147
5 DURABILITE DES BETONS BIOFIBRES ET AMELIORATION DU COMPORTEMENT SUR LE LONG TERME 149
5.1 Introduction 150
5.2 Amélioration du comportement sur le long terme des mortiers biofibrés 150
5.2.1 Formulation et élaboration des mortiers 151
5.2.1.1 Liants alternatifs 151
5.2.1.2 Formulation 151
5.2.1.3 Malaxage, confections d'éprouvettes et conditions de cure 152

5.2.2 Propriétés à l'état frais 152
5.2.3 Propriétés à l'état durci 153
5.2.3.1 Porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente sèche 153
5.2.3.2 Résistance en compression 154
5.2.3.3 Comportement en flexion 156
5.2.3.4 Ténacité 160
5.2.3.5 Analyses thermogravimétriques 161
5.2.3.6 Mesure du pH 163
5.2.4 Synthèse 164
5.3 Comportement des bétons biofibrés en conditions extrêmes 165
5.3.1 Formulation et élaboration des bétons 165
5.3.1.1 Cahier des charges et formulations 165
5.3.1.2 Propriétés à l'état frais des bétons 166
5.3.1.3 Propriétés à l'état durci des bétons 167
5.3.2 Comportement des bétons biofibrés soumis aux cycles de gel-dégel 168
5.3.2.1 Résistance au gel des bétons : approche expérimentale 168
5.3.2.2 Evaluation de l'endommagement au cours des cycles de gel-dégel par des essais non destructifs 172
5.3.2.3 Observations macroscopiques 176
5.3.2.4 Propriétés résiduelles 178
5.3.2.5 Observations microscopiques 180
5.3.2.6 Synthèse 182
5.3.3 Comportement des bétons biofibrés sous hautes températures 182
5.3.3.1 Programme expérimental des essais à hautes températures 182
5.3.3.2 Propriétés résiduelles des bétons après exposition à des températures élevées 183
5.3.3.3 Synthèse 193
5.4 Conclusion 193
5.4.1 Amélioration du comportement sur le long terme 193
5.4.2 Comportement des bétons biofibrés en conditions extrêmes 194
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES 195
REFERENCES 201
LISTE DES FIGURES 217
LISTE DES TABLEAUX 222
ANNEXES 223
RESUME 239
ABSTRACT 240

Notations

A : Teneur en addition minérale ($kg.m^{-3}$)

A_{oc} : Teneur en air occlus (%)

ATG : Analyse thermogravimétrique

BAP : Béton autoplaçant

BFL : Béton incorporant des fibres de lin

BFLB : Béton autoplaçant incorporant des fibres de lin brutes

BFLH : Béton autoplaçant incorporant des fibres de lin huilées

BFV : Béton autoplaçant incorporant des fibres de verre

BT : Béton témoin (non-fibré et autoplaçant)

C : Teneur en ciment ($kg.m^{-3}$)

C_2S : Silicate bi-calcique ($2CaO.SiO_2$)

C_3S : Silicate tri-calcique ($3CaO.SiO_2$)

C_3A : Aluminate tri-calcique ($3CaO.Al_2O_3$)

C_4AF : Aluminoferrite tétra-calcique ($4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$)

Ca^{2+} : Ion calcium

C_a : Coefficient d'absorption en eau

CA : Coefficient d'aplatissement des granulats

$CaCO_3$: Carbonate de calcium

$Ca(OH)_2$: Portlandite (hydroxyde de calcium)

CEM I : Classes de ciment (NF EN 197-1)

CIM : Ciment Portland CEM I 52,5N

CIM100 : Mortier renforcé de fibres de lin (MFB) contenant 100 % de ciment Portland

CŠA : Ciment sulfo-alumineux

CŠA100 : MFB contenant 100 % de ciment sulfo-alumineux

C-S-H : Silicate de calcium hydraté

D_f : Diamètre d'étalement (NF EN 12350-8)

D_{max} : Dimension maximale des granulats

DTG : Dérivée de l'analyse thermogravimétrique

ρ_a : Masse volumique absolue

ρ_d : Masse volumique apparente sèche

ρ_{fr} : Masse volumique à l'état frais des mortiers ou bétons

ρ_{rd} : Masse volumique réelle

E : Module d'élasticité (GPa)

EDX : Analyse dispersive en énergie

E_{eff} : Masse d'eau efficace dans la gâchée

E_{dyn} : Module d'élasticité dynamique (GPa)

E_{tot} : Masse d'eau totale dans la gâchée

ε : Déformation de l'échantillon (%)

ε_{acc} : Porosité accessible à l'eau (%)

F : Fréquence de résonance (Hz)

FB : Fibres de lin brutes

FC : Fibres traitées au coulis de ciment-laitier

FH : Fibres traitées à l'huile de lin

FM : Module de finesse du sable

FP : Fibres de lin traitées au plasma atmosphérique

f_{mc} : contrainte normale du ciment (MPa)

HMDSO : Hexaméthyldisiloxane

HR : Humidité Relative

I_5 : Indice de ténacité (ASTM C1018)

I_{rs} : Résistance résiduelle d'impact

ITZ : Zone interfaciale de transition (interfacial transition zone)

K : Indice de serrage des granulats

$L_{éq}$: Teneur en liant équivalent (NF EN 206)

LHF : Laitier de haut-fourneau

LHF30 : MFB contenant 30 % de laitier (LHF) et 85 % de ciment Portland

LHF60 : MFB contenant 60 % de laitier (LHF) et 85 % de ciment Portland

M_{min} : Teneur en matière minérale (%)

M_{org} : Teneur en matière organique (%)

MEB : Microscopie électronique à balayage

MFB : Mortier renforcé de fibres de lin brutes

MFC : Mortier renforcé de fibres de lin traitées au ciment/laitier

MFH : Mortier renforcé de fibres de lin traitées à l'huile de lin

MFP : Mortier renforcé de fibres de lin traitées au plasma atmosphérique

MFV : Mortier renforcé de fibres de verre

MK : Métakaolin

MK15 : MFB contenant 15 % de métakaolin (MK) et 85 % de ciment Portland

MK30 : MFB contenant 30 % de métakaolin (MK) et 70 % de ciment Portland

MT : Mortier témoin (non fibré)

PD : Compacité granulaire (packing density)

pH : Potentiel hydrogène

R_c : Résistance en compression uni-axiale (MPa)

R_f : Résistance en flexion (MPa)

σ : Contrainte à rupture de l'échantillon (MPa)

S1 à S5 : Classes de consistance (NF EN 12350-2)

SG : Squelette granulaire

t : Temps

V0 à V4 : Classification à l'essai Vébé (NF EN 12350-3)

W : Teneur en eau (%)

WA_{24} : Coefficient d'absorption d'eau des granulats

Introduction

A. Contexte

Le travail de thèse présenté ici s'inscrit dans le cadre du projet collaboratif BTONLIN regroupant plusieurs partenaires :

- CMEG : Entreprise générale de bâtiment, spécialisée dans la conception de procédés constructifs en bétons innovants ;
- Teillage Vandecandelaere (Groupe DEPESTELE) : Entreprise spécialisée dans la culture, le teillage et la transformation du lin ;
- ESITC Caen : Ecole Supérieure d'Ingénieurs des Travaux de la Construction, dotée d'un laboratoire de recherche sur les matériaux innovants pour la construction ;
- CRISMAT (UMR 6508) : Laboratoire de cristallographie et sciences des matériaux.

Le projet BTONLIN est cofinancé par la région Normandie et l'Union européenne dans le cadre du programme opérationnel FEDER 2014-2020. Ce projet propose de créer un nouveau débouché à la filière lin dans le domaine de l'écoconstruction et du génie civil en valorisant des sous-produits non utilisables dans l'industrie textile tout en développant un éco-matériau pour la construction. L'autre enjeu principal est de proposer aux fabricants de matériaux préfabriqués ou prêts à l'emploi, une alternative performante et biosourcée, en remplacement des fibres conventionnelles actuelles. Pour cela, plusieurs axes et actions sont entrepris :

- Identification des verrous et présentation d'un état de l'art ;
- Caractérisation et sélection des constituants de base ;
- Formulation et caractérisation des matériaux ;
- Transfert et adaptation des méthodes de mise en œuvre du laboratoire à l'usine de préfabrication de CMEG, puis fabrication de démonstrateurs ;
- Conduite d'une analyse de cycle de vie comparative pour les matériaux développés au cours de ce programme.

La France est le premier producteur mondial de fibres de lin et c'est spécifiquement dans la région Normandie que la culture du lin est la plus développée et la plus productive (CELC, 2010; USRTL, 2012). Le débouché traditionnel est la filière textile. Suite à la délocalisation des industries du textile, la filière lin cherche de nouveaux marchés et les renforts de matériaux en fibres végétales représentent un nouveau débouché prometteur pour la filière lin.

Les fibres habituellement utilisées dans les matériaux cimentaires ont l'inconvénient d'être dérivées de ressources non renouvelables (fibres d'acier, de polypropylène, de verre, etc.). Les enjeux économiques liés à la hausse des coûts des ressources fossiles, leur raréfaction, et les impacts environnementaux inhérents à leur fabrication conduisent donc à explorer d'autres sources de matériaux et d'autres filières de production. De ce point de vue, les fibres végétales, du fait de leur caractère naturel et renouvelable, pourraient constituer une solution d'avenir pour l'industrie de la construction à base de ciment. Parmi les fibres végétales, le lin se démarque en raison de ses propriétés mécaniques élevées et sa faible densité.

Les fibres de lin sont donc une ressource locale, à valoriser en tant que matière première, pour la production de nouveaux matériaux innovants plus respectueux de l'environnement dans le domaine la construction, pour des usages et propriétés spécifiques.

B. Objectifs de l'étude

Cette étude se propose donc d'examiner l'influence de l'incorporation de fibres courtes de lin dans différents types de composites cimentaires pour des procédés de construction préfabriquée. Ce travail s'est donc intéressé à la fois à la formulation de bétons et à l'étude des propriétés sur mortiers.

Tout d'abord, les matières entrant dans la composition des bétons et mortiers, tels que les granulats, les liants, les fibres, etc. sont caractérisés. La connaissance précise des différents constituants des composites est essentielle pour l'élaboration et la caractérisation de ceux-ci. Ensuite, une caractérisation de bétons incorporant des fibres de lin est faite dans le but d'identifier les paramètres influant sur les propriétés caractéristiques du matériau, à l'état frais ou à l'état durci. Par ailleurs, la durabilité des bétons biofibrés est également étudiée dans ce travail. D'autre part, plusieurs essais sur mortiers ont été menés dans le but d'étudier d'autres paramètres transverses, non liés directement à la formulation des bétons. Ainsi, des études sur le traitement des fibres de lin et sur l'utilisation de liants alternatifs ont pu être conduites à partir de mortiers.

C. Organisation du rapport

Ce mémoire de thèse est structuré en 5 chapitres présentant les principaux résultats des travaux de recherche.

Le **Chapitre 1** est consacré à une étude bibliographique. Celle-ci se focalise tout d'abord sur l'étude des caractéristiques des fibres végétales, et plus spécifiquement sur la fibre de lin. Ensuite sont abordées les propriétés des composites cimentaires fibrés : avec des fibres artificielles dans un premier temps et avec des fibres végétales ensuite. Enfin, un focus spécifique est fait sur la durabilité des composites cimentaires à renfort végétal, élément clé de notre étude. L'évolution des propriétés de ces matériaux au cours du temps est donc d'abord présentée, suivie d'une revue des méthodes déjà pratiquées pour améliorer leur comportement sur le long terme.

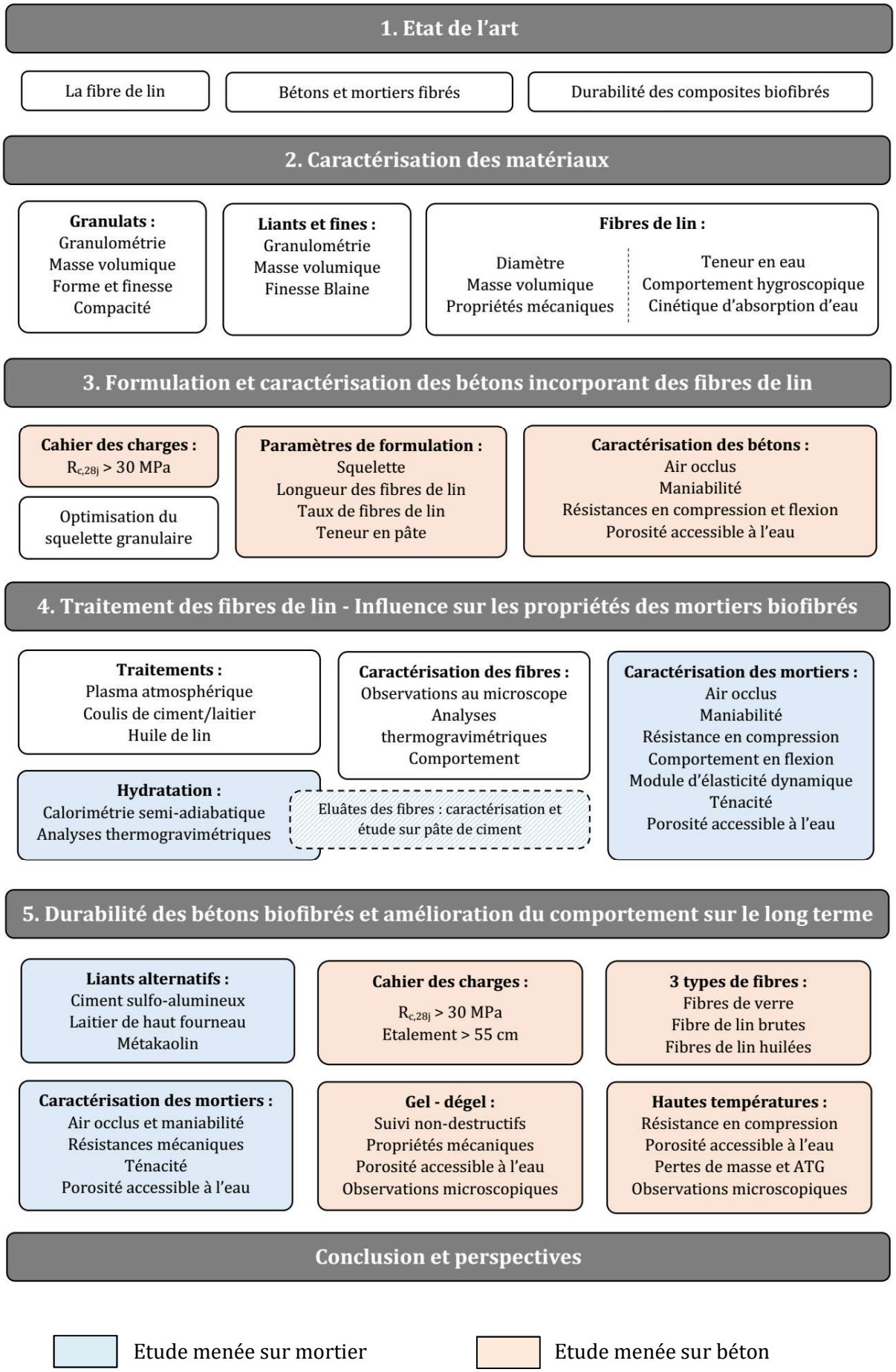
Le **Chapitre 2** traite des caractéristiques nécessaires des matières entrant dans la composition des bétons, en portant une attention particulière sur les propriétés des fibres de lin. Par ailleurs, les différentes méthodes de caractérisation utilisées dans ce travail sont présentées.

Le **Chapitre 3** présente la formulation des bétons biofibrés, avec tout d'abord une optimisation du squelette granulaire. L'influence des fibres de lin sur la compacité y est abordée. Ensuite, les bétons biofibrés sont caractérisés à la fois à l'état frais et à l'état durci. Différents paramètres de formulation sont étudiés, comme la longueur et le taux de fibres de lin, la teneur en pâte.

Le **Chapitre 4** concerne le traitement des fibres de lin. Les conclusions du chapitre 3 suggèrent la nécessité d'un traitement adéquat pour les fibres. Ainsi sont d'abord présentés en détails les traitements et leur optimisation. L'influence de ces traitements sur les propriétés des fibres est ensuite étudiée. Une caractérisation multi-physique des mortiers incorporant des fibres de lin traitées a été menée ; à la fois à l'état frais et à l'état durci. Pour finir, cette partie traite de l'hydratation des mortiers renforcés par des fibres brutes ou traitées.

Le **Chapitre 5** est dédié à l'étude de la durabilité et du comportement sur le long terme des composites cimentaires biofibrés. Ce chapitre contient deux différentes parties. Les conclusions du chapitre 4 introduisant la nécessité d'utiliser un liant compatible avec les fibres, ce chapitre s'intéresse en premier lieu aux méthodes d'amélioration du comportement des composites sur le long terme. La substitution du ciment Portland par des liants alternatifs est étudiée à travers une caractérisation de mortiers biofibrés formulés avec ces différents liants. La deuxième partie de ce chapitre focalise sur la durabilité des bétons biofibrés, et en particulier sur l'évolution de leurs propriétés en environnements extrêmes : sous des cycles gel-dégel et sous hautes températures.

Pour finir, les conclusions et perspectives qui résultent de ce travail de thèse sont exposées dans la dernière partie de ce rapport.


1. Etat de l'art
La fibre de lin
Bétons et mortiers fibrés
Durabilité des composites biofibrés
2. Caractérisation des matériaux
Granulats :
Granulométrie
Masse volumique
Forme et finesse
Compacité
Liants et fines :
Granulométrie
Masse volumique
Finesse Blaine
Fibres de lin :
Diamètre
Masse volumique
Propriétés mécaniques
Teneur en eau
Comportement hygroscopique
Cinétique d'absorption d'eau
3. Formulation et caractérisation des bétons incorporant des fibres de lin
Cahier des charges :
$R_{c,28j}$ > 30 MPa
Optimisation du squelette granulaire
Paramètres de formulation :
Squelette
Longueur des fibres de lin
Taux de fibres de lin
Teneur en pâte
Caractérisation des bétons :
Air occlus
Maniabilité
Résistances en compression et flexion
Porosité accessible à l'eau
4. Traitement des fibres de lin - Influence sur les propriétés des mortiers biofibrés
Traitements :
Plasma atmosphérique
Coulis de ciment/laitier
Huile de lin
Caractérisation des fibres :
Observations au microscope
Analyses thermogravimétriques
Comportement
Caractérisation des mortiers :
Air occlus
Maniabilité
Résistance en compression
Comportement en flexion
Module d'élasticité dynamique
Ténacité
Porosité accessible à l'eau
Hydratation :
Calorimétrie semi-adiabatique
Analyses thermogravimétriques
Eluâtes des fibres : caractérisation et étude sur pâte de ciment
5. Durabilité des bétons biofibrés et amélioration du comportement sur le long terme
Liants alternatifs :
Ciment sulfo-alumineux
Laitier de haut fourneau
Métakaolin
Cahier des charges :
$R_{c,28j}$ > 30 MPa
Etalement > 55 cm
3 types de fibres :
Fibres de verre
Fibre de lin brutes
Fibres de lin huilées
Caractérisation des mortiers :
Air occlus et maniabilité
Résistances mécaniques
Ténacité
Porosité accessible à l'eau
Gel - dégel :
Suivi non-destructifs
Propriétés mécaniques
Porosité accessible à l'eau
Observations microscopiques
Hautes températures :
Résistance en compression
Porosité accessible à l'eau
Pertes de masse et ATG
Observations microscopiques
Conclusion et perspectives
Etude menée sur mortier
Etude menée sur béton

CHAPITRE 1

Etat de l'art

1.1 INTRODUCTION

Ce premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique qui se compose de trois parties. Dans la première partie nous présentons les spécificités des fibres végétales en général, puis nous nous focalisons sur la fibre de lin qui est celle utilisée dans ce travail. Ensuite, nous traiterons plus en détails des caractéristiques de la fibre de lin.

La deuxième partie se rapporte aux caractéristiques des composites cimentaires fibrés. Nous y traitons d'abord les bétons et mortiers fibrés, actuellement utilisés dans la construction, utilisant des fibres artificielles. Ensuite nous aborderons les propriétés des composites à matrices minérales renforcées par des fibres végétales.

La troisième et dernière partie de ce chapitre porte sur la durabilité des composites cimentaires à renfort de fibres végétales. Ce point d'étude est essentiel actuellement pour le développement de ces matériaux. Les méthodes proposées dans la bibliographie en vue d'améliorer leur comportement sur le long terme sont revisitées en se référant à des résultats expérimentaux provenant d'autres études.

1.2 LA FIBRE DE LIN

1.2.1 Généralités sur les fibres végétales

Les fibres naturelles (ou d'origine naturelle) sont dénommées ainsi par opposition aux fibres d'origine chimique qui comprennent les fibres fabriquées à partir de produits naturels telles la viscose, l'acétate ou l'alginate (fibres artificielles d'origine végétale ou animale) et celles obtenues à partir de produits chimiques telles les polyamides, polyesters, acryliques polyuréthane (fibres synthétiques).

La grande famille des fibres naturelles peut être subdivisée en trois sous familles :

- les fibres d'origine animale (protéiques) qui se subdivise en :
  - laine (mouton, chèvre, lapin, lama, vigogne) ;
  - soie (ver à soie) ;
  - poils (alpaga, cachemire, chameau, mohair) ;
- les fibres d'origine minérale (silicatées) ;
  - tourbe, verre, amiante, basalte, carbone, métaux) ;
- les fibres d'origine végétale (cellulosiques) dont nous détaillerons les sources plus loin dans ce paragraphe.

Une fibre végétale est une expansion cellulaire filiforme, principalement composée de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines, et de pectines. On la trouve sous deux formes : soit isolée, soit regroupée avec d'autres fibres. Une fibre unitaire correspond à une cellule élémentaire fibreuse, et forme un faisceau de fibres lorsqu'elle est regroupée avec d'autres fibres (Figure 1-1). Dans ce faisceau, les fibres sont liées ensemble principalement par des pectines et des hémicelluloses

(Hepworth *et al.*, 2000). Une fibre végétale est caractérisée par sa grande longueur par rapport à son diamètre. Cet élancement est généralement compris entre 50 et 100 (Olesen et Plackett, 1999).

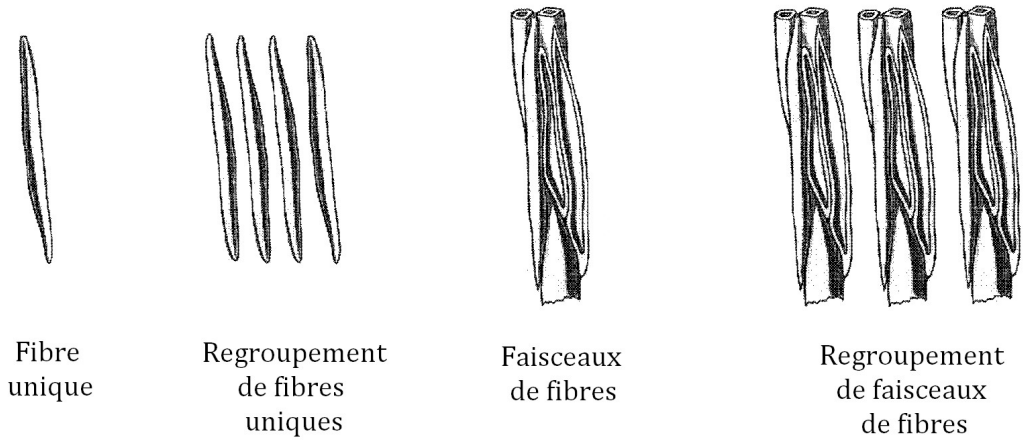


Figure 1-1 : Classification des fibres naturelles d'origines végétale et animale (Jörg Müssig, 1999)

Les fibres végétales peuvent être issues de différentes parties de la plante. Elles peuvent provenir des graines (poils séminaux), de la tige ou du tronc (fibres libériennes), des fruits (enveloppe), ou bien encore des feuilles (Figure 1-2).

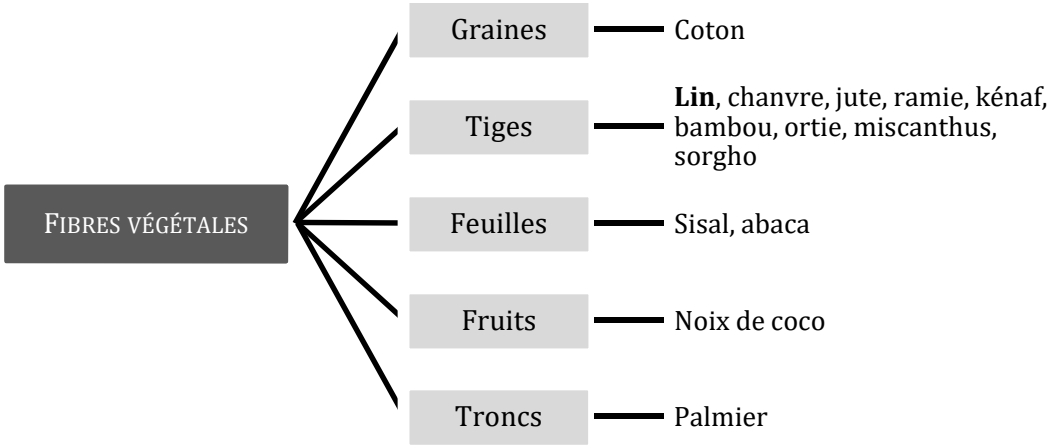


Figure 1-2 : Classification des fibres végétales (Baley, 2003; FRD, 2012)

Les fibres végétales présentent des intérêts environnementaux considérables : elles sont renouvelables annuellement, biodégradables, recyclables et possèdent un bilan carbone neutre. Du point de vue environnemental, l'emploi des fibres se justifie dans la mesure où elles conservent leur caractère écologique suite aux différents traitements, quand bien même ceux-ci peuvent affecter leur cinétique de dégradation. L'origine des fibres naturelles influence grandement leurs propriétés physiques et mécaniques. Par exemple, la laine de mouton possède de bonnes caractéristiques thermiques mais de piètres performances mécaniques (Baley, 2003).

Les conditions de croissance des plantes influent grandement sur les propriétés mécaniques des fibres végétales et sur leur variabilité. Ainsi donc il est très important de préciser autant que possible les conditions pédoclimatiques qui prévalaient pendant le cycle de croissance. Par ailleurs, afin de préserver tout le potentiel des fibres, il est essentiel que le processus d'extraction, qui

dépend de la localisation des fibres dans la plante et de l'utilisation souhaitée, soit adapté (Da Silva, 2008).

L'utilisation des fibres naturelles, et en particulier des fibres végétales, comme renfort de matériaux composites présente plusieurs intérêts. Tout d'abord, leur utilisation permet de valoriser une ressource locale. De plus, elles sont souvent disponibles à faible coût par rapport aux fibres synthétiques ou artificielles. D'autre part, la valorisation de ces fibres végétales dans les matériaux composites permet de réduire les impacts environnementaux par rapport à des composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, ayant un bilan carbone neutre et demandant une faible quantité d'énergie pour leur production (Bourgeois, 2011).

1.2.2 Le lin : de la plante à la fibre

Le lin est une plante herbacée annuelle des régions tempérées, appartenant à la famille des Linacées. La tige de cette plante peut atteindre 0,6 à 1,2 m de hauteur et 1 à 3 mm de diamètre. Les fibres de lin sont issues de la tige des plantes, le terme « paille » désignant communément une à plusieurs tiges entières. Cette tige est composée de plusieurs zones concentriques de l'extérieur vers l'intérieur (Figure 1-3) :

- L'épiderme : membrane protectrice composée d'une seule couche de cellules
- Le parenchyme cortical (écorce extérieure) : système de respiration de la plante
- Phloème qui a un rôle de soutien de par les fibres libériennes
- Les faisceaux de fibres
- Le xylème est une zone de soutien formée de bois ; il permet la circulation de la sève brute (eau et de sels minéraux) puisée dans le sol par les racines.

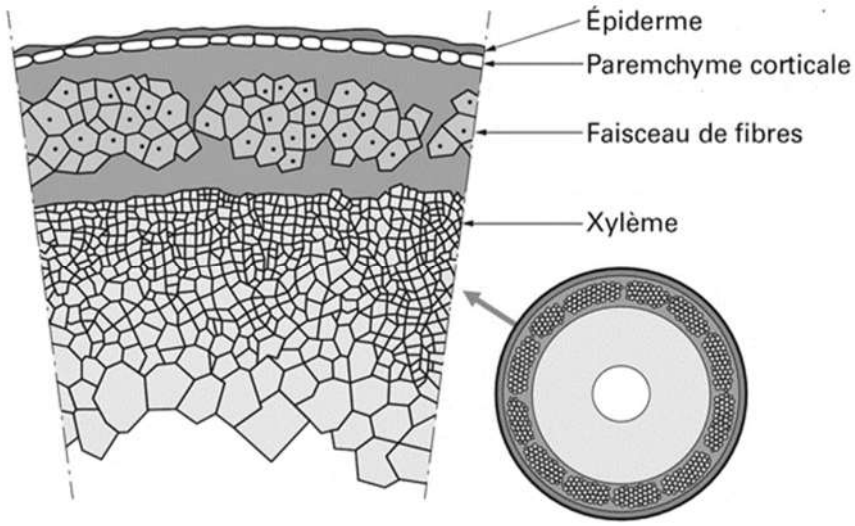


Figure 1-3 : Représentation schématique de la section d'une tige de lin (Baley, 2013a)

C'est dans le phloème que se trouvent les faisceaux de fibres. Sur une coupe transversale de la tige de lin on trouve entre 20 et 40 faisceaux (Charlet, 2008). Chaque faisceau contient en moyenne 400 fibres unitaires. Dans la tige, les fibres ont donc un rôle de soutien, avec une longueur comprise

entre 10 et 80 mm et un faible diamètre (10 à 30 µm). La tige de lin présente ainsi une structure de matériau composite. Sa structure permet à la plante de résister aux efforts de traction et torsion, ce qui explique sa bonne résistance à la verse. Les faisceaux de fibres sont répartis régulièrement sur la périphérie de la tige, ce qui permet d'améliorer leur comportement en compression en limitant le risque de micro-flambement. En effet, lors d'un effort de flexion (dû au vent par exemple), une partie de la section travaille en traction, tandis que l'autre travaille en compression. La liaison des fibres entre elles et avec le reste de la plante est très forte. Ces liaisons sont principalement assurées par des pectines pour le lin (Baley, 2013b). Afin de pouvoir extraire les faisceaux de fibres de la tige, il faut au préalable briser ces liaisons : c'est l'étape du rouissage. Ensuite, d'autres traitements mécaniques (teillage et peignage) sont mis en œuvre pour la séparation des fibres.

Le lin a une croissance rapide, ce qui impose une attention particulière pour sa culture. Usuellement, il est admis qu'une centaine de jours sépare la levée de la maturité de la plante. Récemment, l'ITL (Institut Technique du Lin) a défini un critère de maturité fondé sur la température cumulée moyenne à laquelle la plante a été exposée.

La période de développement du lin est scindée en cinq étapes : le semis, la levée, la croissance, la floraison et la maturité (Figure 1-4).

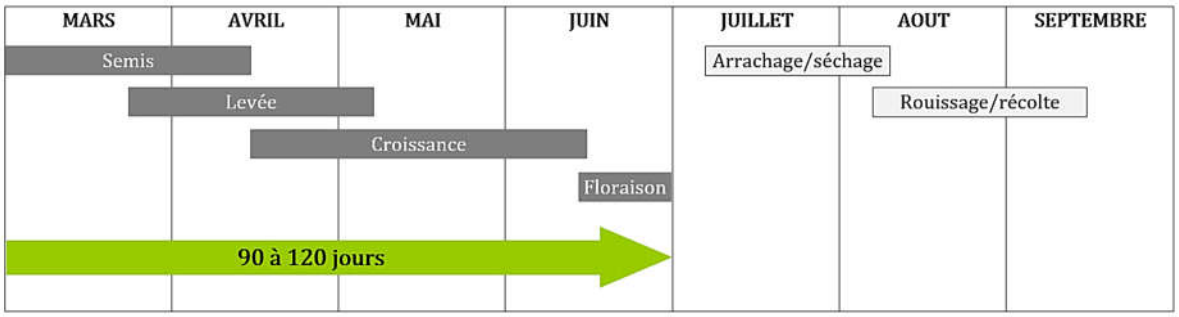


Figure 1-4 : Etapes de la culture du lin de printemps (USRTL, 2012)

En juillet, le lin est récolté après un arrachage manuel ou mécanique. La période de récolte du lin est très importante car elle influe de manière significative sur la qualité des fibres. Le moment optimal pour sa récolte est lorsque les tiges sont de couleur vert-jaune : les fibres sont alors longues et souples. S'il est récolté trop tôt (encore vert), les fibres seront plus fines et donc moins résistantes. A l'inverse, s'il est trop mûr (couleur brune), le lin fournit une fibre cassante avec une plus forte proportion d'étoupe (Brink et Achigan-Dako, 2012).

Après arrachage le lin est couché dans le champ en andains. Commence alors la période de rouissage. C'est une étape essentielle de la récolte du lin. Il s'agit de la dissociation des parties fibreuses de la plante en éliminant les pectines qui soudent les fibres à la partie ligneuse sous l'action enzymatique des microorganismes du sol. L'objectif de cette dégradation est de faciliter l'extraction des fibres. Cette étape peut durer de 2 semaines à 3 mois en fonction des conditions climatiques et des exigences industrielles (De Vestele et Dauriac, 2009).

Après la récolte, les pailles de lin sont travaillées tout au long de l'année dans les usines de teillage. Cette première transformation de la paille a pour but d'extraire les fibres des tiges rouies. Plusieurs étapes successives jalonnent l'extraction des fibres de lin (Figure 1-5) :

- Arrivées à l'usine, les pailles sont déroulées et étalées en nappe, dont la densité est d'environ 2 $kg.m^{-1}$.
- Dans l'égaliseur, des tiges de lin sont alignées parallèlement après avoir été débarrassées des graines, poussières et autres déchets.
- Lors de l'étirage, l'épaisseur de la nappe diminue progressivement, pendant que sa vitesse de progression est augmentée par le passage entre des disques dentés.
- Au cours de l'avancée sur la chaîne de teillage, les pailles sont broyées par des cylindres cannelés, aux dentures de plus en plus fines. Elles passent sous les cannelures des rouleaux avec un angle proche de 90°, pour rendre le broyage plus efficace. Cette opération se fait alternativement du côté pied, le bas de la tige, et du coté tête, le haut de la tige. Les fragments de paille appelé anas, sont récupérés par aspiration lors de cette étape.
- Lors de l'écangage, les fibres sont nettoyées par des tambours, munis de lames de faible épaisseur. Là encore, l'opération est effectuée successivement du côté pied et du côté tête. Les étoupes et le restant des anas sont récupérés par aspiration sous la teilleuse.
- En bout de ligne, les opérateurs font un tri afin d'homogénéiser les lots de filasse. Les fibres longues sont conditionnées en balles ou en rouleaux d'environ 100kg.

Pour finir, une dernière opération, appelée peignage, consiste à démêler la filasse, éliminer les débris et diviser les faisceaux pour obtenir des nappes puis des rubans de fibres de lin (Brink et Achigan-Dako, 2012; USRTL, 2012).

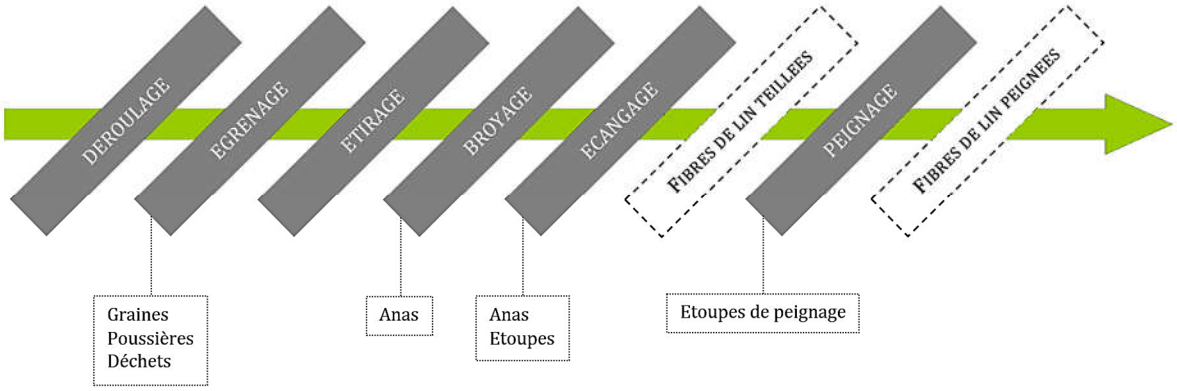


Figure 1-5 : Processus d'extraction des fibres de lin (CELC, 2010; USRTL, 2012)

Le teillage de la paille de lin comporte l'élimination des graines (5-8 % de la masse), génère des déchets (3 à 6 %), des poussières (10%) et des anas (45-50 %). Cette opération génère également des fibres unitaires détachées : les étoupes (10-15 %) et la fillasse (15-25 %) qui constitue la matière noble. Le Tableau 1-1 résume les utilisations des sous-produits (CELC, 2010) obtenus après le teillage de la paille de lin (CELC, 2010).

Tableau 1-1 : Les différents sous-produits issus de la paille de lin et leurs principales utilisations (CELC Masters of Linen, 2010)

Filasse	Etoupes	Anas	Graines
Textile : habillement, linge de maison, tissus d'ameublement. Matériaux composites : nautisme, automobile, aéronautique, sports et loisirs.	Corderie : cordages, ficelles, fils à coudre. Bâtiment : isolation en laine de lin.	Litière animale. Paillage horticole. Panneaux de particules. Combustible.	Huilerie : huiles, encres, vernis, peintures. Tourteaux : alimentation générale.

1.2.3 La fibre de lin

1.2.3.1 Morphologie d'une fibre végétale

1.2.3.1.1 Structure simplifiée

En première approche, une fibre végétale peut être assimilée à un matériau composite renforcé par des fibrilles cellulosiques (Hearle, 1963). La matrice est composée principalement d'hémicelluloses, de pectines et de lignine. Les fibrilles de cellulose seraient disposées en spirale selon l'axe de la fibre, formant ainsi un angle, appelé angle microfibrillaire (Figure 1-6). Généralement dans un composite, ce sont le taux et l'orientation des fibres ainsi que les propriétés physiques des fibres et de la matrice qui conditionnent les propriétés mécaniques. De la même façon, pour une fibre végétale, les paramètres les plus influents sur le comportement mécanique sont le taux de cellulose (le matériau le plus rigide dans la fibre), l'ange microfibrillaire, la composition biochimique ainsi que les propriétés des polysaccharides assurant le transfert des efforts sur les microfibrilles (Bledzki, 1999). Ainsi, pour un même taux de cellulose, plus l'angle microfibrillaire est faible, plus la rigidité et la résistance mécanique de la fibre sont élevées. Cependant, plus l'angle microfibrillaire est élevé, plus l'allongement à la rupture est grand.

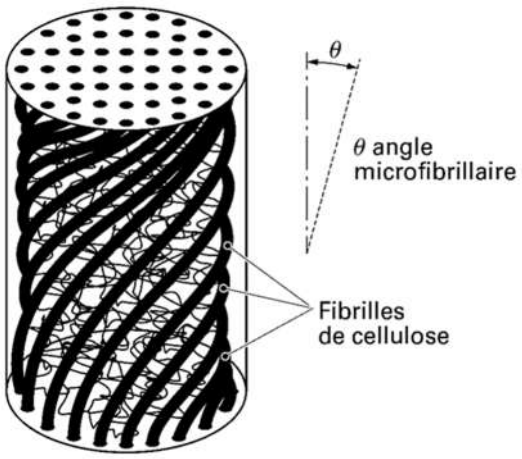


Figure 1-6 : Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale (Hearle, 1963)

Le Tableau 1-2 présente les caractéristiques physiques de plusieurs types de fibres végétales. Le rapport L/D est un paramètre important afin de permettre le transfert des efforts entre fibres et matrice dans les matériaux composites à renfort de fibres discontinues (Baley, 2013b).

Tableau 1-2 : Caractéristiques physiques de différentes fibres végétales (Baley, 2013a)

Nature des fibres	**Cellulose** (%)	**Angle micro-fibrillaire**	**Diamètre** (µm)	**Longueur** (mm)	**Rapport L/D**
Lin	64 – 71	10°	5 – 40	4 – 80	2000
Chanvre	83	7,5°	10 – 60	40 – 170	3000
Jute	61 – 71	8°	25 – 200	3	110
Sisal	67 – 78	20°	7 – 27	1 – 8	170
Coco	43	45°	12 – 24	1 – 4	100

1.2.3.1.2 Structure détaillée

Une fibre végétale est assimilable à un matériau multicouche composé de parois cylindriques concentriques. Elle est composée d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire, elle-même constituée de trois couches : S1, S2 et S3 (Figure 1-7).

La paroi primaire est la couche la plus externe dont l'épaisseur est comprise entre 0,1 et 0,5 µm. Cette paroi est poreuse et très élastique ; elle s'accommode ainsi à la croissance de la cellule (Bossuyt, 1941). Elle est principalement constituée de pectines et de microfibrilles de cellulose orientées aléatoirement (Nilsson et Gustafsson, 2007).

La paroi secondaire a une épaisseur d'environ 10 µm et constitue ainsi la plus grande partie du volume de la fibre. Cette paroi secondaire contient davantage de cellulose que la paroi primaire. Les fibrilles de cellulose y sont orientées parallèlement entre elles, faisant un angle (microfibrillaire) d'environ 10° par rapport à l'axe longitudinal de la fibre (Figure 1-7). Les trois couches S1, S2 et S3 se différentient par leur composition biochimique, par leur épaisseur ainsi que par leur arrangement interne. La couche S2 est la plus épaisse puisqu'elle occupe environ 80 % de l'épaisseur de la paroi végétale. Par conséquent, elle conditionne le comportement de l'ensemble

de la fibre. Du fait de cette structure multicouche, une fibre végétale possède un caractère anisotrope (Roudier, 2012).

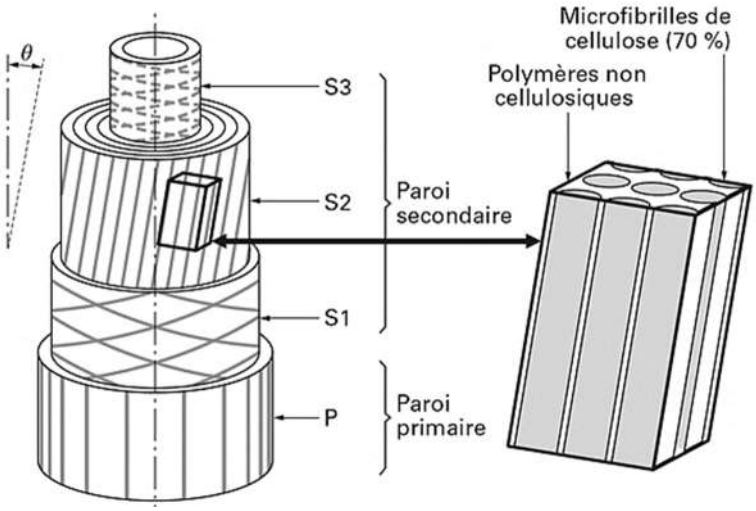


Figure 1-7 : Schéma de la microstructure d'une fibre végétale (Baley, 2002)

1.2.3.1.3 Variabilité des caractéristiques physiques

1.2.3.1.3.1 Influence de la localisation de la fibre dans la tige de lin

Plusieurs études ont conduit à distinguer la présence de différentes zones le long de la tige de lin (Charlet *et al.*, 2007, 2009). Cette différentiation repose sur des propriétés morphologiques (porosité et diamètre) et mécaniques. Ainsi, le diamètre des fibres basales (au pied de la tige) est plus grand que celui des fibres médianes (au milieu de la tige). Les zones médianes et apicales (au sommet de la tige) ont des morphologies très similaires ; seule la quantité de fibres au sein des faisceaux permet de les différencier (Tableau 1-3).

Tableau 1-3 : Variabilité des propriétés physiques et mécaniques des fibres de lin de la variété Agatha, selon leur provenance au sein de la tige (Charlet et al.*, 2009; Thuault, 2011)*

Localisation dans la tige	**Diamètre moyen** (µm)	**Porosité moyenne** (%)	**Nombre de fibres**	**Contrainte à rupture** (mm)	**Module d'Young** (GPa)	**Allongement à rupture** (%)
Sommet	13,7 ± 4,1	2,7 ± 1,8	813	753 ± 353	51 ± 22	1,8 ± 0,7
Milieu	13,6 ± 3,9	2,2 ± 1,8	1352	865 ± 413	57 ± 29	1,8 ± 0,7
Pied	15,7 ± 3,7	2,5 ± 1,5	1406	783 ± 347	51 ± 26	2,0 ± 0,9

Ces différences relèvent des conditions et du mode de croissance des fibres. Les fibres basales se développent en premier, dans une période où les conditions climatiques sont les moins favorables ; elles se développent donc lentement. La croissance longitudinale ne durant que quelques jours, ces fibres ont donc une croissance principalement radiale, ce qui résulte en des fibres plus courtes, poreuses et à plus grand diamètre. Les fibres médianes croissent lorsque les conditions climatiques sont optimales. Ces fibres sont donc plus longues, plus fines, moins poreuses et possèdent de meilleures performances mécaniques (contrainte à rupture et module d'élasticité).

Pour finir, les fibres apicales se développent dans des conditions similaires à celles des fibres médianes. Cependant, leur croissance est stoppée par la floraison (Thuault, 2011).

1.2.3.1.3.2 *Evolution du diamètre le long de la fibre*

D'après une étude menée par Charlet, le diamètre d'une fibre de lin peut varier du simple au double, voire tripler sur seulement quelques millimètres (Charlet *et al.*, 2010). Ce constat a été fait suite à de nombreuses mesures du diamètre de fibres de lin à partir de micrographies MEB (tous les 0,5 à 0,8 mm le long de la fibre). Le diamètre moyen des fibres est d'environ 17 µm, ce qui correspond aux valeurs que l'on trouve dans la littérature (Tableau 1-2). Un exemple de profil d'une fibre de lin est présenté dans la Figure 8.

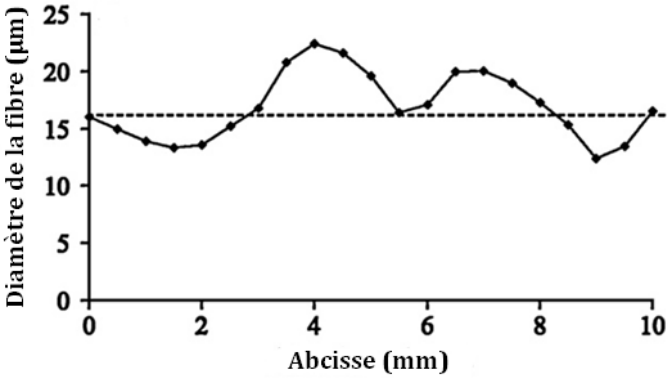


Figure 1-8 : Profil du diamètre d'une fibre de lin (Charlet et al.*, 2010)*

Ceci souligne la difficulté de définir le diamètre d'une fibre de lin. Le diamètre de fibre n'est pas une donnée facilement exploitable, contrairement aux fibres synthétiques, minérales ou métalliques.

1.2.3.2 Composition chimique

Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique et en particulier par la répartition des quatre principaux composés pariétaux : cellulose, hémicelluloses, lignine et pectines. Ces composés influent notablement sur les propriétés physiques des fibres végétales (Bledzki, 1999). Les pectines et la lignine permettent de lier les microfibrilles et la matrice entre elles. La teneur de ces différents composés influe également de manière importante sur la durabilité des fibres végétales dans une matrice à forte alcalinité (Gram, 1983). Le Tableau 1-4 présente la composition chimique de quelques fibres végétales.

On peut noter la très grande variabilité des taux des différents constituants au sein d'un même type de fibre. On note toutefois la quantité importante de cellulose pour la fibre de lin, ce qui, avec le faible angle microfibrillaire, en fait une fibre dotée de bonnes caractéristiques mécaniques. Cette importante variabilité est due aux variations des conditions climatiques, à l'âge et aux différents traitements subis par les différentes fibres végétales (Bledzki, 1999). De plus, l'espèce, la variété de la plante et la qualité du sol de culture sont aussi des paramètres influents sur la composition chimique des fibres (Baley, 2002).

Tableau 1-4 : Pourcentages massiques des constituants de différentes fibres végétales (Magniont, 2011; Thuault, 2011)

Nature des fibres	Cellulose	Hémi-celluloses	Lignine	Pectines	Cire
Lin	64 – 85	5 – 20	0 – 5	2 – 20	1 – 2
Chanvre	58 – 85	10 – 23	3 – 6	1 – 17	1
Jute	61 – 75	11 – 15	8 – 15	0 – 1	1
Sisal	66 – 70	12	10	1 – 2	-
Coco	32 – 43	10 – 31	20 – 49	3 – 4	-

1.2.3.2.1 Cellulose

La cellulose est un polymère existant à l'état naturel qui est le constituant principal des fibres végétales. La cellulose est une molécule formée de longues chaînes dont le motif de base est le glucose (Figure 1-9). Le nombre de monomères de glucose, également appelé degré de polymérisation, est d'environ 9000 pour la cellulose des fibres de lin (Joly, 2003). Ces polymères sont liés entre eux par des liaisons intermoléculaires de type hydrogène, servant ainsi de base à la formation des microfibrilles. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement liées à la forte densité des liaisons hydrogène qui se développent entre les chaînes. Le taux de cristallinité des fibres de lin est compris entre 55 et 91 %, ce qui signifie qu'une importante proportion de la fibre est ordonnée, le reste étant amorphe (Charlet, 2008; Thuault, 2011).

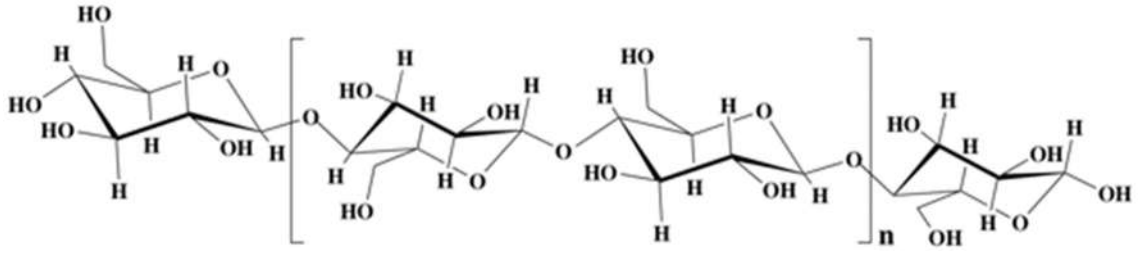


Figure 1-9 : Structure moléculaire de la cellulose (Roudier, 2012)

1.2.3.2.2 Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polysaccharides à chaînes principales courtes et ramifiées. Les monomères les constituants sont le glucose mais également le xylose, le mannose, le galactose, le rhamnose et l'arabinose (Charlet, 2008). Les hémicelluloses sont amorphes et possèdent un degrés de polymérisation bien inférieur à la cellulose : entre 50 et 800 (Alix, 2009; Bledzki, 1999). Ce faible poids moléculaire explique leur faible résistance aux attaques chimiques. En effet, ces polysaccharides sont solubles dans l'eau et peuvent être extrait des cellules végétales par des solutions alcalines. De plus, les hémicelluloses sont fortement hydrophiles du fait de leurs nombreuses ramifications (Baley, 2003).

1.2.3.2.3 Pectines

Les pectines sont des polysaccharides à structure complexe composée d'une chaîne principale et de chaînes secondaires (Batra, 2006; Hourdet et Muller, 1991). Elles sont principalement composées d'acides galacturoniques (Figure 1-10). Les pectines sont situées dans la lamelle mitoyenne et la paroi primaire de la cellule végétale ; elles jouent le rôle de liant entre les différentes cellules. Les pectines peuvent être extraites de la fibre par une méthode chimique : soit à l'eau bouillante (Rihouey et al., 1995), soit par l'acide éthylène diamine tétracétique (EDTA) (Davis *et al.*, 1990). De plus, les pectines ont également la capacité d'échanger des ions, en particulier les ions calcium. Ainsi, elles peuvent se relier entre elles grâce à cet échange d'ions calcium pour former des ponts calciques.

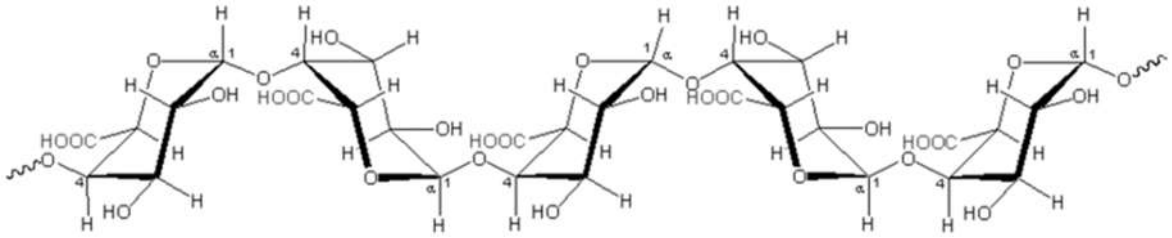


Figure 1-10 : Structure moléculaire d'une chaine d'acide galacturonique (Sedan, 2007)

1.2.3.2.4 Lignine

La lignine est le constituant le plus faible en proportion dans la composition chimique des fibres de lin. Elle se situe entre les hémicelluloses et entoure les microfibrilles. De fait de son caractère plutôt hydrophobe, la lignine entraîne une résistance à l'eau et contrôle la teneur en eau de la plante (Olesen et Plackett, 1999).

Dans le cas des plantes à fibres, comme le lin, l'essentiel de la lignine réside dans les tissus situés au centre de la tige, contenant le xylème et les autres parois cellulaires servant à la conduction de l'eau et de la sève (Akin *et al.*, 1996). Les anas de lin obtenus à l'issue du processus de défibrage proviennent de cette partie dite lignifiée.

1.2.3.2.5 Cires, graisses et lipides

Les graisses et les huiles sont les principales formes de stockage d'énergie de beaucoup d'organismes vivants. Les cires biologiques sont des esters constitués de longues chaines d'alcools. La proportion de ces constituants est relativement faible dans les plantes à fibres : quelques pourcents au maximum (Amziane et Arnaud, 2013).

1.2.3.3 Propriétés hygroscopiques

Contrairement aux fibres de verre, les fibres végétales piègent l'eau entre les microfibrilles du fait de la présence des hémicelluloses. Ce caractère hydrophile est une caractéristique importante à prendre en compte pour les fibres végétales. Le comportement des fibres de lin vis-à-vis de l'eau pourra avoir des conséquences sur le comportement des composites cimentaires à l'état frais

comme à l'état durci. Le Figure 1-5 synthétise les coefficients d'absorption d'eau des fibres végétales les plus couramment utilisées comme renfort de composites.

Tableau 1-5 : Coefficient d'absorption d'eau de différentes fibres végétales

Nature des fibres	**Absorption** (%)	**Références**
Lin	136 ± 25 % 152 ± 7 %	(Magniont, 2011) (Chafei, 2014)
Chanvre	158 ± 30 %	(Magniont, 2011)
Jute	281 %	(Ramakrishna et Sundararajan, 2005)
Sisal	201 % 200 % 230 ± 16 %	(Savastano *et al.*, 2002) (Ramakrishna et Sundararajan, 2005) (Toledo Filho *et al.*, 2003)
Coco	146 % 100 ± 19,5 % 180 %	(Savastano *et al.*, 2002) (Toledo Filho *et al.*, 2003) (Ramakrishna et Sundararajan, 2005)

Il est à noter que les valeurs présentées dans le tableau ci-dessus proviennent de différentes études ayant pour but de mesurer les valeurs d'absorption d'eau de fibres végétales après 24 heures d'immersion.

On peut tout d'abord noter que le coefficient d'absorption d'eau des fibres végétales est très élevé. Elles peuvent, pour la plupart, absorber une masse d'eau supérieure à leur masse propre. Il est également intéressant d'observer la cinétique d'absorption de l'eau. Magniont a réalisé un essai de suivi de la cinétique d'absorption d'eau sur des fibres de lin et de chanvre (Magniont, 2011) (Figure 1-11). Ce suivi a permis de montrer que les fibres végétales sont très rapidement saturées : moins de 30 minutes.

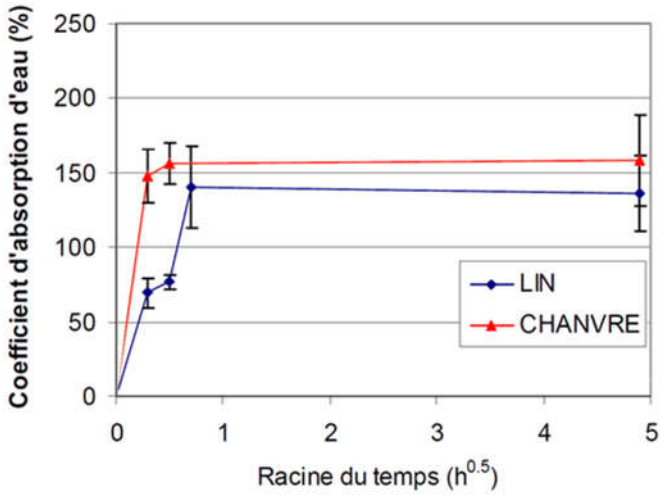


Figure 1-11 : Cinétique d'absorption d'eau des fibres de lin et de chanvre (Magniont, 2011)

1.2.3.4 Propriétés mécaniques

Les essais de traction sur des fibres de lin sont délicats à mettre en place du fait des faibles dimensions de la fibre. Généralement, ces essais nécessitent des cellules de force de faible capacité et des mors adaptés. La courbe charge-déplacement obtenue lors d'une sollicitation en traction de la fibre de lin présente deux parties linéaires séparées par un domaine non linéaire (Figure 1-12). La première partie linéaire de la courbe est associée à la mise en charge globale de la fibre. La partie suivante est interprétée comme une déformation viscoélastique de la fibre, correspondant à un réarrangement des parties amorphes dans les parois cellulaires et à un alignement progressif des microfibrilles sur l'axe de traction. Enfin, la dernière partie linéaire correspond à la déformation élastique de la fibre, avec sa nouvelle organisation fibrillaire (Thuault, 2011).

Le caractère viscoélastique de la fibre de lin a été mis en évidence à l'aide d'essais de traction charge-décharge. Il a été noté qu'en moyenne l'hystérèse, définie par l'aire entre la courbe de déchargement et de rechargement, représente environ 3 % de l'aire totale sous la courbe de chargement (Charlet, 2008).

Au travers d'essais de traction cyclique charge-décharge, Baley a noté une augmentation progressive du module d'Young avec le nombre de cycles (Baley, 2002). Il explique cette augmentation par une réorientation progressive des microfibrilles de cellulose avec l'axe de l'effort. Initialement, dans la paroi S2 qui possède la plus grande dimension, l'angle microfibrillaire est d'environ 10°.

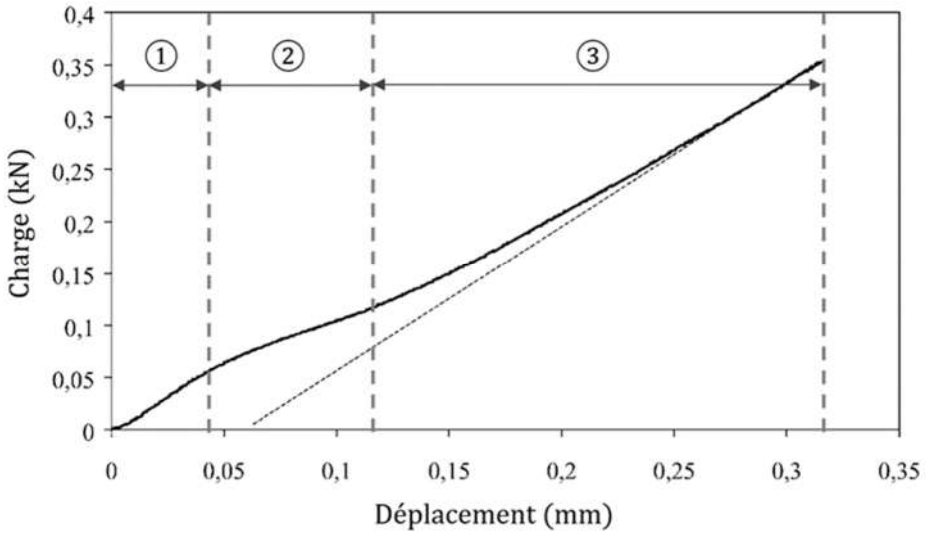


Figure 1-12 : Comportement en traction d'une fibre de lin (Baley, 2002)

1.2.3.4.1 Influence du diamètre de la fibre sur les propriétés mécaniques

Des études antérieures réalisées par Baley et Charlet ont mis en évidence un lien entre le diamètre de la fibre de lin et les caractéristiques mécaniques (Baley, 2003; Charlet *et al.*, 2007). En effet, le module d'élasticité et la contrainte à rupture décroissent lorsque le diamètre de la fibre augmente (Figure 1-13). Toutefois, aucune corrélation claire n'a été identifiée entre l'allongement à rupture et le diamètre de la fibre. Cette dépendance des propriétés mécaniques au volume de

matériau testé (ici le diamètre) s'explique dans le cadre de l'analyse statistique de la rupture fragile développée par Weibull (1951). En effet, plus le volume sollicité est grand, plus il y a de chance d'y trouver un défaut de grande taille pouvant amener à la rupture. De plus, Baley a montré qu'une rupture prématurée de la fibre était due à la taille du plus gros défaut, et non au nombre de défauts (Baley, 2004).

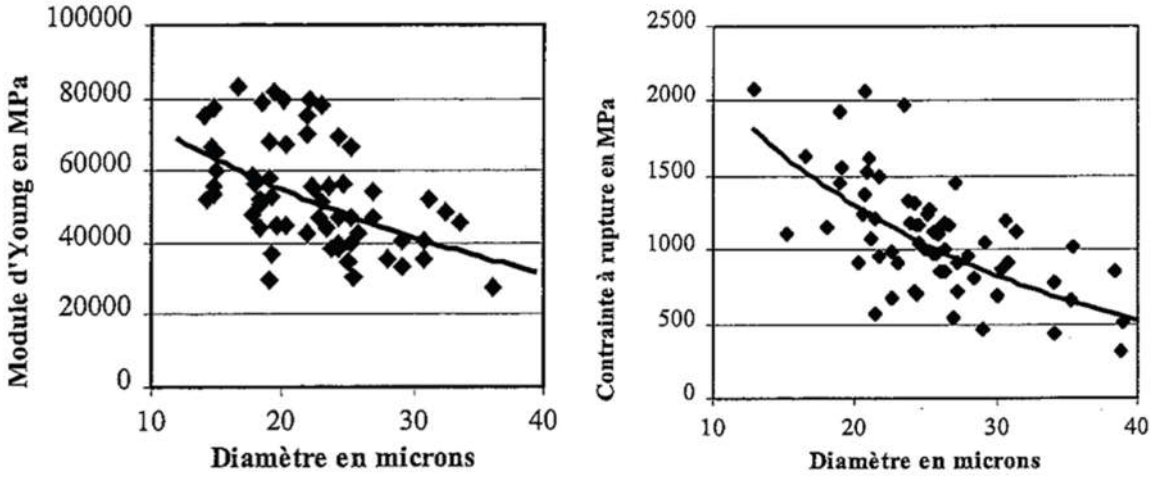


Figure 1-13 : Influence du diamètre de la fibre de lin sur la contrainte à rupture et le module d'Young (Baley, 2003)

1.2.3.4.2 Influence de l'hygrométrie sur la contrainte et l'allongement à rupture

Thuault a mené des essais de traction sur des fibres de lin dans une enceinte climatique, à une température de 25°C et pour différents degrés d'humidité relative (Thuault *et al.*, 2014). Des variations significatives ont pu être observées sur les propriétés mécaniques, et en particulier sur la contrainte et la déformation à rupture (Figure 1-14). On note ainsi une augmentation de la contrainte à rupture pour les trois différentes variétés jusqu'à 68 % d'humidité relative. Thuault attribue cet accroissement de la résistance en traction à une augmentation de la plasticité de la fibre de lin due à la présence d'eau au sein des fibres. Toutefois, au-delà de ce taux de 68%, la résistance en traction diminue. Thuault explique cela par le fait qu'à partir de 70 % d'humidité relative, la présence de l'eau n'améliore plus la plasticité et commence à endommager le réseau microfibrillaire. Le même phénomène est observable pour l'allongement à rupture. Toutefois, le module d'Young de la fibre n'est pas influencé par l'humidité. Stamboulis a également fait les mêmes observations une dizaine d'années auparavant (Stamboulis *et al.*, 2001).

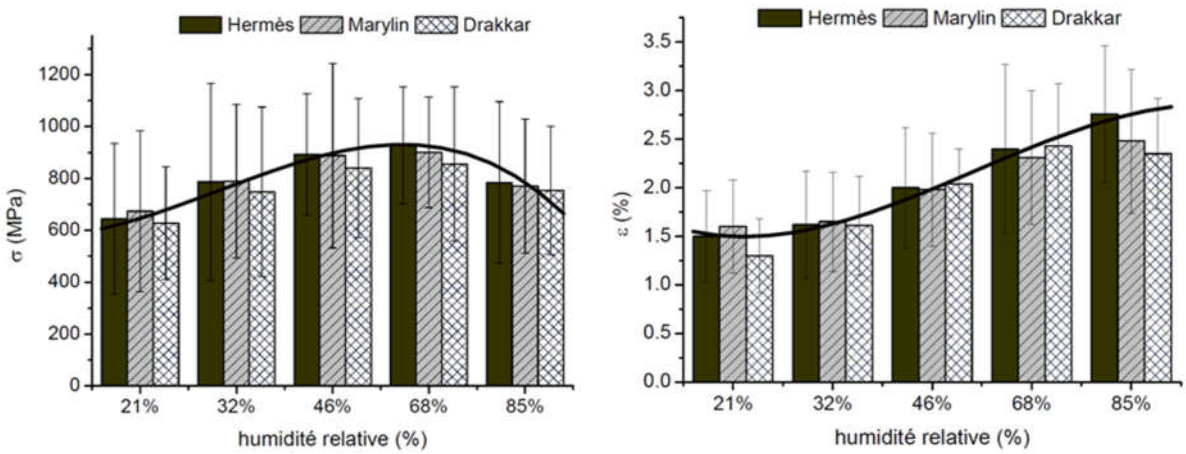


Figure 1-14 : Influence de l'hygrométrie sur les propriétés mécaniques des fibres de lin (Thuault, 2011)

1.2.3.5 Comportement thermique

Des analyses thermogravimétriques (ATG) ont permis de déterminer le comportement thermique des fibres de lin (Figure 15).

Le comportement thermique de la fibre de lin est similaire à celui d'autres fibres végétales, comme le chanvre par exemple (Magniont, 2011).

- Dans la plage de température 20–220°C, la perte de masse est d'environ 8 %. Elle correspond principalement au départ de l'eau libre contenue dans la fibre, dont la teneur en est justement d'environ 8 %, et à l'élimination d'éléments volatiles (Thuault, 2011).
- Entre 220 et 300°C, la perte de masse augmente de manière plus importante, environ 20 % de perte de masse à 300°C. Cela est caractéristique de la décomposition des éléments les moins stables thermiquement comme les hémicelluloses non-structurale (Yao *et al.*, 2008), les graisses et les cires (Mellon et Sharma, 2002; Sedan, 2007)
- Un premier ralentissement de la perte de masse est observé entre 300 et 350°C. Il correspond au début de la décomposition de la cellulose, sa décomposition s'effectuant, d'après la littérature, entre 300 et 420 (Ouajai et Shanks, 2005; Sedan, 2007).
- La perte de masse qui survient entre 350 et 450°C serait due à la décomposition des pectines, qui d'après Sedan, s'étend jusqu'à 500°C (Sedan, 2007). Toutefois, selon Mellon, cette perte de masse pourrait aussi correspondre à la décomposition des hémicelluloses structurales (Mellon et Sharma, 2002). Enfin, d'autres auteurs attribuent cette dernière perte de masse à la décomposition des particules de charbon, résidus de la décomposition des composants principaux (Ouajai et Shanks, 2005; Yao *et al.*, 2008).

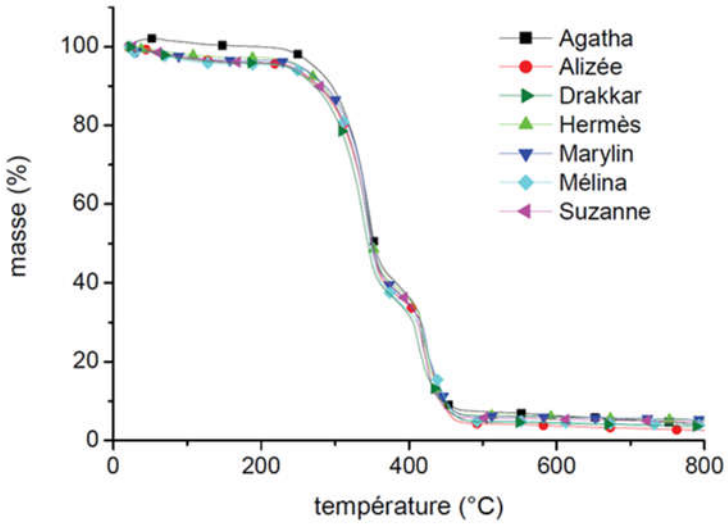


Figure 1-15 : Analyses thermogravimétriques de différentes variétés de fibres de lin (Thuault, 2011)

D'autres études montrent des essais de traction sur des fibres de lin exposées à différentes températures sous air, pour simuler les effets d'un traitement thermique (Gourier *et al.*, 2014). Les résultats sont regroupés dans la Figure 1-16. On observe des résultats cohérents avec l'analyse ATG présentée précédemment. Entre 20 et 190°C, la contrainte à rupture et le module d'Young sont sensiblement constants. En effet, cette plage de température correspond essentiellement à la déshydratation de la fibre. A 250°C, les valeurs de la contrainte à rupture et du module d'élasticité sont fortement affectées. Ceci semble logique puisqu'à 250°C, la décomposition d'une partie des hémicelluloses et de la cellulose a commencé, ce qui se traduit par une diminution importante des performances mécaniques.

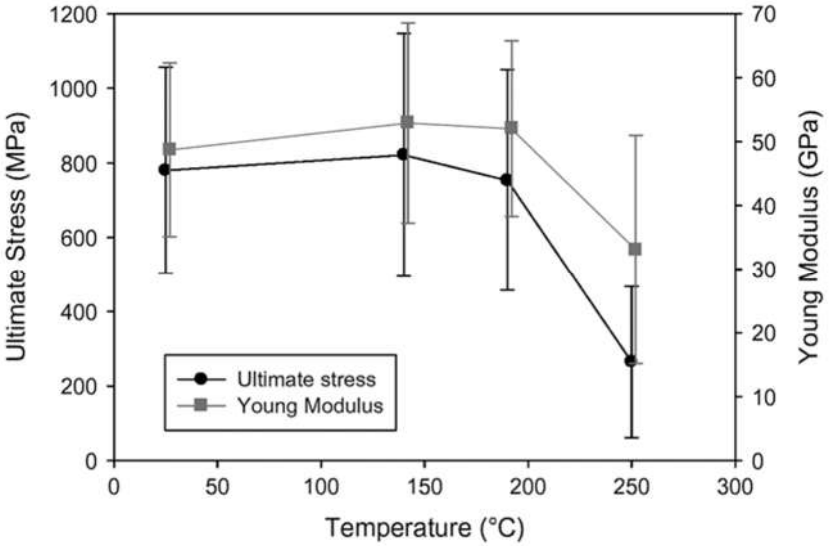


Figure 1-16 : Contrainte à rupture et module d'Young des fibres de lin à différentes températures (Gourier et al.*, 2014)*

1.3 CARACTERISTIQUES DES COMPOSITES CIMENTAIRES FIBRES

1.3.1 Les bétons et mortiers renforcés de fibres artificielles

1.3.1.1 Généralités

Un béton ou mortier fibré est un matériau associant des fibres à une matrice cimentaire afin d'en rehausser les propriétés mécaniques. Les fibres jouent le rôle de renfort tandis que la matrice assure la cohésion du matériau et le transfert des efforts aux fibres.

Depuis longtemps, les fibres sont utilisées pour renforcer des matériaux fragiles. La paille a été utilisée pour renforcer les briques de terre, et le crin de cheval pour renforcer les mortiers de maçonnerie et le plâtre. Plus récemment, une utilisation commerciale à grande échelle de fibres d'amiante dans une matrice cimentaire a commencé avec l'invention du procédé Hatschek en 1898. Cependant, principalement en raison des dangers pour la santé associés aux fibres d'amiante que nous connaissons, des types de fibres alternatifs ont été introduits dans les années 1960 et 1970. De nos jours, un grand nombre de matériaux techniques (matrices céramiques, métalliques ou organiques) incorporent des fibres pour améliorer les propriétés des matériaux. L'intérêt du secteur industriel pour les matériaux de construction renforcés de fibres ne cesse d'augmenter du fait du nombre conséquent de recherches en cours sur cette thématique (ACI, 1996).

1.3.1.1.1 Le rôle des fibres

La raison fondamentale de l'emploi des fibres comme renfort tient à leur bonne contrainte à la rupture. En effet, pour un même volume de matériau, la contrainte à la rupture sera plus haute pour une fibre que pour l'échantillon massif : la mise sous forme de fibre diminue fortement la taille des défauts et donc accroît la contrainte ultime. Les fibres incorporées au béton ont pour rôle d'augmenter la résistance en traction du béton et limiter la propagation des microfissures. Elles peuvent également dans certains cas renforcer la structure ou remplacer les armatures passives. En général, les fibres permettent aussi une meilleure répartition des contraintes mécaniques.

L'incorporation de fibres a pour effet d'augmenter la ductilité du béton et donc ses caractéristiques post-fissuration. De plus, les fibres peuvent améliorer la résistance en flexion, en torsion, en cisaillement, aux impacts et à la fatigue. Un béton fibré continue ainsi de supporter les efforts après l'apparition de fissures. L'amélioration des résistances précédemment citées est fonction de la teneur, de la nature et de la résistance des fibres utilisées. Il est important de souligner qu'une répartition uniforme des fibres dans le mélange est une condition essentielle pour améliorer les caractéristiques mécaniques du béton fibré (CIMbéton, 2013).

Selon le type utilisé, les fibres permettent également de mieux contrôler la propagation de fissure et leur ouverture L'utilisation de fibres aide à diminuer la fissuration causée par le retrait plastique. Quoique le retrait de séchage reste présent, la fissuration est mieux contrôlée ; les fissures sont plus fines, moins longues et mieux distribuées (ABQ, 2005).

Outre les considérations liées à la fissuration et à la ductilité, d'autres propriétés se sont révélées particulièrement intéressantes comme par exemple l'amélioration de la tenue au feu de différents types de bétons incorporant des microfibres de polypropylène (Bilodeau *et al.*, 2004; Liu *et al.*, 2008).

1.3.1.1.2 Les différents types de fibres

Les fibres présentent des caractéristiques physiques et mécaniques différentes selon leur nature, leurs dimensions (diamètre, longueur, etc.), formes (lisses, crantées, ondulées, etc.), etc. Chaque type de fibre a une influence particulière sur le comportement mécanique du béton, ce qui se traduit par des utilisations spécifiques (Caramaro, 2005). Les dosages courants en fibres sont de l'ordre de 0,5 à 2 % en volume. Parmi les fibres les plus employées, on notera les fibres d'acier, de verre et de polypropylène (Mouton, 2010). Dans le Tableau 1-6 sont données les propriétés physiques et mécaniques des principales fibres usitées dans les matériaux cimentaires. Chaque fibre présente des caractéristiques et des propriétés qui lui sont propres : densité, dimension, résistances mécaniques.

Tableau 1-6 : Propriétés physiques et mécaniques des principales fibres utilisées (CIMbéton, 2013)

Type de fibres	**Masse volumique** ($g.cm^{-3}$)	**Diamètre** (µm)	**Résistance en traction** (MPa)	**Module d'Young** (GPa)	**Allongement à rupture** (%)
Acier	7,85	50 - 1000	1000 - 2500	150 - 200	3 – 4
Verre	2,6	9 - 15	2000 - 3500	80	2 – 3,5
Polypropylène	0,9	> 4	500 - 750	5 - 10	10 – 20

1.3.1.2 Propriétés des bétons fibrés

1.3.1.2.1 Influence des fibres sur la rhéologie

L'ajout de fibres, comme tout autre type d'inclusions, modifie les propriétés rhéologiques du matériau cimentaire à l'état frais. Dans ce domaine et dans celui, connexe, de la mise en œuvre de ce type de matériaux, les connaissances sont peu établies et les études menées sont relativement rares. Pour de faibles taux de fibres, l'ouvrabilité du béton ne sera pas affectée et la répartition sera homogène dans le mélange. Cependant, il existe une fraction volumique critique pour laquelle la densité de contacts entre fibres est appréciable et ceci peut amener à la formation d'agglomérats (Martinie, 2010). De nombreux paramètres liés aux fibres peuvent influer sur la maniabilité du mélange à l'état frais comme la longueur, le taux d'incorporation, la rigidité, la morphologie, etc. (ACI, 1996).

Une autre étude rhéologique a également montré que l'orientation des fibres rigides est liée à la contrainte d'écoulement du béton frais (Boulekbache *et al.*, 2010). Cette étude a également montré que la résistance à la flexion du béton était fortement liée à l'orientation des fibres. Il a également été observé qu'une meilleure orientation des fibres conduit à un béton ayant une faible limite d'élasticité, ce qui résulte en un développement d'une multi-fissuration sous chargement en

flexion. Cependant, la rhéologie du béton fibré n'a été étudiée que dans le cas de fibres rigides (Boulekbache *et al.*, 2012; Martinie *et al.*, 2010), avec un faible rapport d'aspect (rapport longueur/diamètre de la fibre) allant de 17 à 100. A titre de comparaison, les fibres de lin peuvent ont un rapport d'aspect allant de 500 à 2000, ce qui explique leur grande flexibilité.

1.3.1.2.2 Influence des fibres sur le comportement mécanique

Tel que mentionné précédemment, on dénombre plusieurs types de bétons de fibres qui diffèrent selon leur composition, le type de fibre et les performances mécaniques.

Le rôle principal des fibres est de mieux contrôler la fissuration du béton en limitant l'ouverture des fissures et de transformer le comportement fragile du béton en un comportement ductile. Le comportement du béton en flexion est conditionné par la fissuration de la zone tendue. En cela, la présence des fibres peut jouer un rôle stabilisateur après rupture de la matrice de béton. En effet, alors qu'un béton non-fibré a une rupture fragile qui se produit dès l'apparition de la première fissure, les bétons fibrés continuent de reprendre des efforts même après que la charge maximale soit atteinte (Figure 1-17).

L'amélioration du comportement post-fissuration des bétons dépend de nombreux paramètres tels que la nature des fibres, les propriétés mécaniques et la morphologie de celles-ci, le taux et la longueur des fibres, etc. Chaque type de fibres à une utilisation bien spécifique suivant les propriétés recherchées pour le composite.

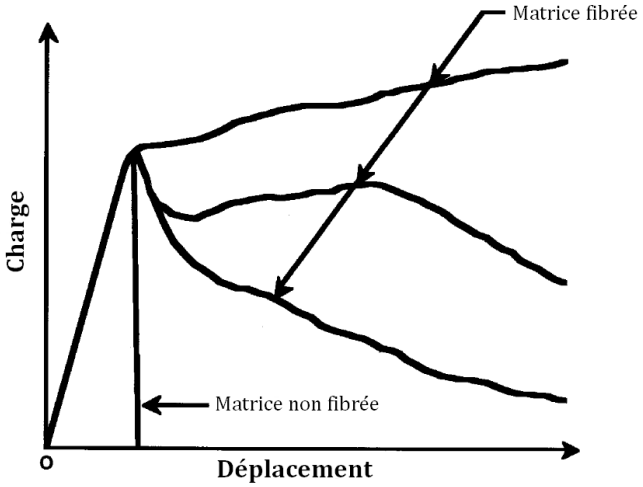


Figure 1-17 : Courbes force-déplacement typiques en flexion d'un matériau cimentaire non-fibré et de matrices cimentaires renforcés par des fibres (ACI, 1996)

1.3.1.3 Les principaux bétons renforcés de fibres

1.3.1.3.1 Les bétons renforcés de fibres métalliques

Les fibres métalliques, et en particulier d'acier, ont fait l'objet de nombreuses recherches pour développer leurs utilisations dans le béton. Elles sont de types et de formes variées et présentent une très bonne compatibilité avec le béton (ABQ, 2005) : à bouts ondulés, plats, en crochets ; crêpé ; ondulé-déformé ; amorphe.

Les bétons de fibres métalliques ont une bonne résistance à la traction et à la flexion. Leurs utilisations sont diverses : dallages et sols industriels, voussoirs de tunnels, coques ou pieux, bétons projetés, produits préfabriqués, etc. Les fibres métalliques sont utilisées dans le but d'améliorer le comportement mécanique des bétons structurels. En effet, elles participent à la réduction de l'ouverture des fissures et à leur meilleure répartition. Toutefois, comme le souligne P. Rossi, du fait du module d'Young important des fibres métalliques, elles s'avèrent peu efficaces pour limiter la fissuration au jeune âge (Rossi, 2002). Les efforts dus aux variations dimensionnelles de la matrice ne sont pas correctement transmis aux fibres, ce qui les rend peu efficaces à ce stade. En revanche, une fois le béton durci, l'ancrage des fibres est bien meilleur, ce qui améliore considérablement l'efficacité des fibres métalliques vis-à-vis de la fissuration.

1.3.1.3.2 Les bétons renforcés de fibres synthétiques

Les fibres synthétiques les plus utilisés dans les matériaux cimentaires sont les fibres de polypropylène, nous nous limiterons donc seulement à l'étude de ces fibres. Les fibres de polypropylène sont fabriquées selon un processus d'extrusion et sont disponibles sous deux formes : en faisceaux ou en filament individuel. Lorsqu'elles sont utilisées sous forme de faisceaux, elles se séparent lors du malaxage pour se répartir de manière multidirectionnelle dans le béton (ACI, 1989). Les fibres de polypropylène permettent en particulier de mieux contrôler le retrait plastique du béton du fait du nombre plus important de fibres présentes dans le mélange mais elles n'améliorent pas son comportement post-fissuration, contrairement aux fibres métalliques, (CIMbéton, 2013).

Malgré leur faible résistance au feu (température de fusion comprise entre 140 et 170 °C), les fibres de polypropylène permettent d'améliorer la tenue au feu des bétons (Liu *et al.*, 2008). Le béton étant un matériau poreux, il contient de l'eau dont une partie correspond à l'eau excédentaire nécessaire à l'ouvrabilité. Dans le cas d'une montée importante en température, cette eau emprisonnée va se transformer en vapeur. Pour des bétons à compacité élevée, cette vapeur est susceptible de créer des contraintes internes, pouvant entrainer l'écaillage en surface du béton. D'après une étude réalisée par Bilodeau, l'incorporation de fibres de polypropylène dans le béton (1,5 à 3,5 $kg.m^{-3}$) permet d'en améliorer la tenue au feu (Bilodeau *et al.*, 2004). Les observations montrent qu'en fondant, les fibres de polypropylène créent un réseau tridimensionnel constitué de petits capillaires connectés entre eux. Ce réseau de drains va permettre à la vapeur d'eau de l'échapper vers l'extérieur, limitant ainsi la pression interne du béton et donc le phénomène d'écaillage.

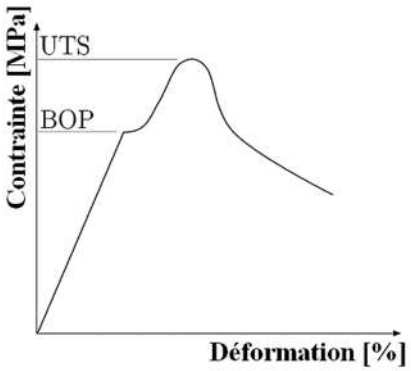
1.3.1.3.3 Les composite ciment-verre (CCV)

Le CCV (Composite Ciment Verre), dénomination française de Glass Fibre Reinforced Concrete (GFRC) est un microbéton riche en ciment dans lequel sont incorporées des fibres de verre AR (Alcali-Résistantes) (Faucon et Beinish, 2006). Le but visé en développant ce produit était de remplacer les produits fibrociments dont les fibres d'amiantes ont posé les problèmes de santé que l'on connait. Le microbéton apporte au CCV ses qualités intrinsèques (plasticité, diversification

possible des parements, etc.). La fibre de verre lui confère un comportement mécanique pseudo-ductile qui autorise la création de produits minces donc légers : 30 kg.m^{-2} avec une épaisseur de 15 mm (Bernier, 1988).

Les microfissures de la matrice sont bloquées ou déviées par les fibres (mécanisme de pontage de fissure par les fibres), ce qui promeut le développement de l'endommagement au travers de multiples microfissures. Une forte réserve de déformation est ainsi obtenue et les propriétés du matériau vont dépendre de plusieurs facteurs tels que le taux et la longueur du renfort, la compacité de la matrice, etc. (Cherubin-Grillo, 2001). Le CCV combine la haute résistance en compression du mortier avec les propriétés de la fibre de verre. Cette formulation entraîne une amélioration des caractéristiques mécaniques (choc, ténacité, flexion, traction, etc), le maintien d'une excellente ductilité dans le temps et la disparation des problèmes de vieillissement (Glinicki *et al.*, 1994; Mobasher et Shah, 1989; Proctor, 1990; Shah *et al.*, 1988).

Les limitations du CCV proviennent du faible taux de renfort. En effet, en raison de la rhéologie de la matrice cimentaire, le taux de renfort usuel est de l'ordre de 3% en poids, voire 4% dans certains cas (Faucon et Beinish, 2006). Au-delà de ces limites, l'ouvrabilité du matériau n'est plus satisfaisante. La figure 1-18 présente l'allure du comportement en flexion du CCV ainsi que leurs propriétés mécaniques usuelles (Promis, 2010).



Contrainte de compression	$[MPa]$	40-80
Module de Young	$[GPa]$	10-20
BOP	$[MPa]$	4-7
UTS	$[MPa]$	8-11
Cisaillement plan	$[MPa]$	4-11
Cisaillement interlaminaire	$[MPa]$	3-5

Figure 1-18 : Propriétés usuelles du CCV (Promis, 2010)

1.3.2 Caractéristiques des composites cimentaires incorporant des fibres végétales

Les fibres végétales peuvent être associées à des matrices de différentes natures telles les polymères thermoplastiques ou thermodurcissables. Nous ne décrirons pas plus en détails ces composites à matrice polymère dont les propriétés sont relativement éloignées de celles valorisables dans le bâtiment. Nous limiterons notre étude bibliographique aux matériaux composites de construction à matrice minérale (à base de ciment, de plâtre ou encore de chaux) renforcée par des fibres courtes.

1.3.2.1 Propriétés à l'état frais

1.3.2.1.1 Maniabilité des composites à l'état frais

La maniabilité des mortiers et bétons est l'une des principales propriétés à l'état frais. L'incorporation de fibres végétales non-traitées au béton conduit à une forte réduction de la maniabilité, due à l'absorption d'eau par les fibres. Cependant, le mélange doit être suffisamment maniable pour la mise en œuvre. Un mélange trop raide ou trop sec pourrait conduire à un produit final insuffisamment compacté, qui serait susceptible de contenir davantage de vides et/ou des nids d'abeille (réseau poreux). A l'inverse, un mélange trop humide conduira à une diminution des résistances mécaniques.

L'autre aspect important concernant la maniabilité est la formation de boulettes de fibres, c'est-à-dire l'agglomération des fibres entre elles durant le malaxage. Le degré d'agglomération dépend du type et de la longueur des fibres utilisées, la fraction volumique de fibres, et de la dimension maximale de l'agrégat présent dans le composite cimentaire (Bentur, 2007). L'agglomération des fibres doit être évitée car il a un effet néfaste sur la résistance. Certaines dispositions peuvent être prises lors du mélangeage afin de minimiser l'effet d'agglomération. Normalement, l'addition progressive des fibres à la fin de l'opération de malaxage, une fois les autres ingrédients mélangés, permet de réduire cet effet d'agglomération. L'utilisation d'un plastifiant réducteur d'eau permet également d'augmenter sensiblement la maniabilité, sans nuire aux performances mécaniques du composite (ACI, 1996; Chafei *et al.*, 2015). De plus, selon Aziz, la diminution du dosage en granulat permet aussi de limiter la formation de boulettes (Aziz *et al.*, 1981).

Des mesures du temps d'écoulement sur des mortiers incorporant des fibres de lin ont montré que ce temps croît fortement avec l'augmentation du taux de fibres incorporées (Le Hoang, 2013). La Figure 1-19 présente les résultats obtenus lors de cette étude, pour des fibres d'une longueur de 30mm. L'écoulement pour le mortier témoin sans fibres est de 6 secondes, ce qui correspond à une maniabilité « ouvrage » au sens de la norme NF P18-452. Un mortier est considéré comme non utilisable avec les méthodes courantes de mise en œuvre pour un temps d'écoulement supérieur à 20 secondes. Pour tous les taux volumiques de fibres, le temps d'écoulement est supérieur à 20 secondes. On note également que plus le taux de fibres augmente, plus le temps d'écoulement est augmenté.

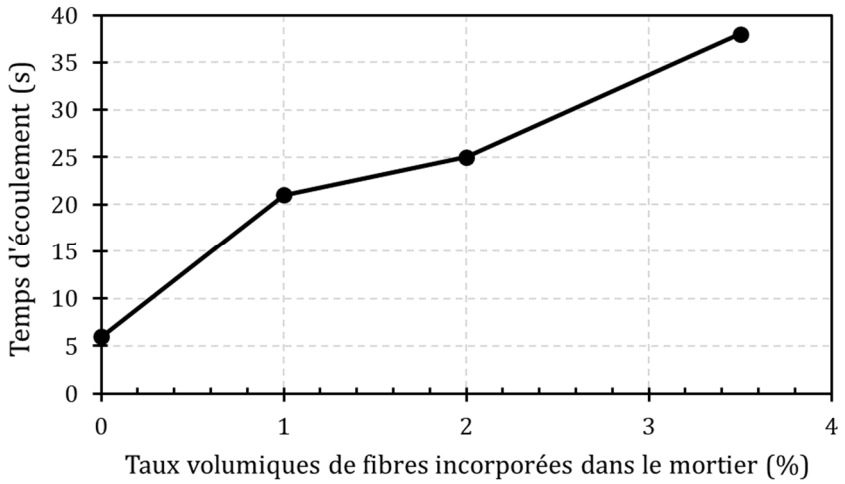


Figure 1-19 : Temps d'écoulement de mortiers renforcés de fibres de lin (Le Hoang, 2013)

D'autres études se sont également intéressées à la rhéologie des mortiers incorporant des fibres de lin. Le même constat a pu être fait, à savoir une diminution de la maniabilité des mortiers avec l'augmentation du taux de fibres (Chafei, 2014; Chafei *et al.*, 2012). Au-delà de 4 % de fibres en volume, le mélange devient quasiment impossible à mettre en œuvre avec les méthodes traditionnelles.

1.3.2.1.2 Maniabilité des composites à l'état frais

L'étude de la compatibilité du ciment avec les fibres végétales ou le bois reste délicate étant donné le caractère hétérogène des végétaux. Les explications sont souvent complexes et parfois contradictoires. Un retard et une augmentation du temps de prise des pâtes cimentaires associées avec du bois ont été reportés dès les années 60 (Biblis et Lo, 1968; Weatherwax et Tarkow, 1964). Selon ces auteurs, la composition chimique et la teneur en sucres libres dans les extractibles seraient responsables de l'augmentation du temps de prise.

En 1994, Simatupang et al. ont explicité les mécanismes d'interaction entre le bois et le ciment. Ils attribuent l'augmentation du temps de prise du ciment à une solubilisation partielle des hémicelluloses au cours de l'interaction entre la pâte de ciment et le bois (Simatupang *et al.*, 1994). Selon Reading, les alcalins, qui proviennent de la dissolution du ciment, pourraient s'attaquer aux hémicelluloses et les transformer en oligosaccharides solubles qui inhiberaient ensuite l'hydratation de la pâte cimentaire (Reading, 1985).

Récemment, une étude par calorimétrie isotherme sur la modification de l'hydratation du ciment par le bois a été menée (Govin *et al.*, 2006). Il a été montré que le bois agit comme un inhibiteur d'hydratation du ciment. Pendant 48 heures, la quantité de chaleur dégagée du ciment en présence de bois est plus faible que celle normale du ciment, ce qui traduit un retard important de l'hydratation. Cette quantité de chaleur diminue d'autant plus que la concentration en copeaux de bois est élevée (Figure 1-20). Une analyse par thermogravimétrie a permis de quantifier les hydrates formés, ce qui a révélé une forte inhibition de la formation de Portlandite $Ca(OH)_2$. La présence du bois modifie la condensation des silicates et la formation des C-S-H. Selon Govin,

l'inhibition de l'hydratation des phases silicatées est en partie due au pH élevé et donc à la concentration en ions hydroxydes OH^- dans la solution interstitielle.

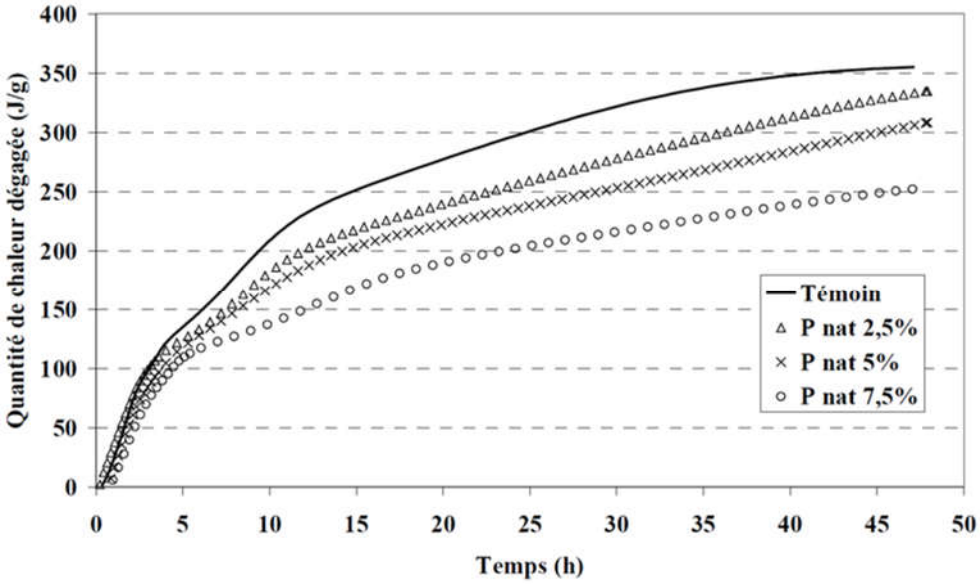


Figure 1-20 : Influence de la concentration en peuplier sur la quantité de chaleur d'hydratation dégagée (Govin, 2004)

Sedan s'est également intéressé à l'effet des fibres végétales sur l'hydratation du ciment, avec des fibres de chanvre (Sedan, 2007). Il a pu observer la fixation des ions calcium Ca^{2+} sur les chaînes de pectines présentes dans les fibres. En effet, du calcium bivalent entouré de molécules d'eau peut se lier à des atomes d'oxygène électronégatifs et assurer la liaison entre deux chaînes de pectines (Figure 1-21). Si le calcium est fixé entre les deux chaînes d'acide galacturonique, une structure stable, appelée « egg box » est formée (Alexos M.A.V. et Thibault, 1991). Cette fixation des ions calcium sur les fibres végétales entraîne une forte diminution de ces ions dans la pâte de ciment. La concentration en calcium est ensuite trop faible pour permettre la formation d'un gel de silicate de calcium hydraté C-S-H. En permettant la fixation du calcium sur les fibres, les pectines inhiberaient la formation de gels silico-calciques, qui sont les produits majeurs de l'hydratation du ciment Portland.

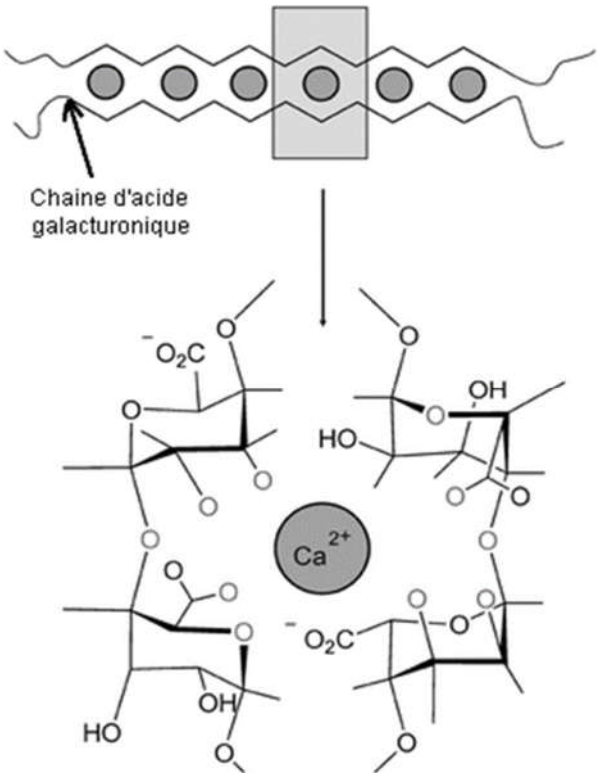


Figure 1-21 : Fixation des ions calcium entre deux chaines de pectine (Leick et al.*, 2010)*

1.3.2.2 Propriétés à l'état durci

1.3.2.2.1 Facteurs influents

Les propriétés des bétons renforcés par des fibres végétales, comme les autres bétons fibrés, sont affectés par un nombre important de facteurs (ACI, 1996). Les principaux sont les suivants :

- Type de fibre : lin, chanvre, sisal, jute, coir, bambou, bagasse, miscanthus, etc.
- Morphologie de la fibre : longueur, diamètre, section transversale.
- Configuration : fibre unitaire, faisceaux, brins.
- Etat de surface : lisse, rugueuse, présence d'un revêtement.
- Propriétés de la matrice : type de ciment, type et granulométrie des granulats, adjuvants.
- Proportions des différents constituants : rapport E/C, taux de fibres, proportion des granulats.
- Méthode de malaxage : type de malaxeur, séquence d'ajout des constituants, méthode d'incorporation des fibres, vitesse et durée de malaxage.
- Méthode de mise en œuvre : vibration standard, projection, extrusion.
- Conditions de cure : air, humide.

1.3.2.2.2 Comportement mécanique d'un composite cimentaire biofibré

1.3.2.2.2.1 Comportement en flexion

Les études réalisées sur les matériaux composites incorporant des fibres végétales brutes mettent en évidence une modification du comportement mécanique du composite. Alors que la

matrice cimentaire pure présente un comportement élastique linéaire fragile en flexion, les éprouvettes de composites biofibrés n'ont pas un comportement fragile et continuent à supporter une charge significative après la charge maximale (Aziz *et al.*, 1981). Sedan a comparé les propriétés mécaniques d'une pâte de ciment et d'une matrice cimentaire incorporant des fibres de chanvre (16 % en volume). Pour cela, des essais de flexion trois points ont été réalisés sur ces deux matériaux après 28 jours de cure (Sedan *et al.*, 2008). La Figure 1-22 présente le comportement en flexion d'une pâte de ciment et d'une matrice renforcée par des fibres de chanvre.

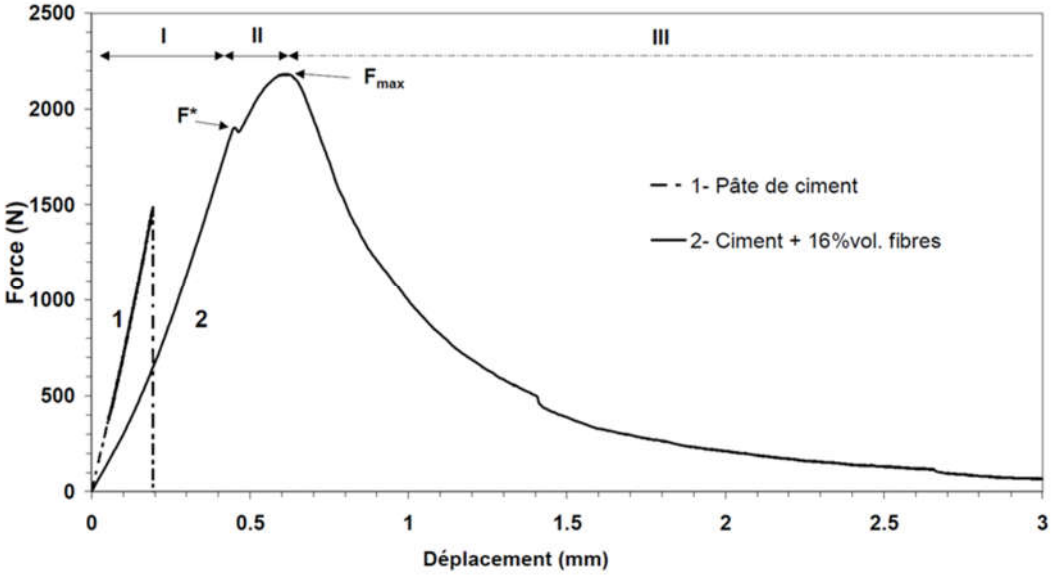


Figure 1-22 : Courbe de comportement d'un échantillon de pâte de ciment et d'un composite ciment / fibres végétales en flexion (Leick et al.*, 2010)*

L'auteur distingue trois zones dans le comportement du composite biofibré :

- Phase I : Comportement quasi-linéaire proche de celui de la pâte de ciment seule. Dans cette phase les efforts sont principalement supportés par la matrice.
- Phase II : Apparition de la première fissure dans la matrice à partir de F*. Ensuite, les efforts sont transmis aux fibres qui supportent la charge. D'après Sedan, les fibres limitent également la propagation de la fissure par un effet de pontage.
- Phase III : A partir de F_{max}, la charge diminue de façon contrôlée contrairement à la pâte de ciment qui rompt brutalement. L'auteur associe cette phase à une rupture progressive des interfaces fibre/matrice, suivie du déchaussement des fibres.

L'incorporation de fibres végétales modifie peu la charge d'apparition de la première fissure, qui est principalement liée aux caractéristiques de la matrice, notamment sa déformation ultime. Cependant, une fois la première fissure apparue, les fibres permettent de limiter s propagation (Aziz *et al.*, 1981).

Le passage d'une matrice fragile à un composite fibré ductile présentant un comportement post-pic contrôlé est relevé par tous les auteurs. Cependant, cette modification du comportement n'est pas toujours accompagnée d'une amélioration de la résistance en flexion (Kriker *et al.*, 2005).

Les performances du composite dépendent notamment du dosage et de la longueur des fibres (Figure 1-23). Le Hoang a étudié le renforcement de mortiers de ciment par des fibres de lin (Tung *et al.*, 2012).

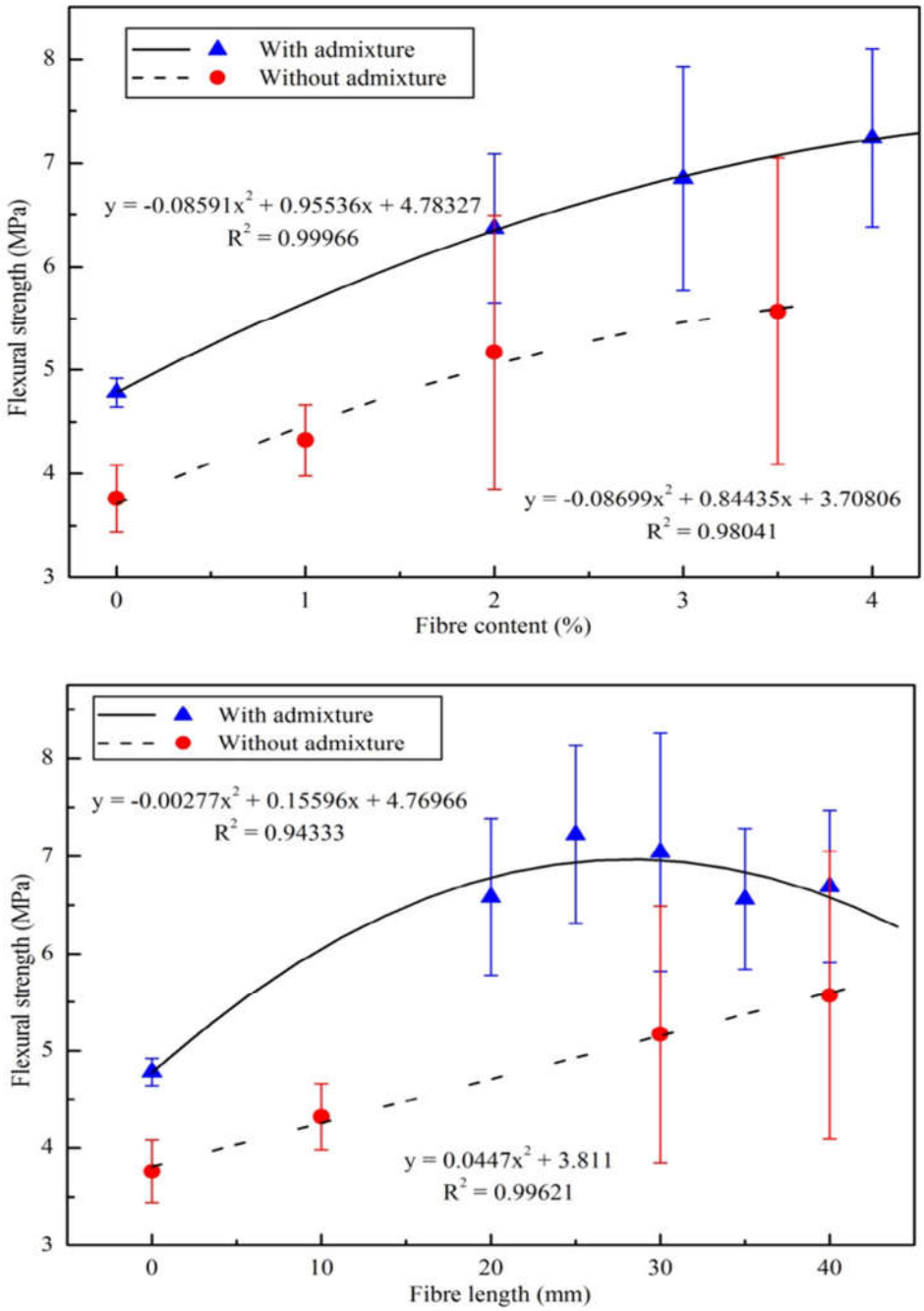


Figure 1-23 : Influence du dosage et de la longueur des fibres de lin sur la résistance en flexion des composites cimentaires (Le Hoang et al.*, 2012)*

On peut noter sur la Figure 1-23 que les performances en flexion du composite sont dépendantes de la longueur et du dosage en fibres de lin. Dans un premier temps, plus la longueur des fibres est importante, plus la résistance en flexion est améliorée. Cependant, au-delà d'une longueur critique (environ 30 mm) les propriétés n'augmentent plus, et même commencent à décroitre. De la même manière, pour une même longueur de fibre, l'augmentation du dosage en

fibres de lin permet l'amélioration des propriétés. On ne relève pas ici de seuil maximal de taux de fibres pour la résistance en flexion.

Le dosage optimal et la longueur optimale des fibres dépendent du type de fibres et de la méthode de mise en œuvre. D'autre auteurs ont étudié le renforcement d'une pâte de ciment par des fibres de coco et relève une amélioration optimale des propriétés pour un dosage volumique de 4% et une longueur de fibres de 38 mm (Aziz *et al.*, 1981).

Sedan reporte une amélioration optimale pour un dosage de 16% en volume de fibres de chanvre de longueur comprise entre 10 et 20 mm (Sedan, 2007) (Figure 1-24).

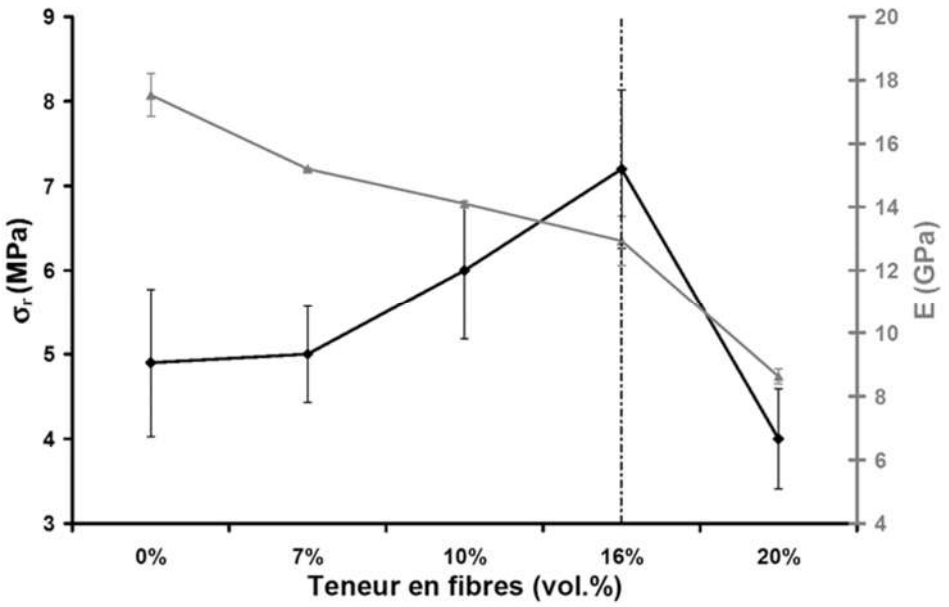


Figure 1-24 : Evolution de la contrainte à rupture et du module de Young en flexion d'une pâte de ciment renforcée de fibres de chanvre en fonction de la teneur en fibres (Sedan, 2007)

En parallèle à la résistance en flexion, l'auteur a mesuré le module d'Young des différentes compositions par échographie ultrasonore en milieu infini. Il a remarqué que l'amélioration de la résistance en flexion du composite s'accompagne d'une diminution significative du module d'élasticité du matériau. L'auteur attribue cela à une augmentation de la porosité due à l'incorporation des fibres.

1.3.2.2.2.2 <u>Comportement en compression</u>

La résistance en compression des composites n'est, en général, pas significativement affectée par l'incorporation de fibres végétales (ACI, 1996). D'après une étude de Mansur, la résistance en compression de composites incorporant des fibres de jute n'est pas sensible à l'ajout de ces fibres (Mansur et Aziz, 1982). La résistance en compression reste quasiment la même pour les différents taux de fibres et les différentes longueurs (Figure 1-25).

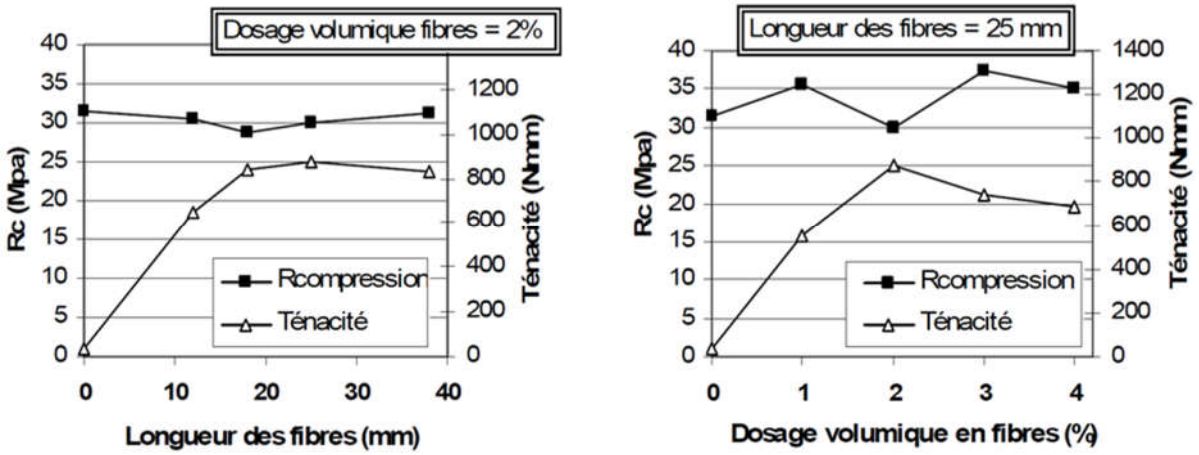


Figure 1-25 : Influence du dosage et de la longueur des fibres de jute sur la résistance en compression du composite cimentaire (Mansur et Aziz, 1982)

Toutefois, ces résultats diffèrent de ceux de Kriker dont l'étude a mis en évidence une diminution de la résistance en compression avec l'augmentation du dosage et de la longueur des fibres (Kriker *et al.*, 2005). La résistance d'un béton renforcé par 2 % en volume de fibres de palmier dattier de longueur 15 mm représente 90 % de celle du béton non renforcé tandis que celle d'un béton renforcé par 3% de fibres de 60 mm de longueur ne représente plus qu'environ 55% de celle du béton seul. L'auteur attribue cette diminution à l'augmentation du nombre de défauts et à la non-uniformité de la répartition des fibres.

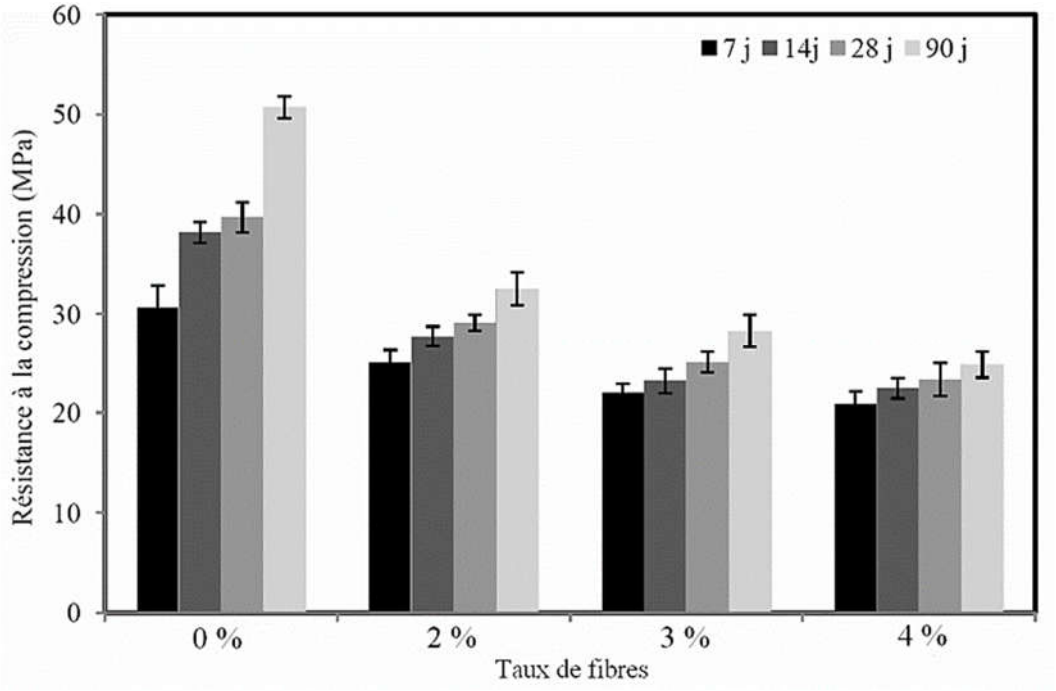


Figure 1-26 : Influence du taux de fibres de lin sur la résistance en compression du mortier (Chafei, 2014)

Une autre étude s'est intéressée à la résistance en compression des composites biofibrés avec du lin (Chafei, 2014). Des essais de compression sur des éprouvettes de mortier ont été menés à différentes échéances : 7, 14, 28, 90 jours. De plus, différents taux de fibres ont été testés : 0, 2, 3 et

4%. En accord avec les résultats de Kriker (2005), Chafei observe une diminution significative de la résistance en compression avec l'incorporation de fibres végétales (Figure 1-26). De plus, la résistance en compression diminue avec l'augmentation du taux de fibres. Cela souligne à nouveau l'effet néfaste des fibres végétales sur la résistance en compression des composites.

1.3.2.2.2.3 *Ténacité et résistance aux impacts*

La capacité à absorber l'énergie, aussi appelé ténacité, est un paramètre important à prendre en compte pour les éléments de faible épaisseur comme les tuiles ou les panneaux de façades. En effet, ces composites peuvent être soumis à des charges statique, dynamique ou de fatigue. Ce paramètre a été peu étudié pour les mortiers et béton renforcés de fibres végétales. La ténacité peut également être évaluée sous l'effet d'un impact.

Ramakrishna a conduit un essai de résistance à l'impact aux projectiles (Ramakrishna et Sundararajan, 2005). Ainsi, des dalles de 300×300×20 mm en mortiers renforcés par des fibres de sisal et de jute ont été testés. Il définit le rapport de la résistance résiduelle d'impact (I_{rs}) selon l'Eq. 1 :

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

Le rapport de la résistance résiduelle d'impact est globalement amélioré pour les composites incorporant des fibres végétales (Figure 1-27). Pour le jute, un taux de 1 % ou 1,5 % de fibres semble être optimal pour améliorer la ténacité des composites. Pour le sisal, cet optimum se situe à 1,5 %, pour une longueur de fibres de 20 mm. Il est difficile de conclure quant à l'influence de la longueur des fibres sur la ténacité. En effet, les valeurs fluctuent beaucoup et ne semblent pas suivre une logique particulière.

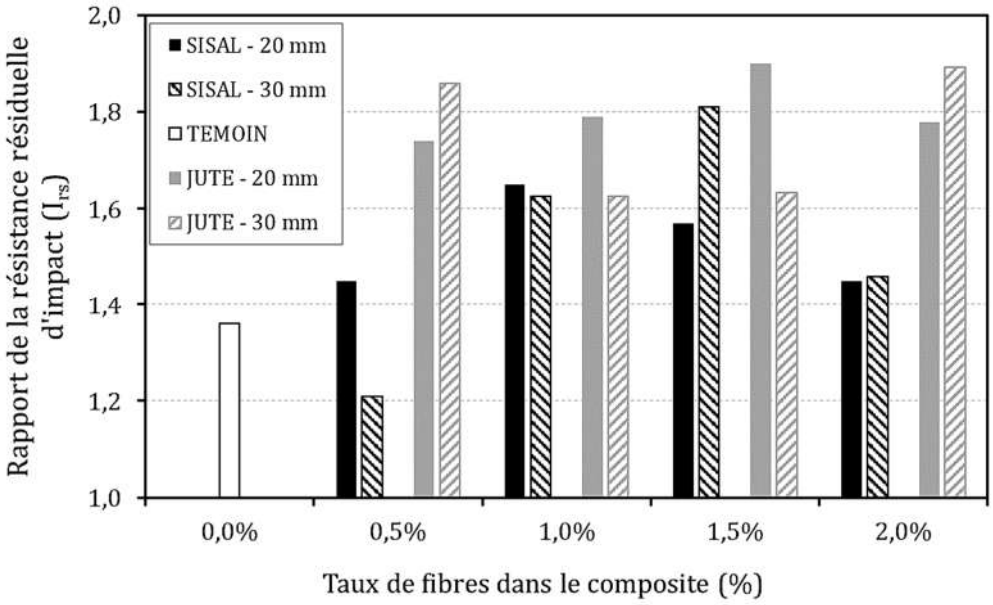


Figure 1-27 : Résistance résiduelle d'impact sur des composites jute et sisal (Ramakrishna et Sundararajan, 2005)

1.4 DURABILITE DES COMPOSITES CIMENTAIRES A FIBRES VEGETALES

Malgré les propriétés mécaniques intéressantes obtenues pour les composites cimentaires à renfort de fibres végétales, de nombreuses études soulignent les problèmes rencontrés concernant la durabilité des fibres dans une matrice fortement alcaline.

1.4.1 Propriétés sur le long terme

Dans le cas de l'étude mécanique de composites cimentaires biofibrés, les auteurs rapportent dans la très grande majorité des cas une perte de ductilité de ces matériaux au cours du temps. Les résultats obtenus par Sedan, présentés sur la Figure 1-28, illustrent bien ce phénomène (Sedan, 2007).

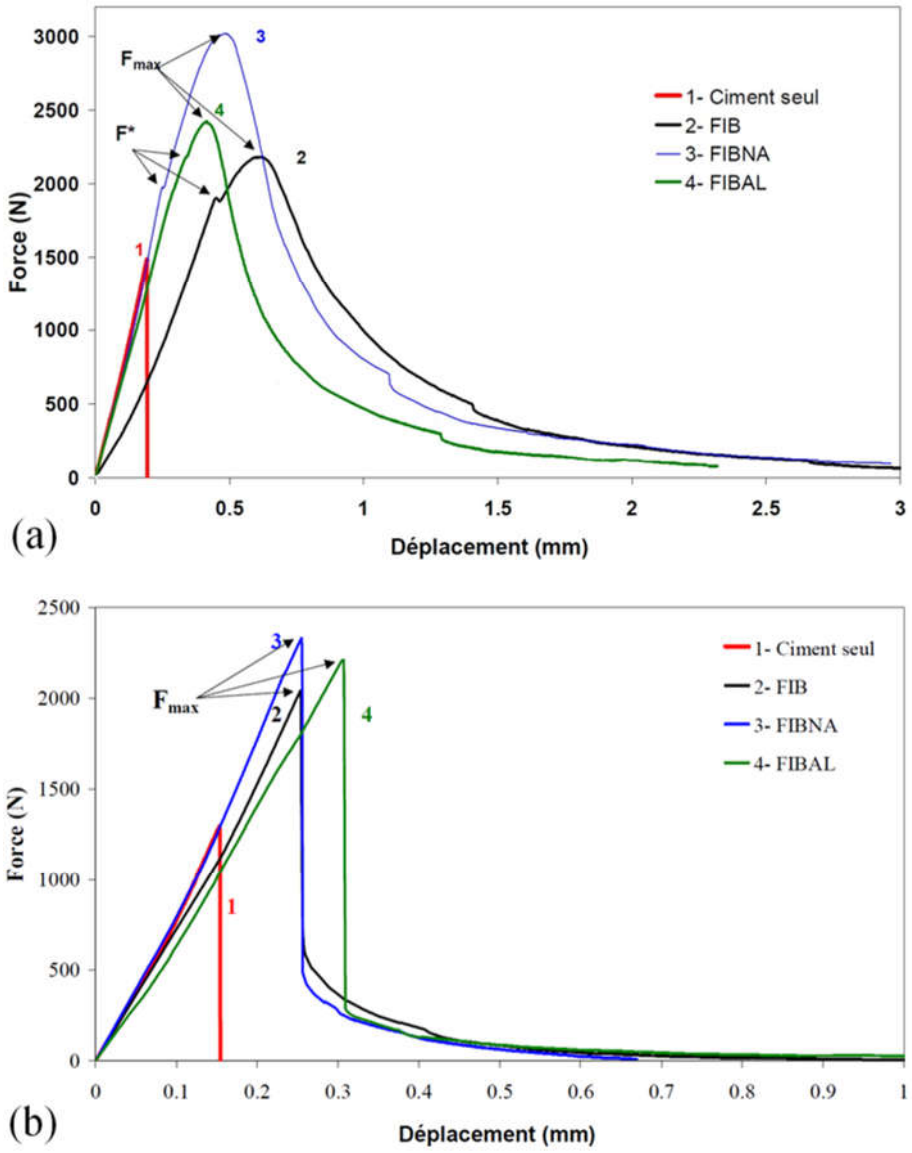


Figure 1-28 : Comportement mécanique en flexion 3 points d'une matrice cimentaire renforcée par des fibres de chanvre brutes (FIB), et des fibres traitées avec une solution de soude (FIBNA) et de chlorure d'aluminium (FIBAL) à 28 jours (a) et après 12 mois de vieillissement naturel (b) (Sedan, 2007)

Au bout de 12 mois de vieillissement naturel, le comportement mécanique des composites est modifié de manière significative. La force d'apparition de la première fissure reste approximativement la même que celle obtenue aux essais réalisés à 28 jours. Cependant, la phase post-pic disparait après vieillissement. Le matériau présente un comportement fragile, similaire à celui d'une matrice non fibrée. Certains auteurs relèvent, en parallèle de la perte de ductilité, une augmentation de la résistance à l'apparition de la première fissure (Akers et Studinka, 1989; Almeida *et al.*, 2013; Kriker *et al.*, 2008; Soroushian *et al.*, 2013; Toledo Filho *et al.*, 2000, 2009).

Des résultats similaires à ceux de Sedan ont été auparavant obtenus par Canovas sur des composites cimentaires à renfort de fibres de sisal (Canovas *et al.*, 1992). Les éprouvettes soumises à des cycles d'humidification/séchage présentent une baisse considérable de la résistance maximale en flexion. Ce résultat est déjà bien perceptible après seulement douze cycles de vieillissement. On observe également une diminution très importante de la ténacité. La Figure 1-29 présente l'évolution du comportement en flexion d'échantillons soumis à 0, 12, 60 et 120 cycles de vieillissement accéléré.

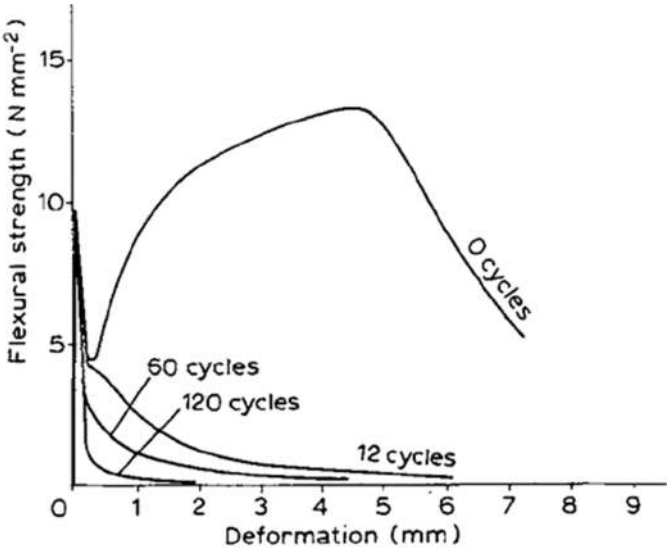


Figure 1-29 : Courbes contrainte-déformation d'un mortier de ciment Portland renforcé par des fibres de sisal brutes, soumis à un vieillissement accéléré par cycles d'humidification/séchage (Canovas et al.*, 1992)*

Un autre phénomène, mis en évidence par plusieurs auteurs (Bentur et Akers, 1989; MacVicar *et al.*, 1999; Toledo Filho *et al.*, 2000), est la modification du mode de rupture des fibres après vieillissement à plus ou moins long terme. Ceci est caractéristique de la mauvaise durabilité des fibres en milieu alcalin. Pour les composites non âgés, la rupture survient principalement par arrachement des fibres de la matrice. Pour les échantillons vieillis, le taux de fibres cassées augmente tandis que la longueur d'arrachement diminue. Ces auteurs ont pu observer en parallèle une minéralisation des fibres suite au contact prolongé avec la matrice cimentaire. Cela a entrainé une détérioration structurelle et une rigidification des fibres qui les rend cassantes et limite fortement le transfert des contraintes entre la fibre et la matrice.

1.4.2 Impact du milieu cimentaire sur les fibres végétales

Le premier mécanisme expliquant la perte de ductilité des composites incorporant des fibres végétales est la dégradation de ces fibres dans le milieu alcalin de la matrice. Afin d'étudier ce phénomène, plusieurs auteurs ont suivi les propriétés de fibres végétales immergées dans différentes solutions alcalines.

Une première étude montre des mesures de la résistance en traction et de l'allongement à la rupture de fibres d'agave immergées dans une solution de $Ca(OH)_2$ à pH 12,5 (Juarez *et al.*, 2007). Après 12 mois d'immersion, les fibres conservent environ 30 % de leur résistance à la traction initiale et seulement 17 à 27 % de leur ductilité.

Toledo a comparé l'effet de l'immersion de fibres de sisal et de coco dans de l'eau à pH 8,3, du $Ca(OH)_2$ à pH 12 et du NaOH à pH 11 afin de distinguer d'une part l'effet du pH et d'autre part celui de la présence des ions calcium sur la durabilité des fibres végétales (Toledo Filho *et al.*, 2000). Après 210 jours d'immersion dans la solution d'hydroxyde de calcium, la résistance en traction résiduelle des fibres de sisal et de coco représente respectivement 34 % et 59 % des valeurs initiales. Après immersion dans la solution de soude (NaOH) pendant 420 jours, les résistances résiduelles sont nettement plus élevées, à savoir 73 % et 61 % de la résistance initiale.

Cette différence est attribuée par l'auteur à la cristallisation de chaux dans les pores des fibres immergées dans la solution d'hydroxyde de calcium ce qui affecte leur résistance en traction. Cette hypothèse avait déjà été faite par Gram qui relève une action spécifique des ions calcium par rapport à l'immersion de fibres dans des solutions d'hydroxyde de sodium ou de potassium (Gram, 1983).

D'après cet auteur, la dégradation des fibres en milieu alcalin serait donc due à la dissolution partielle ou totale de la cellulose, des hémicelluloses et de la lignine qui les composent (Gram, 1983). Cette décomposition en milieu alcalin interviendrait selon deux phénomènes :

- Le « décollement » (peeling-off), qui concerne les extrémités des chaînes moléculaires, constituées de groupes qui réagissent avec les ions OH^- de la solution basique. Cette réaction conduit ensuite à la formation d'acides isosacchariniques (CH_2OH) qui vont pouvoir facilement se détacher de la chaîne (Pavasars *et al.*, 2003). Ce mécanisme ne s'effectuant qu'aux extrémités des chaînes, plus le degré de polymérisation sera élevé, moins ce phénomène sera nocif. La cellulose étant fortement polymérisée, elle ne sera que faiblement exposée à cette dégradation. Toutefois, les hémicelluloses de degré de polymérisation plus faible seront davantage sensibles au peeling-off.
- L'hydrolyse alcaline entrainant la division de la chaîne moléculaire et la diminution du degré de polymérisation. Ce deuxième phénomène entraîne une plus grande sensibilité au premier mécanisme (Gram, 1983).

La dégradation des fibres végétales en milieu alcalin serait donc due à la dissolution partielle ou totale de la cellulose, des hémicelluloses et de la lignine qui les composent.

1.4.3 Méthodes d'amélioration des caractéristiques sur le long terme des composites cimentaires incorporant des fibres végétales

Différents travaux ont été menés afin de pallier la dégradation des performances des composites à renfort de fibres végétales. On peut distinguer deux familles de solutions, soit par modification des propriétés des fibres, soit par diminution de l'agressivité de la matrice envers les fibres.

Toutefois, ces solutions peuvent induire des coûts et des impacts environnementaux non négligeables. Il faut donc distinguer celles qui peuvent être raisonnablement utilisées dans le cadre de développement de matériaux de construction environnementaux à gros volume de production.

1.4.3.1 Traitement des fibres

Etant donné les problèmes rencontrés avec l'utilisation de particules végétales en complément d'une matrice minérale, de nombreuses études ont été menées dans le but de modifier certaines de leurs caractéristiques avant l'élaboration de composites. La plupart des traitements ont pour but de limiter le comportement hydrophile du végétal et le relargage d'extractibles. L'objectif peut également être de modifier la surface des particules végétales.

1.4.3.1.1 Traitement chimique

La plupart des traitements chimiques utilisés jusqu'à présent pour modifier les fibres végétales consistent en une trempe dans une solution alcaline ou d'une estérification. Ces techniques agissent généralement en profondeur et conduisent dans la plupart des cas à une destruction partielle de la structure des particules végétales. Toutefois, des traitements en solution neutre existent également.

1.4.3.1.1.1 Traitement à l'hydroxyde de sodium

Le traitement le plus étudié sur les fibres végétales est le traitement alcalin, et en particulier à la soude (NaOH). Le traitement des fibres végétales avec de l'hydroxyde de sodium conduit à un changement de leur structure (Van de Weyenberg *et al.*, 2006). Sedan a étudié l'effet du traitement à l'hydroxyde de sodium sur les fibres de chanvre en vue d'une incorporation dans une matrice cimentaire (Sedan, 2007). Ce traitement a été réalisé avec une concentration massique de 6 %. Une fois traitée, les fibres ont été rincées à l'eau afin de retirer l'excès de NaOH. Sedan a constaté une augmentation de 39 % de la résistance en flexion par rapport à un composite incorporant des fibres non traitées. L'auteur explique ces résultats par le fait que la soude a dégradé les impuretés, les hémicelluloses et les graisses à la surface de la fibre. Les fibres de chanvre sont donc plus homogènes, ce qui améliore leur adhérence avec la matrice.

Par ailleurs, Le Troedec, qui a également travaillé sur le traitement des fibres de chanvre avec l'hydroxyde de sodium, a constaté une augmentation de l'indice de cristallinité de près de 45 % (Le Troedec *et al.*, 2008).

De plus, Toledo Filho *et al.* ont testé des fibres de sisal et de noix de coco immergées dans une solution de NaOH (Toledo Filho *et al.*, 2000). Après 420 jours d'immersion, les fibres ont conservé

respectivement 73 % et 61 % de leur résistance en traction initiales. Les fibres végétales n'ont donc pas été fortement altérées par la solution d'hydroxyde de sodium.

Récemment, Chafei *et al.* ont utilisé la soude (6 % de concentration) pour traiter des fibres courtes de lin en vue d'une incorporation dans un mortier (Chafei *et al.*, 2014). L'absorption d'eau par les fibres de lin est légèrement diminuée par ce traitement (11 %) (Figure 1-30). L'auteure explique ce résultat comme une conséquence de la réduction du taux d'hémicelluloses par le traitement. La résistance en flexion à 90 jours du mortier renforcé par des fibres de lin non traitées avait la même valeur que le mortier non-fibré. Cependant, le mortier renforcé par des fibres traitées à l'hydroxyde de sodium avait montré une résistance en flexion supérieure de 30 % au bout de 90 jours. La résistance en traction d'une fibre unitaire de lin a également été augmentée suite au traitement à la soude. Selon les auteurs, l'hydroxyde de sodium a permis d'éliminer une grande partie des pectines et lignines présentes entre les microfibrilles, ce qui facilite le transfert des efforts entre elles.

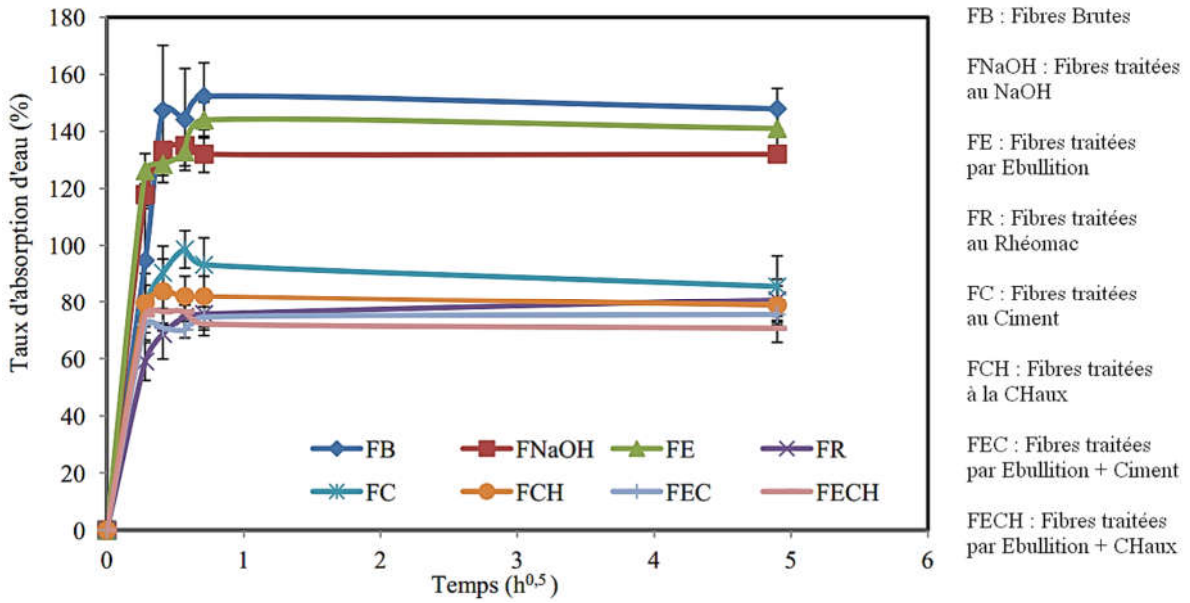


Figure 1-30 : Absorption d'eau des fibres de lin avec ou sans traitement (Chafei, 2014)

1.4.3.1.1.2 Traitement à l'eau bouillante

Sellami *et al.* ont évalué l'effet d'un traitement à l'eau bouillante de fibres de Diss sur les propriétés mécaniques d'un mortier incorporant ce renfort (Sellami *et al.*, 2013). Ce traitement consistait à ôter les extractibles par distillation dans l'eau. Ils ont noté une forte amélioration de la résistance à la flexion du composite de fibres traitées en comparaison avec celui de fibres brutes.

Chafei *et al.* ont également fait un traitement à l'eau bouillante, sur des fibres de lin (Chafei *et al.*, 2015). Les fibres bouillies présentent une capacité d'absorption d'eau similaire aux fibres non traitées (Figure 1-30). Cependant, les composites élaborés avec ces fibres traitées présentent des améliorations à plusieurs niveaux. Tout d'abord, la maniabilité a été améliorée avec une diminution du temps d'écoulement au maniabilimètre de 33 % (Figure 1-31). De plus,

la résistance en flexion du composite a été améliorée de 30 %. Pour finir, le temps de prise du composite est passé de 12 heures pour les fibres non traitées à 8 heures pour les fibres traitées. Toutefois, ce temps reste supérieur à celui du mortier non fibré, qui est de 3 heures et 20 minutes.

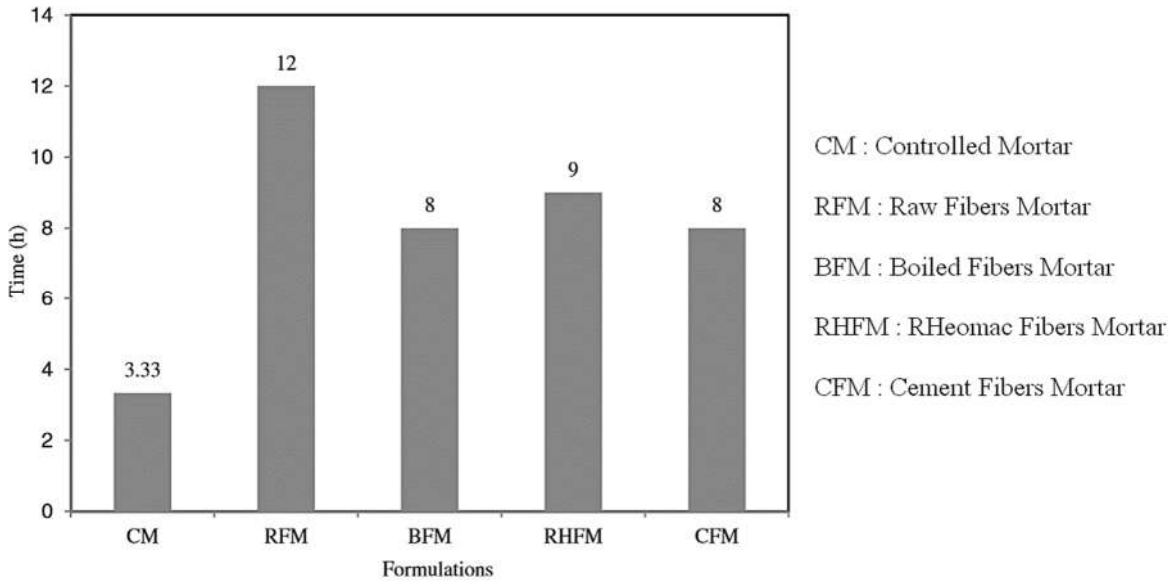


Figure 1-31 : Temps d'écoulement au maniabilimètre de mortiers renforcés de fibres de lin brutes ou traitées (Chafei et al.*, 2015)*

1.4.3.1.1.3 Traitement à l'hydroxyde de calcium

Ce traitement consiste à immerger, pendant une certaine durée, les particules végétales dans une solution saturée de chaux $Ca(OH)_2$. Les objectifs de ce traitement sont : d'extraire les polysaccharides, de minéraliser la surface, et de capturer les ions calcium dans la structure des pectines.

Sedan et Le Trodec ont testé ce traitement sur des fibres de chanvre (Le Troedec, 2009; Sedan, 2007). Pour ces deux recherches, le traitement à l'hydroxyde de calcium a provoqué une diminution importante de la résistance en flexion du composite cimentaire dès 28 jours de cure. D'après Le Troedec, cette perte peut être expliquée par la création d'une zone intermédiaire entre la fibre et la matrice, suite au dépôt de calcium sur celles-ci. Cette zone entrainerait une mauvaise adhésion à l'interface fibre/matrice, ce qui générerait une fissuration prématurée du composite.

Une autre étude a été menée par Nozahic *et al.*, cette fois sur de la chènevotte (anas de chanvre) traitée avec une solution saturée de chaux (40 $g.L^{-1}$) (Nozahic, 2012). Le traitement à la chaux a effectivement permis d'éliminer une partie des polysaccharides présents en surface des particules, mais aussi de déposer des clusters de carbonates sur les surfaces des particules. L'effet de ce traitement sur la chènevotte n'a fait que très peu varier le comportement hygroscopique. Un test d'arrachement a souligné l'aptitude du traitement à la chaux à améliorer l'adhésion entre les particules végétales. Toutefois, les résistances mécaniques des bétons de chanvre contenant des particules traitées ont décru de manière très importante.

1.4.3.1.1.4 *Estérification*

L'estérification est un procédé souvent utilisé pour les composites polymères. La réaction d'estérification avec l'anhydre acétique est appelée acétylation, et est à ce jour la plus étudiée. Le traitement des fibres avec l'anhydride acétique est une méthode efficace pour réduire le caractère hydrophile de fibres de cellulose (Hill *et al.*, 1998). L'anhydride acétique permet de réduire l'énergie de surface de la fibre pour la rendre non-polaire (Zafeiropoulos, Baillie, *et al.*, 2002; Zafeiropoulos, Williams, *et al.*, 2002). Des liaisons acétate sont formées par réaction de l'anhydride acétique. Les groupes OH de la surface des fibres ne sont donc plus libres pour réagir avec d'autres groupes, tels que les groupes hydroxyles de l'eau. Khazma et al. ont procédé à une acétylation sur des anas de lin en vue d'une incorporation dans un composite cimentaire (Khazma, Goullieux, Dheilly et T'Kint, 2014). La résistance en flexion a été fortement améliorée. Toutefois, la résistance en flexion du composite d'anas non traités semble très faible en comparaison. De plus, l'absorption d'eau par les anas a été fortement réduite : - 67 % par rapport aux anas non-estérifiés.

1.4.3.1.2 Traitement thermique

Les traitements thermiques de rétification sont régulièrement appliqués sur le matériau bois. La rétification consiste à réaliser une pyrolyse contrôlée sous atmosphère inerte, ce qui confèrera au bois de nouvelles propriétés, notamment une stabilité dimensionnelle plus importante (Boustingorry, 2002). Selon cet auteur, il existe une température optimale, qui varie selon l'essence étudiée. Dans son cas, pour le bois de pin, la température doit être comprise entre 200 et 280°C. Bilba *et al.* notent après un traitement par pyrolyse de fibres de bagasse, une diminution de la quantité d'hémicellulose et d'extractibles (Bilba et Arsene, 2008). Malgré une augmentation de la porosité de 6 %, la fibre devient plus hydrophobe après traitement en raison de la disparition d'une partie des hémicelluloses, aux propriétés hydrophiles et de gonflement importants.

1.4.3.1.3 Traitement par enrobage minéral

L'enrobage minéral des granulats ou fibres lignocellulosiques peut être effectué en utilisant le ciment ou la chaux hydraulique.

Khazma *et al.* (Khazma *et al.*, 2008) ont effectué un revêtement ciment + sucrose sur des anas de lin avec des rapports massique eau/(ciment + sucrose) = 1 et anas/(ciment + sucrose) = 2/3. Le recouvrement est limité selon les auteurs à la surface des particules, les pores du végétal n'étant pas comblés. Ils observent une large augmentation de la masse volumique en vrac qui passe de 96-103 $kg.m^{-3}$ pour les granulats bruts à 255-283 $kg.m^{-3}$ pour ceux revêtus. De la même manière, ils observent une diminution de 73% de l'absorption d'eau. De plus, une forte augmentation de la résistance en flexion du composite cimentaire a été constatée.

Dans une étude visant à améliorer la ténacité d'un composite cimentaire incorporant des fibres longues de sisal, Toledo Filho *et al.* proposent d'enrober les fibres de sisal avec des particules de fumée de silice pour créer une zone de faible alcalinité autour d'elles, dans le but d'éviter ou de réduire leur dégradation par attaque alcaline. Ce traitement a bien amélioré la résistance à la flexion du composite ainsi que sa ténacité. Les auteurs observent également une durabilité accrue

du composite puisque qu'après 322 jours, la résistance a été conservée et est même légèrement supérieure à celle du composite aux fibres non traitées.

Récemment, Chafei a étudié l'influence de l'enrobage à la chaux et au ciment de fibres de lin pour être utilisées comme renfort d'un composite cimentaire (Chafei, 2014). L'enrobage au ciment et à la chaux ont tous deux permis de diminuer l'absorption d'eau des fibres de lin d'environ 50 % (Figure 1-30). La résistance en flexion du composite à 90 jours a été améliorée pour les fibres de lin enrobée de ciment d'environ 15 %. Chafei attribue cette augmentation de résistance à une meilleure adhérence fibre/matrice. En effet, l'absorption des fibres ayant été fortement réduite, la probabilité d'apparition de cavités entre la fibre et la matrice est beaucoup plus faible. Cependant, les performances obtenues avec l'enrobage à la chaux sont décevantes. En effet, la résistance en flexion du composite est bien en deçà de celle du composite non fibré, et ce dès 7 jours d'âge. La maniabilité des composites à l'état frais a également été améliorée grâce à l'enrobage des fibres de lin au ciment, avec un temps d'écoulement au maniabilimètre diminué de 33 % (Figure 1-31). L'auteure attribue cette amélioration à la diminution de l'absorption des fibres de lin.

Monreal *et al.* se sont intéressés à la pulpe de betterave issue de l'industrie sucrière pour une utilisation en mélange avec le ciment (Monreal *et al.*, 2011). Le ciment a été utilisé avec un rapport eau/ciment = 1, le rapport pulpe/liant étant fixé à 0,8. Ils observent également une large augmentation de la masse volumique en vrac qui atteint 300 $kg.m^{-3}$. L'absorption d'eau de la pulpe de betterave a fortement diminuée grâce à l'enrobage au ciment puisqu'elle passe de 240 % pour la pulpe non traitée, à environ 80 % (Figure 1-32).

1.4.3.1.4 Traitement par enrobage organique

Toujours dans le but d'isoler la fibre ou le granulat végétal du milieu cimentaire, une autre solution consiste à l'enrober par un polymère acrylique ou une huile polymérisée.

1.4.3.1.4.1 Enrobage à l'huile de lin

L'huile de lin est réputée être un bon moyen pour diminuer le caractère hydrophobe des particules végétales. Celle-ci est couramment utilisée comme traitement hydrofuge pour les bardages en bois. De plus, l'huile de lin à l'avantage d'être très intéressante d'un point de vue environnemental. Monreal *et al.* se sont aussi intéressés au recouvrement de la pulpe de betterave avec de l'huile de lin (Monreal *et al.*, 2011). Ils ont noté une fortement diminution de l'absorption d'eau de la pulpe de betterave, passant de 240 % pour la pulpe non traitée, à environ 90 % pour la pulpe enrobée d'huile de lin (Figure 1-32).

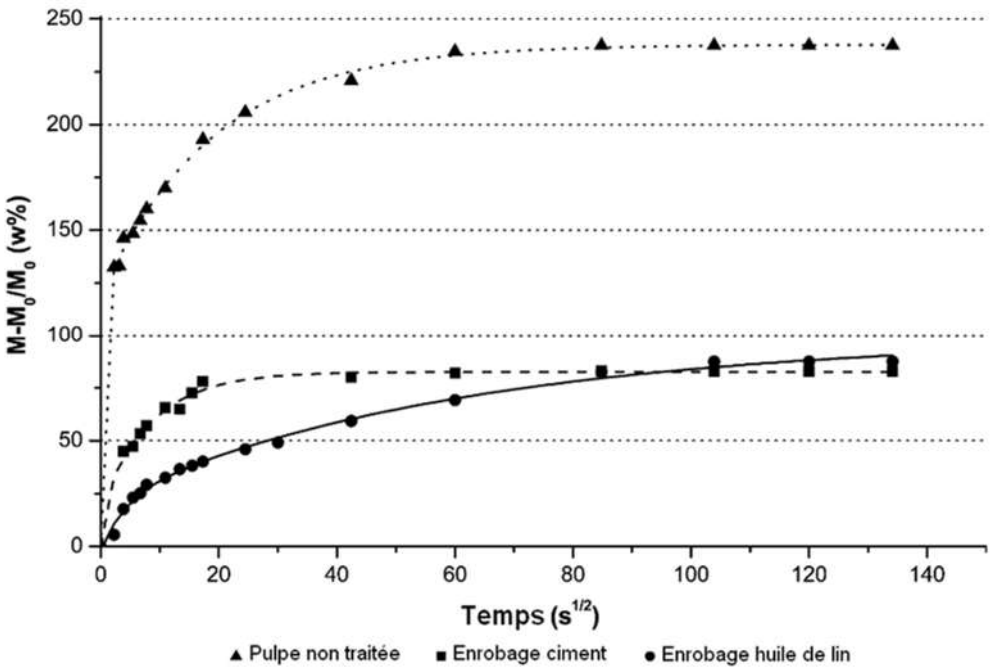


Figure 1-32 : Influence de recouvrements au ciment et à l'huile de lin sur la capacité d'absorption en eau de granulats de pulpe de betterave (Monreal et al.*, 2011)*

L'huile de lin comme enrobage de particules végétales a été étudiée par plusieurs autres auteurs, avec de nombreuses fibres différentes :

- Anas de lin (Khazma, Goullieux, Dheilly, Rougier, *et al.*, 2014) ;
- Fibres de diss (Merzoud, 2007; Sellami *et al.*, 2013) ;
- Chènevotte et granulat de tournesol (Nozahic, 2012; Nozahic et Amziane, 2012) ;
- Fibre d'agave (Juarez *et al.*, 2007) ;
- Fibres de lin (Lazko *et al.*, 2011).

Des conclusions générales peuvent être tirées de ces différentes études sur l'utilisation d'huile de lin comme substance d'enrobage de fibres ou granulats lignocellulosiques. L 'acide linéoléique contenu dans l'huile de lin possède la propriété de polymériser au contact de l'oxygène de l'air pour donner un acide oxylinoléique (Abraham, 1996). Cette forte siccativité explique son utilisation courante comme revêtement de surface pour imperméabiliser le bois. Cependant, cette polymérisation nécessite un temps minimum de cure pour opérer d' une vingtaine de jours environ (Lazko *et al.*, 2011). Dans toutes ces différentes études, l'huile de lin a permis de réduire fortement, c'est-à-dire de plus de 50 %, l'absorption d'eau des particules végétales. Plusieurs études ont ensuite testé en flexion les composites cimentaires incorporant ces fibres traitées (Juarez *et al.*, 2007; Khazma, 2008; Merzoud *et al.*, 2011; Sellami *et al.*, 2013). Dans ces différents cas, la résistance à la flexion du composite a été améliorée par ce traitement, dans des proportions variables.

1.4.3.1.4.2 *Enrobage à la paraffine*

Dans le cadre d'une étude concernant l'élaboration d'un béton avec des granulats de tournesol, Nozahic *et al.* ont étudié le traitement de ces granulats par enrobage à la cire de paraffine (Nozahic

et Amziane, 2012). La paraffine a été utilisée avec un ratio massique cire/tournesol égale à 0,5. L'enrobage des granulats avec la paraffine a eu pour conséquence d'augmenter fortement la densité des granulats. En effet, le facteur de recouvrement est égal à 1,46. Après observation au MEB, les auteurs ont constaté un enrobage complet et homogène de la paraffine sur les granulats de tournesol. L'absorption d'eau des granulats de tournesol est passée de 404 % à 220 % (après correction de la densité). Un test d'arrachement a souligné l'aptitude de cet enrobage à améliorer l'adhésion entre les particules végétales. En effet, on peut observer une augmentation de 67 % de la contrainte de cisaillement pour l'essai d'arrachement.

Juarez *et al.* se sont également intéressés à la paraffine pour diminuer la sensibilité des fibres d'agave à l'environnement alcalin. Les auteurs notent que la paraffine se révèle efficace pour diminuer l'absorption d'eau des fibres (-37 % par rapport aux fibres non traitées) et leur perte de résistance (maintien de 53 % de la résistance initiale contre de la résistance initiale contre environ 31 % pour les autres traitements). Le même constat vaut pour la ductilité puisque l'allongement à la rupture des fibres traitées avec de la paraffine représente 47 % de la valeur initiale.

1.4.3.1.4.3 *Enrobage par un copolymère acrylique fluoré*

Une autre solution permettant de diminuer le caractère hydrophile des fibres végétales est d'utiliser un hydrofuge issu de l'industrie chimique. Chafei a choisie d'étudier l'influence de l'hydrofuge Rhéomac (BASF) sur les fibres de lin (Chafei *et al.*, 2015). Cet hydrofuge est normalement utilisé pour protéger le béton vis-à-vis de l'eau. La résistance en traction des fibres unitaires de lin a légèrement diminué, passant de 849 MPa à 818 MPa. Etant donné les écart-types généralement obtenus pour la résistance en traction des fibres de lin (de l'ordre de 400 à 500 MPa), cette différence n'est pas significative. Cependant, l'absorption d'eau des fibres a diminué de 47 %. La maniabilité du composite a également été améliorée puisque le temps d'écoulement au maniabilimètre est passé de 12 secondes (pour le mortier à fibres brutes) à 9 secondes (Figure 1-31). L'auteure attribue cette amélioration du comportement rhéologique à la diminution significative de l'absorption des fibres de lin traitées au Rhéomac (Figure 1-30). La résistance en flexion des composites à 28 jours a été augmentée de près de 20 % grâce à l'enrobage des fibres au Rhéomac.

Dans le cadre d'une étude sur le béton de chanvre, Chamoin s'est intéressé au traitement de la chènevotte par un copolymère acrylique fluoré (Chamoin, 2013). L'auteur a testé deux protocoles de traitement pour la chènevotte : le premier consistait en une immersion simple des granulats de chanvre ; le second consistait en une immersion sous vide. Pour ces deux protocoles, différentes concentrations massiques de polymères ont été testées : 2, 5, 10, 15 et 20 %. Pour l'immersion simple, le polymère a permis de réduire l'absorption d'eau jusqu'à 27 %, pour une concentration en polymère de 20 %. Pour l'immersion simple, il y a une relation quasi-linéaire entre la diminution de l'absorption d'eau et la concentration en polymère. Pour l'immersion sous vide, la diminution de l'absorption d'eau est toujours comprise entre 22 et 25 %. Dans ce cas, la concentration n'a quasiment pas d'influence sur la mouillabilité des particules végétales. L'auteur a pu observer au MEB les chènevottes traitées selon les deux protocoles. Il a remarqué une meilleure pénétration du

polymère pour le traitement sous vide, ce qui est en accord avec les résultats reportés précédemment.

1.4.3.2 Modification de la matrice cimentaire

La deuxième option envisagée pour améliorer le comportement sur le long terme des composites biofibrés consiste à modifier la matrice afin de réduire son agressivité envers les fibres végétales. Comme nous l'avons vu précédemment, cette agressivité est en partie due au pH fortement basique de la solution interstitielle et à la présence d'hydroxyde de calcium qui peut provoquer une minéralisation des fibres. Différents auteurs ont donc choisi de substituer une partie de la matrice cimentaire par des liants pouzzolaniques dans le but de diminuer son alcalinité.

Soroushian *et al.* ont observé que la substitution de 30 % du ciment par de la fumée de silice permet de mieux contrôler le vieillissement d'échantillons soumis à des cycles d'humidification-séchage puis carbonatation (Soroushian *et al.*, 2013). Les auteurs attribuent ces résultats à la diminution de l'alcalinité de matrice, à la réduction de la teneur en hydroxyde de calcium et à la diminution de la perméabilité.

Dans une autre étude, Toledo *et al.* ont noté que la substitution de 10 % du ciment par de la fumée de silice permet le maintien des propriétés des composites soumis à différents cycles de vieillissement (conservation dans l'eau et à l'extérieur pendant 322 jours ; 46 cycles d'immersion/séchage) (Toledo Filho *et al.*, 2003). La substitution de 40 % du ciment par des laitiers de hauts fourneaux n'a cependant pas permis d'empêcher complétement la dégradation des fibres. Les auteurs attribuent cela à la trop faible diminution du pH de la solution interstitielle. Roma et al. ont fait le même constat avec une matrice composée de laitiers activés par 10 % de phosphogypse et 4 % de chaux (Roma *et al.*, 2008). En effet, les laitiers ne parviennent pas à limiter la perte des propriétés sur le long terme.

Mohr *et al.* ont étudié la substitution du ciment par des liants alternatifs dans les composites fibrés : fumée de silice, laitiers, cendres volantes, métakaolin (Mohr *et al.*, 2007). Un vieillissement accéléré a été conduit pour chaque formulation avec 25 cycles d'immersion/séchage. Là encore, la fumée de silice permet de conserver des résistances correctes, mais seulement à partir de 30 % de remplacement du ciment. De même, les laitiers obtiennent de mauvais résultats pour la résistance en flexion, sauf pour 90 % de substitution, où la résistance reste assez élevée. Pour les cendres volantes, on observe une forte diminution de la résistance en flexion des composites après les cycles de vieillissement, indépendamment du taux de substitution. Pour finir, les composites contenants du métakaolin conservent de bonnes résistances mécaniques pour un taux de substitution de 30 % minimum.

Enfin, dans le but d'obtenir une matrice sans hydroxyde de calcium, Toledo *et al.* proposent l'utilisation d'un liant composé de 50 % de ciment, 30 % de métakaolin et 20 % de briques d'argile broyées-calcinées (Toledo Filho *et al.*, 2009). La consommation de $Ca(OH)_2$ par la réaction pouzzolanique permet d'éliminer le phénomène de minéralisation des fibres et de maintenir la ductilité du composite au cours du temps (Figure 1-33). La résistance maximale augmente même

avec le nombre de cycles de vieillissement. Les auteurs attribuent cette augmentation aux réactions pouzzolaniques sur le long terme.

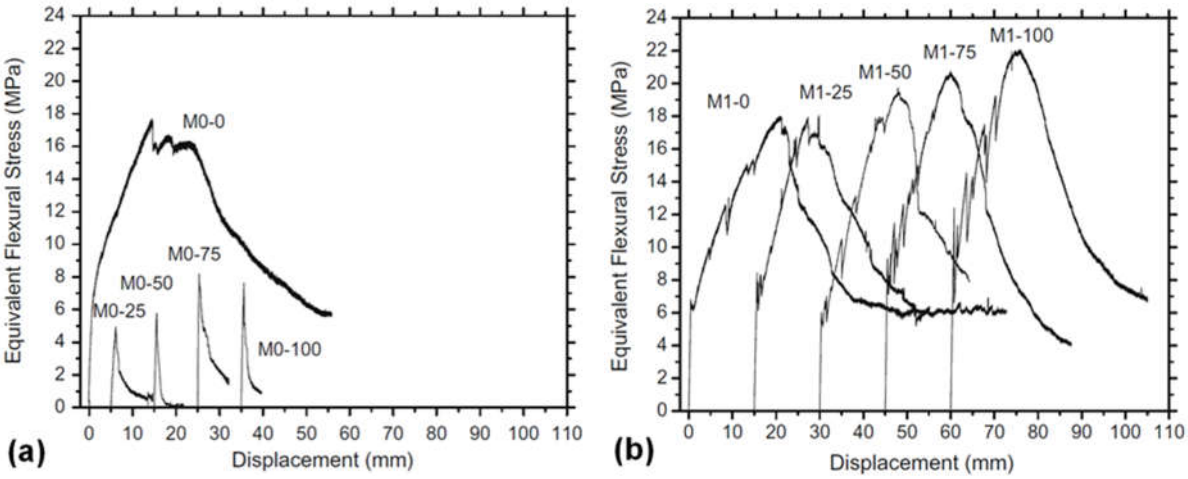


Figure 1-33 : Comportement en flexion de composites à matrice cimentaire (a) et à matrice pouzzolanique (b) après 0, 25, 50, 75 et 100 cycles de vieillissement accéléré par cycles d'immersion/séchage (Toledo Filho et al.*, 2009)*

1.5 CONCLUSION

Dans la première partie de cette étude bibliographique, nous nous sommes intéressés aux fibres végétales dans leur globalité, puis à la fibre de lin en particulier. Cette dernière est une ressource naturelle renouvelable, abondante et locale en région. Sa production s'avère être moins polluante que celle des fibres synthétiques par exemple, ce qui en fait un renfort potentiel de choix pour les matériaux composites à l'heure où il devient important de réduire l'empreinte écologique de l'homme sur l'environnement. De plus, la fibre de lin se distingue par des propriétés mécaniques spécifiques proches de celles de la fibre de verre, sa recyclabilité, et sa légèreté (gain de masse). Cependant, elle présente également quelques faiblesses telles qu'une mauvaise tenue à la chaleur, une forte sensibilité à l'humidité et une forte dispersion des caractéristiques physiques et des propriétés mécaniques.

Ensuite, nous avons procédé à une revue de l'état de l'art sur les bétons et mortiers fibrés. L'incorporation de fibres dans une matrice cimentaire a pour but d'améliorer le comportement du matériau vis-à-vis de la fissuration et de lui apporter un comportement mécanique davantage ductile plutôt que fragile. Un béton fibré continue ainsi de supporter les efforts après l'apparition des premières fissures. De plus, les fibres peuvent améliorer la résistance en flexion, en torsion, en cisaillement, aux impacts et à la fatigue. L'amélioration des résistances précédemment citées est fonction du taux, de la nature et de la résistance des fibres utilisées.

Au regard de cette revue bibliographique, les fibres végétales semblent représenter une alternative prometteuse comme renfort de matrices minérales par rapport aux fibres synthétiques traditionnelles. Elles ont l'avantage de leur faible coût économique et environnemental. Leur

incorporation permet d'améliorer sur le court et le moyen terme le comportement en flexion (ténacité et éventuellement résistance maximale) et la résistance au choc du composite.

Cependant, la bibliographie met en évidence une perte de la résistance et de la ductilité des fibres végétales en milieu alcalin par décomposition partielle de ses constituants et en particulier de la lignine et des hémicelluloses constituants de la lamelle mitoyenne. De plus, l'immersion dans une solution d'hydroxyde de calcium induit une dégradation plus intense des fibres du fait de la précipitation d'hydroxydes ou de carbonates de calcium à la surface ou dans les pores des fibres ce qui entraine leur rigidification et donc leur fragilisation, voire leur minéralisétion. Cependant ces phénomènes sont largement dépendants de la nature des fibres végétales considérées. La modification sur le long terme des propriétés des composites incorporant des fibres végétales résulte donc de la combinaison de différents mécanismes qui modifient les propriétés de la zone de transition (interface) fibre/matrice.

Dans le cas des matrices cimentaires, des mesures permettant d'améliorer ce comportement ont été discutées : la diminution de l'alcalinité et de la teneur en $Ca(OH)_2$ de la matrice par substitution d'une partie du ciment par des additions pouzzolaniques semble particulièrement adaptée. Une autre solution consiste à appliquer un ou plusieurs traitements de diverses natures sur les fibres végétales. On peut retenir plusieurs familles de traitements avec différentes caractéristiques :

- Traitement chimique : solubilisation des extractibles, modification de l'état de surface, destruction partielle de la structure des fibres. Cependant, le coût environnemental est rédhibitoire.
- Traitement thermique : Elimination des extractibles et d'une partie des hémicelluloses, diminution du retrait/gonflement de la fibre ou du granulat, diminution du caractère hydrophile. Toutefois, les propriétés mécaniques sont affectées.
- Enrobage (minéral ou organique) : diminution importante du caractère hydrophile, limitation du phénomène de retrait/gonflement, minéralisation éventuelle (avec enrobage minéral). Cependant, le gain de masse permis par l'emploi des fibres végétales est notablement réduit.

CHAPITRE 2

Caractérisation des matériaux et méthodes expérimentales

2.1 INTRODUCTION

L'étude bibliographique présentée dans le chapitre précédent a fait ressortir l'influence des constituants sur la formulation et les propriétés des bétons et mortiers. Aussi, dans ce travail il est indispensable de caractériser les différents constituants qui seront utilisés dans la composition des matériaux (ciment, granulats, fibres). Ce chapitre détaille la campagne d'essais menés pour caractériser ces matières, à travers leurs propriétés morphologiques, physico-physiques et mécaniques. Par ailleurs, ce chapitre détaille les méthodes d'essais qui seront appliquées pour l'étude des composites cimentaires.

2.2 CARACTERISATION DES MATERIAUX DE L'ETUDE

2.2.1 Eau

L'eau utilisée pour la confection des bétons est l'eau de distribution de la commune d'Epron. Sa teneur totale en chlore est égale à 0,07 mg.L^{-1} ; elle est donc inférieure à la valeur limite donnée par la norme NF EN 1008 (0,27 mg.L-1). Son pH est égal à 7,4 (MCS, 2017).

2.2.2 Granulats

2.2.2.1 Présentation des granulats utilisés

Le sable utilisé est alluvionnaire de type pliocène de classe granulaire 0/4 mm (Figure 2-1). Ce sable de couleur jaunâtre, conforme à la norme NF P 18-545, est fourni par la société J.L.B. Sablières. La courbe granulométrique de ce sable est donnée sur la Figure 2-3 et la fiche technique est fournie dans l'Annexe 1.

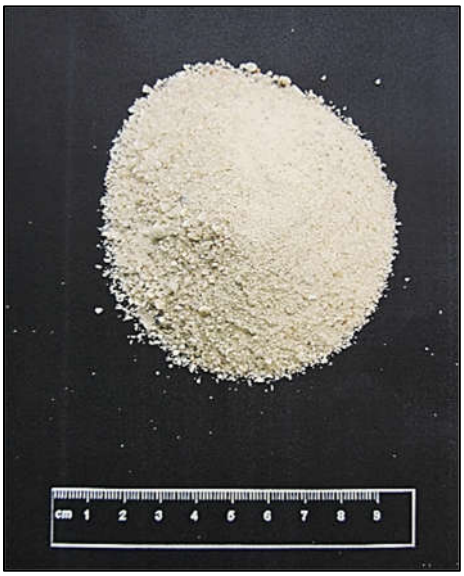


Figure 2-1 : Sable 0/4 mm (S)

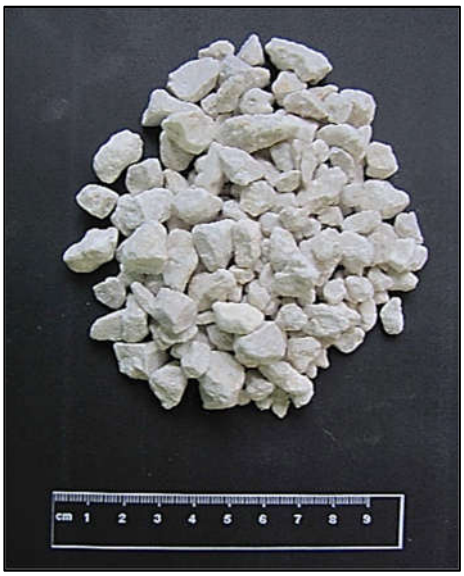


Figure 2-2 : Gravier 4/10 mm (G)

Un gravier concassé lavé de fraction 4/10 mm a été utilisé pour la fabrication des bétons (Figure 2-2). Ce gravier de couleur blanche, conforme à la norme NF P 18-545, est fourni par la société Piketty. La courbe granulométrique de ce gravier est donnée sur la Figure 2-3 et la fiche technique est fournie dans l'Annexe 2.

2.2.2.2 Analyse granulométrique

Tout d'abord, une analyse granulométrique a été faite sur les granulats utilisés lors de cette étude. Cet essai permet de déterminer la taille et les pourcentages pondéraux respectifs des différents grains constituant l'échantillon. L'analyse granulométrique a été menée selon la norme NF EN 933-1 (Figure 2-4). Les courbes granulométriques du sable et du gravier sont données dans la Figure 2-3.

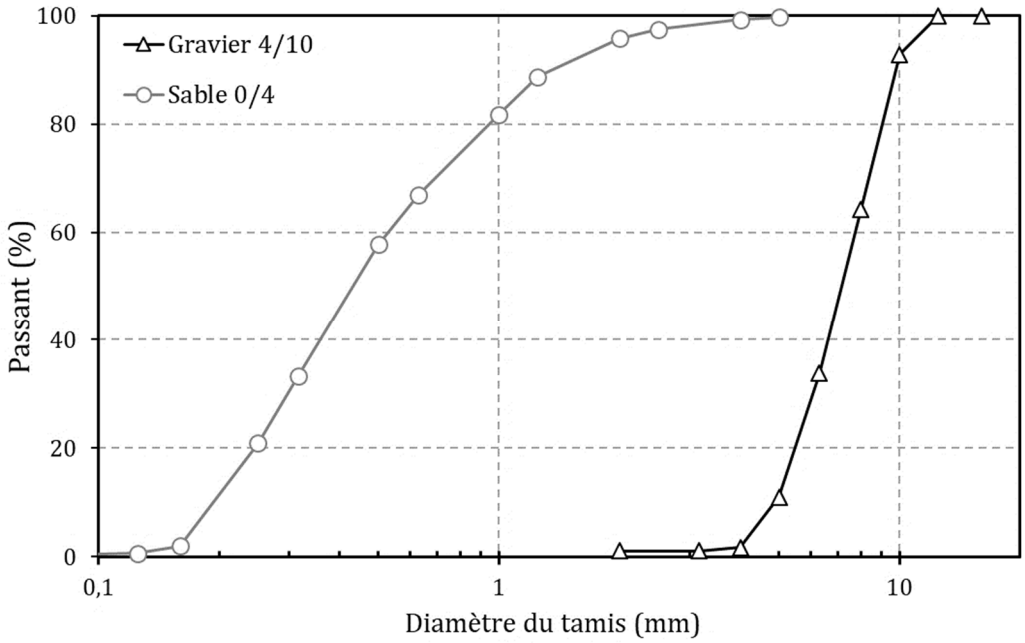


Figure 2-3 : Courbes granulométriques du sable 0/4 et du gravier 4/10

2.2.2.3 Masses volumiques et absorption d'eau

Les masses volumiques absolues (ρ_a) et réelles (ρ_{rd}) des granulats ont été déterminées conformément à la norme NF EN 1097-6 (Figure 2-5). L'essai réalisé permet également de mesurer le coefficient d'absorption d'eau (WA_{24}) du sable et du gravier. Il est nécessaire de connaître précisément ces dernières caractéristiques des granulats afin de pouvoir formuler les bétons. Les résultats sont donnés dans le Tableau 2-1.

2.2.2.4 Coefficient d'aplatissement et module de finesse

Afin d'évaluer la forme des granulats naturels et des coquilles concassées, nous avons déterminé le coefficient d'aplatissement (CA) des particules de taille supérieure à 4 mm selon la norme NF EN 933-3 (Figure 2-6). Ce coefficient n'a donc pu être calculé que sur les graviers 4/10.

Un paramètre lié à la granulométrie des granulats de taille inférieure à 4 mm est le module de finesse (FM). Cet indicateur est d'autant plus petit que le granulat est riche en éléments fins. Il a été déterminé selon l'Eq. 2 (NF EN 12620) :

$$\mathrm{FM} = \frac{1}{100}\sum Refus_{cum}(\%)\ \{0{,}125\ ;\ 0{,}25\ ;\ 0{,}50\ ;\ 1\ ;\ 2\ ;\ 4\} \qquad \textit{Eq. 2}$$

Figure 2-4 : Tamisage mécanique des granulats (NF EN 933-1)

Figure 2-5 : Mesure de la masse volumique des granulats à l'aide d'un pycnomètre (EN 1097-6)

Figure 2-6 : Détermination du coefficient d'aplatissement du gravier (NF EN 933-3)

2.2.2.5 Compacité granulaire

La compacité granulaire des granulats naturels et des coquilles concassées a été mesurée selon la « Méthode d'essai n° 61 : Essai de compacité des fractions granulaires à la table à secousses » (Lédée *et al.*, 2004). Le compactage des granulats a été réalisé dans un cylindre soumis à des chocs (diamètre 16 cm et hauteur 60 cm) sous une contrainte de 10 kPa (K=9).

Cette méthode d'essai définit un paramètre *PD* (Packing Density), relié à la taille et à la forme des granulats. La méthode consiste à mettre un échantillon de 7 kg de granulats secs répartis sur 3 échantillons de même masse dans un cylindre de 160 mm de diamètre, ce cylindre étant attaché à une table vibrante qui simule des chocs. Ensuite, 20 chocs sont appliqués à chaque échantillon et 40 chocs sont également appliqués à la fin de la vibration, tout en maintenant une charge constante de 10 kPa. Le paramètre *PD* est calculé à l'aide de l'Eq. 3 :

$$PD = \frac{7}{\rho_{rd}.V} \qquad \textit{Eq. 3}$$

Avec ρ_{rd} la masse volumique réelle du granulat (kg.m^{-3}) et V le volume de granulats après compactage à la table à secousses (m^{-3}).

Les caractéristiques du sable et du gravier utilisés sont données dans le Tableau 2-1. Ces éléments sont nécessaires pour la formulation des bétons.

Tableau 2-1 : Caractéristiques des granulats utilisés

	Sable 0/4	**Gravier 4/10**
Nature	Siliceuse	Calcaire
Taille	0 – 4 mm	4 – 10 mm
Masse volumique absolue – ρ_a (g.cm^{-3})	2,63	2,69
Masse volumique réelle – ρ_{rd} (g.cm^{-3})	2,62	2,64
Absorption d'eau – WA_{24} (%)	0,32 %	1,28 %
Module de finesse – MF	2,3 ± 0,1	-
Coefficient d'aplatissement - CA	-	4,17 ± 0,52
Compacité granulaire – PD (%)	68,4	59,9

2.2.3 Liants et fines

2.2.3.1 Présentation des liants utilisés

Un ciment blanc Portland de type CEM I 52,5 N, conforme à la norme NF EN 196-1, a été utilisé dans cette étude. Celui-ci a été choisi afin de pouvoir utiliser le même type de liant hydraulique pour les différents mortiers et bétons et d'incorporer des additions minérales dans les bétons sur un liant qui en contient très peu (98 % de clinker et 3 % de filler calcaire). Un ciment blanc a été choisi plutôt qu'un ciment gris du fait des contraintes industrielles. En effet, les bétons développés dans cette étude sont destinés à être utilisés en panneaux de façades préfabriqués et architectoniques. Il est donc nécessaire d'avoir un ciment de couleur blanche pour pouvoir le colorer ensuite à l'aide de pigments. L'utilisation d'un ciment Portland blanc plutôt que gris ne modifie pas les résultats et les conclusions de cette étude. Les propriétés physiques, mécaniques et chimiques du ciment fourni par le fournisseur sont regroupées dans l'Annexe 3.

En plus du ciment, un filler calcaire de haute pureté de catégorie A-FM, conforme à la norme NF P 18-508, a été ajouté dans les formulations bétons. En effet, cette addition minérale est nécessaire à la formulation de bétons autoplaçants, qui nécessitent une plus grande quantité de fines. Au total, les carbonates représentent 98,7 % du matériau. Les caractéristiques de filler calcaire sont fournies dans l'Annexe 4.

D'autres liants alternatifs ont également été étudiés dans ce travail, en substitution (partielle ou totale) du ciment Portland (CIM). Trois liants alternatifs différents ont été utilisés : le métakaolin (MK), le laitier de hauts fourneaux (LHF) et le ciment sulfo-alumineux (CŠA). Les caractéristiques de ces liants alternatifs sont fournies respectivement dans les Annexes 5, 6 et 7. Ces deux premiers liants minéraux ne peuvent être utilisé en substitution totale du ciment, mais seulement comme addition minérale (partielle). Ils ont été choisis pour leur caractère pouzzolanique. Le ciment sulfo-alumineux est un liant à part entière, il peut donc être utilisé en substitution totale du ciment. Les produits d'hydratation de ce dernier sont différents de ceux du ciment Portland ; on note d'ailleurs une absence d'hydroxyde de calcium (Portlandite) dans celui-ci.

2.2.3.2 Granulométrie des liants et fines

Les courbes granulométriques des fines calcaires et des liants utilisés ont été déterminées à l'aide d'un granulomètre laser Malvern Mastersizer 2000 qui permet d'analyser une gamme de tailles de particules entre 0,02 µm et 2000 µm. Cette méthode est la plus adaptée pour déterminer la distribution granulométrique des fines et liants cimentaires (Michel et Courard, 2006). L'échantillon est dispersé par voie liquide dans un solvant et traverse un faisceau laser monochromatique. La lumière diffractée sous différents angles par les particules est recueillie sur un détecteur multi-canaux. En utilisant les théories de Fraunhofer et de Mie, un algorithme permet de déterminer la taille des particules. Les différentes courbes granulométriques sont fournies dans la Figure 2-7

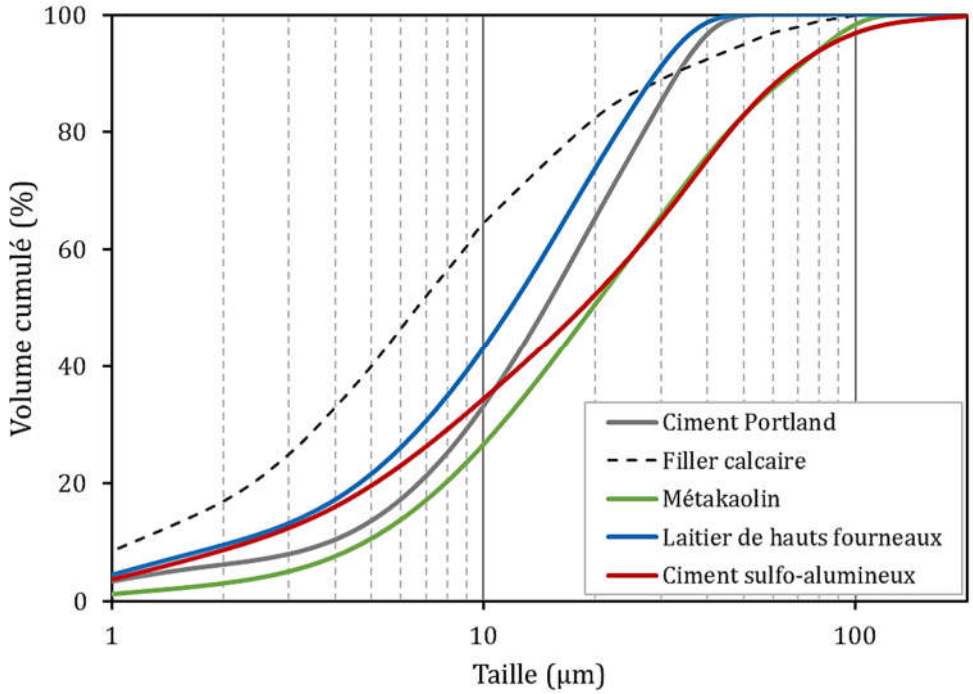


Figure 2-7 : Courbes granulométriques du filler calcaire et des liants utilisés

On constate que la distribution granulométrique du filler calcaire est sensiblement plus fine et plus étalée que celle des liants. L'ajout de filler calcaire peut entraîner une diminution de la quantité d'eau nécessaire pour obtenir une pâte plus fluide et stable du point de vue de la ségrégation.

2.2.3.3 Caractéristiques physico-chimiques des liants

La composition élémentaire du ciment Portland et des liants alternatifs est donnée dans le Tableau 2-2. Ces caractéristiques proviennent des fournisseurs de chaque liant. Par ailleurs, la masse volumique absolue déterminée par les fournisseurs est également donnée dans le Tableau 2-2. La finesse Blaine du ciment et des aux liants a été déterminée expérimentalement à l'aide d'un perméabilimètre de Blaine selon la norme NF EN 196-6. Dans cet essai, la surface spécifique du liant étudié n'est pas mesurée directement, mais par comparaison avec un ciment de référence dont la surface massique est connue. Il s'agit alors de faire passer un volume d'air connu au travers d'une poudre de ciment. Ainsi, plus la surface massique de cette poudre est importante, plus le temps (t)

mis par l'air pour traverser la poudre est long. La surface massique étant proportionnelle à $\sqrt{t}$, il est possible de d'en déduire la valeur de la surface spécifique Blaine de l'échantillon testé. Les valeurs expérimentales obtenues pour cet essai sur les liants utilisés dans cette étude sont données dans le Tableau 2-2.

Tableau 2-2 : Caractéristiques physico-chimiques des liants

	CIM	**MK**	**LHF**	**CŠA**
SiO_2 (%)	21,7	68,76	37,4	8,16
Al_2O_3 (%)	4,1	27,01	10,9	18,22
CaO (%)	66,9	1,04	43,9	43,60
Fe_2O_3 (%)	0,3	2,56	0,7	7,63
MgO (%)	0,7	0,18	6,5	0,77
TiO_2 (%)	0,2	0,44	0,5	0,99
K_2O (%)	0,10	1,21	0,24	0,21
Na_2O (%)	0,01	0,44	0,34	0,13
SO_3 (%)	2,7	-	0,10	15,24
Perte au feu (%)	2,8	0,7	< 1,5	3,8
Finesse Blaine ($cm^{-2}.g^{-1}$)	4250	4500	6270	4450
Masse volumique ($g.cm^{-3}$)	3,05	2,97	2,30	2,90

Les oxydes les plus courants pour les matériaux cimentaires sont la silice (SiO_2), l'alumine (Al_2O_3) et la chaux (CaO). Le diagramme triangulaire de Keil représente le système ternaire chaux-silice-alumine. Il permet de situer et de comparer les compositions des différents liants. Le diagramme de Keil des liants utilisés dans cette étude est tracé dans la Figure 2-8.

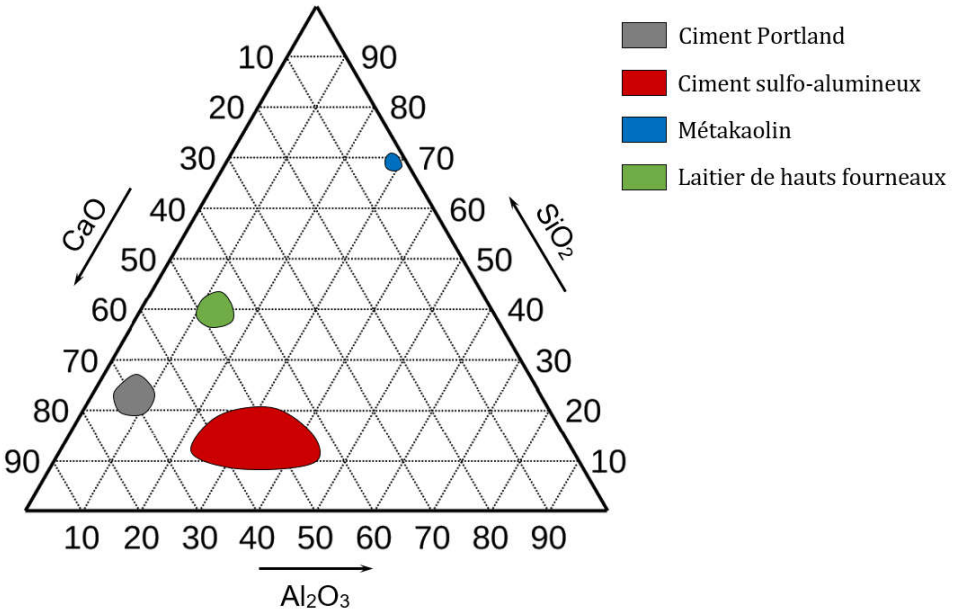


Figure 2-8 : Diagramme ternaire de Keil pour les différents liants

2.2.4 Adjuvants

Un superplastifiant haut réducteur d'eau à base de polycarboxylates, compatible avec le ciment utilisé, a été ajouté aux mortiers et bétons à un dosage de 1,0 % par rapport à la masse de ciment (0,30 % d'extrait sec) pour apporter une meilleure ouvrabilité à l'état frais du béton. L'adjuvant utilisé est le MasterGlenium ACE 456 de la société BASF. Les caractéristiques de ce superplastifiant sont données dans le Tableau 2-3.

De plus, un agent de viscosité à base de biopolymères à chaîne moléculaire longue a également été ajouté aux composites cimentaires avec un dosage égal à 0,5 % par rapport à la masse de ciment (0,03 % d'extrait sec) afin d'apporter une meilleure cohésion au béton, et d'éviter le phénomène de ségrégation. L'adjuvant utilisé est le MasterMatrix 885 de la société BASF. Ses caractéristiques sont données dans le Tableau 2-3.

Tableau 2-3 : Caractéristiques des adjuvants

	Superplastifiant	**Viscosant**
Aspect	Liquide	Liquide
Couleur	Jaunâtre	Jaune à brun
Masse volumique ($g.cm^{-3}$)	1,08 ± 0,02	1,018 ± 0,01
pH	5,5 ± 1,5	7,5 ± 1,5
Extrait sec	30,0 ± 1,5 %	6,5 ± 0,6 %

2.2.5 Fibres de verre

L'objectif de cette étant de développer des composites cimentaires pour des procédés de construction préfabriquée, il est nécessaire de comparer les résultats de notre étude avec les bétons déjà développés à CMEG. Cette entreprise utilise de manière très régulière des fibres de verre comme renfort pour leurs bétons. Ainsi, des mortiers et bétons incorporant des fibres de verre ont également été fabriqués.

Des fibres de verre alkali-résistantes (AR) d'une longueur de 12 mm ont été utilisées dans le cadre des études sur mortiers. Il s'agit des fibres Cem-Fil® 62 de la société Owens Corning. Ces fibres sont normalement utilisées pour la fabrication de CCV (Composite Ciment-Verre). Elles permettent d'apporter une résistance et une ténacité importantes en traction au matériau composite. Les principales caractéristiques de ces fibres sont regroupées dans le Tableau 2-4. Par ailleurs, la fiche technique est disponible dans l'Annexe 8.

D'autre part, des fibres de verre AR d'une longueur de 36 mm ont été utilisées dans le cadre des études sur bétons. Il s'agit des fibres Anti-Crak® HP de la société Owens Corning. Ces fibres sont normalement utilisées pour la fabrication de béton autoplaçant dans le but de limiter la fissuration. Les principales caractéristiques de ces fibres sont regroupées dans le Tableau 2-4. Par ailleurs, la fiche technique est disponible dans l'Annexe 9.

Tableau 2-4 : Caractéristiques des fibres de verre

	Cem-Fil® 62	**Anti-Crak® HP**
Longueur (mm)	12	36
Diamètre (µm)	14	14 – 19
Masse volumique ($g.cm^{-3}$)	2,68	2,68
Perte au feu (%)	1,75	0,80 – 2,00
Teneur en eau (%)	< 0,50 %	< 0,50 %
Contrainte à rupture (MPa)	1000 – 1700	1000 – 1700
Module d'Young (GPa)	72	72

2.2.6 Fibres de lin

Les fibres de lin utilisées ont été récoltées en Normandie en 2014, coupées et fournies par le Teillage Vandecandelaere (DEPESTELE) (Figure 2-9).

12 mm **24 mm** **36 mm**

Figure 2-9 : Photographies des fibres de lin utilisées sous trois différentes longueurs

2.2.6.1 Caractéristiques chimiques des fibres

Comme vu dans le chapitre précédent, la fibre de lin est essentiellement composée de cellulose, d'hémicelluloses, de pectines et de lignine, dont les fractions massiques dépendent de la variété de la plante (Bourmaud *et al.*, 2013). Toutefois, selon certains auteurs, les écarts entre les variétés ne sont pas significatifs, notamment concernant le taux de la cellulose (Thuault *et al.*, 2013).

La composition chimique des fibres de lin récoltées par DEPESTELE a été précédemment déterminée par A. Thuault (2011) avec la méthode de Van Soest (1963). Cette méthode consiste à extraire d'une manière sélective les constituants de la fibre par l'emploi successif de différents produits chimiques. Tout d'abord, les fibres de lin sont nettoyées à l'aide d'un réactif composé de Na_2HPO_4, de tétraborate de sodium, de 2-éthoxyéthanol, d'EDTA de sodium, de laurylsulfate de sodium et de sulfite de sodium. Ceci permet de retirer la cire et les pectines de la surface de la fibre. Les hémicelluloses sont ensuite enlevées par un réactif acide (mélange de bromure de triméthylcétyl-ammonium et de H_2SO_4). La cellulose peut alors être extraite avec de l'acide sulfurique. Pour finir, la quantité restante est calcinée afin de déterminer la teneur en lignine.

L'erreur relative sur les masses déterminées à l'aide de cette méthode est d'environ 1 % (Van Soest et Wine, 1967). Les résultats obtenus par A. Thuault sont regroupés dans le Tableau 2-5. La composition biochimique a été obtenue sur des prélèvements sur différentes zones de la tige : les fibres issues du sommet, celles du milieu et celles du pied. On note que la composition reste globalement la même, c'est-à-dire qu'elle est peu influencée par la localisation du prélèvement dans la tige.

Tableau 2-5 : Composition biochimique des fibres de lin (Thuault, 2011)

Localisation dans la tige	**Sommet**	**Milieu**	**Pied**
Cellulose	78,3	78,3	77,0
Hémicelluloses	5,7	5,8	9,2
Lignine	6,1	5,5	5,4
Autres (pectines, cires, graisses, etc.)	1,6	2,0	0,6

2.2.6.2 Teneur en matières organiques et minérales

La teneur en matières minérales (M_{min}) est déterminée par calcination de six échantillons des fibres à 550°C jusqu'à masse constante, le résidu est ensuite pesé. On la détermine via l'Eq. 4 :

$$M_{min}\ (\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \qquad \textit{Eq. 4}$$

Avec :

- m_0 (g) : tare du creuset ;
- m_1 (g) : masse du creuset et de l'échantillon avant séchage ;
- m_2 (g) : masse du résidu et du creuset après calcination jusqu'à masse constante.

La teneur en matières organiques (M_{org}) se déduit ensuite par l'Eq. 5 :

$$M_{org}\ (\%) = 100 - M_{min} \qquad \textit{Eq. 5}$$

Les teneurs en matières organiques et minérales des fibres déterminées par calcination sont de 99,34 % et 0,66 % respectivement. Comparées à d'autres fibres végétales, les fibres de lin ont un taux de matières organiques élevé.

2.2.6.3 Teneur en eau

La teneur en eau W est déterminée selon la norme française NF EN ISO 665. Elle correspond à la perte de masse que subit l'échantillon quand il est séché dans une étuve à 105°C jusqu'à masse constante. Elle est calculée selon l'Eq. 6 :

$$W\ (\%) = \frac{m_1 - m_3}{m_1 - m_0} * 100 \qquad \textit{Eq. 6}$$

Avec :

- m_0 et m_1 (g) : même définition qu'au paragraphe 2.2.6.2 ;

- m_3 (g) : masse du creuset et de l'échantillon après séchage jusqu'à masse constante.

Plusieurs études ont montré que le taux massique d'humidité des fibres de lin stockées dans des conditions ambiantes est généralement compris entre 6 et 10 % (Bismarck *et al.*, 2002; Mohanty *et al.*, 2000; Tserki *et al.*, 2005). Les mesures expérimentales, réalisées dans le cadre de cette étude sur 6 échantillons, ont donné une teneur en eau de 7,63 ± 0,10 %.

2.2.6.4 Mesure de la masse volumique absolue

La mesure de la densité absolue des fibres de lin a été faite à l'aide d'un pycnomètre à hélium de type AccuPyc II 1340 de la marque Micromeritics®. Il permet d'effectuer une mesure précise du volume de phase solide d'un échantillon de masse connue. En effet, le principe de mesure est d'introduire l'hélium dans une enceinte de référence avec une pression connue et étendre ensuite ce gaz dans l'enceinte qui contient l'échantillon en mesurant la nouvelle pression de l'échantillon. Cette méthode de mesure est adaptée aux solides poreux à porosité ouverte car l'hélium est de faible diamètre atomique et pénètre facilement dans les pores.

La mesure est faite sur six échantillons de fibres de lin dont les masses sont déterminées à température ambiante à l'aide d'une balance de résolution 0,1 mg. Les volumes sont ensuite mesurés grâce au pycnomètre à la même température. La masse volumique est prise égale à la moyenne des six valeurs obtenues. Expérimentalement, la masse volumique absolue des fibres de lin utilisées dans cette étude est égale à 1,521 ± 0,001 $g.cm^{-3}$. Ce résultat est très proche des valeurs trouvées dans la littérature (Barbulée, 2015; Chafei, 2014).

2.2.6.5 Cinétique d'absorption d'eau

De par leur composition et la présence du lumen, les fibres de lin sont très sensibles à l'eau, c'est pourquoi leur cinétique d'absorption d'eau a été déterminée. Cet essai est dérivé d'un protocole expérimental mis au point par le groupe RILEM TC 236-BBM visant à mesurer l'absorption d'eau des granulats végétaux (Amziane *et al.*, 2017). L'essai a été répété six fois pour chaque échantillon afin d'améliorer la précision de l'essai. Le protocole utilisé pour mesurer l'absorption d'eau des fibres était le suivant :

1- Sécher les fibres de lin à 60°C jusqu'à obtenir une variation de masse inférieure à 0,1 % en 24h.
2- Mettre un sachet en plastique micro-perforé dans l'eau, en immersion complète.
3- Placer et attacher ensuite le sachet dans une centrifugeuse et faire tourner celle-ci pendant 30 secondes à 500 $trs.min^{-1}$, puis relever la masse du sachet.
4- Peser 3 grammes (M_0) de fibres séchées puis les placer dans le sachet perméable (Figure 2-10).
5- Immerger complètement le sachet remplit de fibres dans l'eau pendant 1 minute.
6- Sortir le sachet de l'eau puis le placer dans la centrifugeuse et la faire tourner 30 secondes à 500 $trs.min^{-1}$ (Figure 2-11).
7- Peser le sachet de fibres essoré et noter la valeur M_1 (1 min).

8- Répéter les étapes 5, 6 et 7 avec un autre échantillon, pour les durées d'immersion suivantes : 5, 15, 60, 240, 1440 et 2880 minutes.
9- Calculer la valeur de l'absorption d'eau à l'aide de l'Eq. 7 :

$$M_{(t)} = \frac{M_t - M_0}{M_0} * 100 \qquad \textit{Eq. 7}$$

Figure 2-10 : Préparation des sachets de fibres de lin pour l'essai d'absorption d'eau

Figure 2-11 : Mise en place des sachets de fibres dans la centrifugeuse

Les cinétiques d'absorption d'eau des fibres ainsi que les coefficients d'absorption d'eau à 24h (WA_{24}) obtenus expérimentalement sont regroupés dans le paragraphe 4.2.4.2.

2.2.6.6 Comportement hygroscopique

Les isothermes de sorption/désorption d'eau ont été obtenus selon la méthode de la sorption dynamique de vapeur (DVS en anglais). C'est une technique gravimétrique permettant de mesurer les interactions des vapeurs avec les solides. L'appareil SPS11-10µ de ProUmid a été utilisé pour les mesures de DVS sur les fibres de lin (Figure 2-12). Les mesures ont été effectuées à pression constante et avec un débit total fixe, afin de minimiser les variations du poids associées à la force d'Archimède et la force de trainée. L'utilisation d'une température fixe permet d'obtenir la courbe isotherme de sorption par équilibre de l'échantillon sous une série de concentrations de vapeur. La mesure est souvent assez sensible à la température puisque la température influe sur le comportement en sorption des matériaux (Merouani, 1987).

Ces courbes sont déterminées de façon discontinue par paliers successifs d'humidité relative croissante puis décroissante (ou inversement), selon une méthode décrite dans la norme NF EN ISO 12571. Les essais ont été réalisés avec des échantillons représentatifs de 1000 ± 100 mg de fibres de lin. Les échantillons de fibres sont pesés automatiquement toutes les 20 minutes, tout le long de l'essai. L'humidité relative dans l'enceinte varie entre 5 et 90 %HR, par palier de 5 %HR. Pour chaque teneur en humidité, l'équilibre est considéré comme atteint lorsque la variation de masse des échantillons est inférieure à 0,01 % en 120 minutes (Figure 2-13).

Figure 2-12 : Appareil utilisé pour les essais DVS (ProUmid)

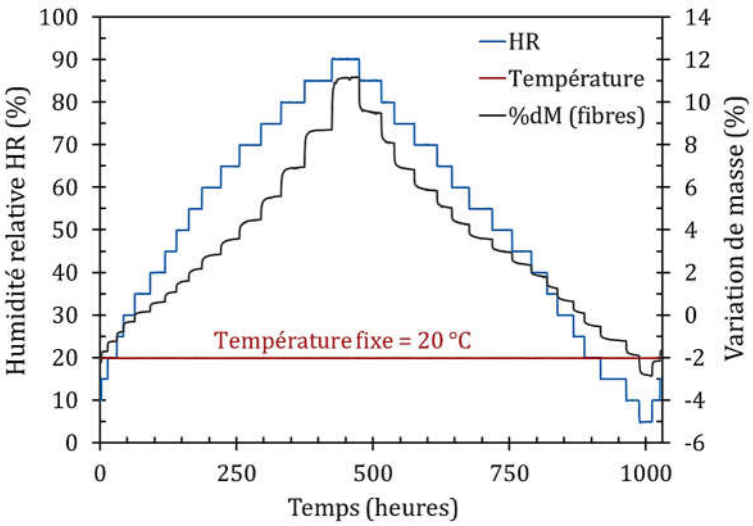


Figure 2-13 : Paliers d'humidité relative et prise de masse d'un échantillon

2.2.6.7 Imagerie par microscopie optique et mesure du diamètre de fibres

Au préalable de l'essai de traction, des images de fibres unitaires de lin prélevées manuellement dans les faisceaux sont prises à l'aide un vidéo-microscope optique (Figure 2-14). Les diamètres sont mesurés en six endroits tout le long de la fibre, sur six images différentes (Figure 2-15). Six mesures de diamètre sont donc obtenues pour chaque fibre et le diamètre retenu est la moyenne de ces six valeurs.

Figure 2-14 : Microscope optique vidéo VHX-2000 (Keyence)

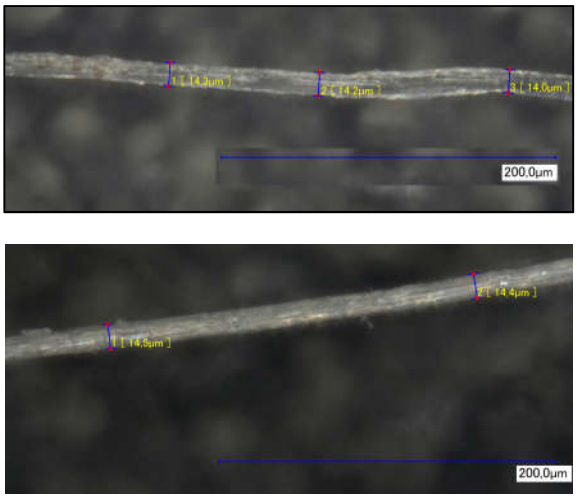


Figure 2-15 : Mesure du diamètre des fibres de lin unitaires par microscopie

2.2.6.8 Caractérisation mécanique des fibres de lin

La finesse des fibres de lin impose l'élaboration d'un protocole particulier afin de mener des essais de traction (Figure 2-16). La préparation des fibres et l'analyse des résultats sont définies dans les normes NF T25-501-1 et NF T25-501-2. Tout d'abord les fibres sont séparées manuellement des faisceaux, afin d'obtenir des fibres unitaires puis sont collées sur un cadre en

papier de 35 mm de hauteur et 20 mm de largeur, évidé en son centre un carré de dimensions 10×10 mm. La longueur de jauge utilisée est donc de 10 mm. Le cadre est ensuite disposé dans les mors à serrage pneumatique de la machine d'essai (Instron type 5566) munie d'une cellule de 10 N pour l'essai de traction monotone uni-axiale. Le choix d'une faible capacité de la cellule de traction est motivé par la nécessité d'obtenir des courbes charge-déplacement avec une bonne résolution puisque les charges à ruptures sont très faibles.

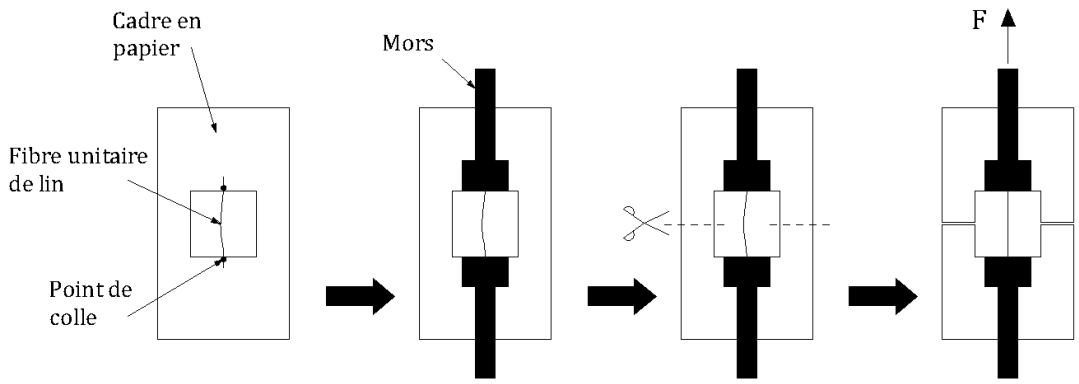


Figure 2-16 : Schéma représentant la préparation et la mise en place d'un essai de traction sur fibre de lin

La sollicitation est appliquée avec une vitesse de déplacement de traverse constante (1 mm.m-1 dans notre cas). Pendant l'essai, la force appliquée sur l'échantillon et le déplacement de son point d'application (déplacement de la traverse mobile) sont enregistrés.

Au cours de l'essai, la force appliquée et le déplacement de la traverse sont obtenus en fonction du temps, l'acquisition des données étant faite à une fréquence de 100 Hz. Ces données permettent de calculer la contrainte grâce à l'Eq. 8 :

$$\sigma = \frac{F}{S} \qquad \textit{Eq. 8}$$

Avec F la force (en N), σ la contrainte (en MPa), et S l'aire de la section de l'échantillon, considérée comme circulaire (mm^2). Cette surface est calculée à partir du diamètre moyen de la fibre, lui-même calculé à partir des six mesures individuelles du diamètre de la fibre, effectuées le long de celle-ci. La déformation de la fibre est calculée à partir de l'équation l'Eq. 9 :

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \qquad \textit{Eq. 9}$$

Avec ε la déformation de l'échantillon (en %), Δl l'allongement de la fibre au cours de l'essai (en mm), et l_0 la longueur de jauge utilisée, soit 10 mm^2.

Un exemple typique de courbe contrainte-déformation obtenue à l'issue d'un essai de traction sur fibre unitaire de lin est présenté dans la Figure 2-17. L'analyse des données permet d'accéder au module d'Young E (GPa) à l'aide de l'Eq. 10 :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \qquad \textit{Eq. 10}$$

Les valeurs moyennes obtenues pour ces paramètres sur les 50 fibres testées mécaniquement sont présentées dans le Tableau 2-6.

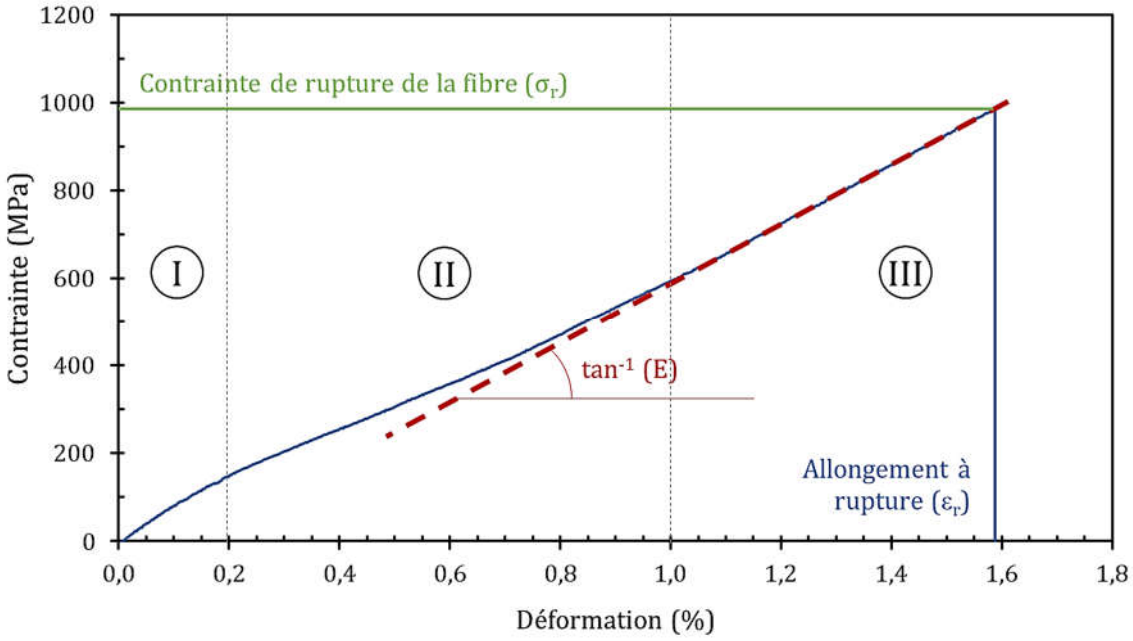


Figure 2-17 : Courbe typique contrainte-déformation d'une fibre unitaire de lin

Il est possible par ailleurs de différencier trois zones distinctes sur la courbe contrainte-déformation présentée sur la Figure 2-17. Celles-ci sont détaillées dans le paragraphe 1.2.3.4.

Tableau 2-6 : Propriétés mécaniques des fibres de lin

	Moyenne	**Ecart type**
Diamètre (µm)	14,66	± 2,95
Contrainte à rupture (MPa)	1254	± 456
Allongement à rupture (%)	1,86	± 0,60
Module d'Young (GPa)	65,5	± 14,8

2.3 METHODES DE CARACTERISATIONS DES COMPOSITES CIMENTAIRES

2.3.1 Préparation et confection des éprouvettes

2.3.1.1 Mortier

Le protocole de malaxage est important car il peut avoir un impact significatif sur les propriétés à l'état frais et à l'état durci du matériau. Il doit être adapté à la nature du mélange afin d'obtenir une bonne homogénéité. Il existe un protocole de malaxage pour les mortiers normalisés décrit dans la norme NF EN 196-1. Toutefois, nous avons pu voir dans le Chapitre 1 que les fibres végétales ont une influence significative sur l'homogénéité et l'ouvrabilité des composites cimentaires. Par ailleurs, ce protocole est adapté uniquement aux mortiers normalisés, et ne prend donc pas en

compte la présence de fibres et d'adjuvants. C'est pourquoi nous avons établi un protocole de malaxage plus adapté, permettant d'éviter les phénomènes de « boulettes » couramment observés pour ces composites. Ce protocole, résultant de l'expérience du laboratoire pour ces matériaux, est décrit dans la Figure 2-18.

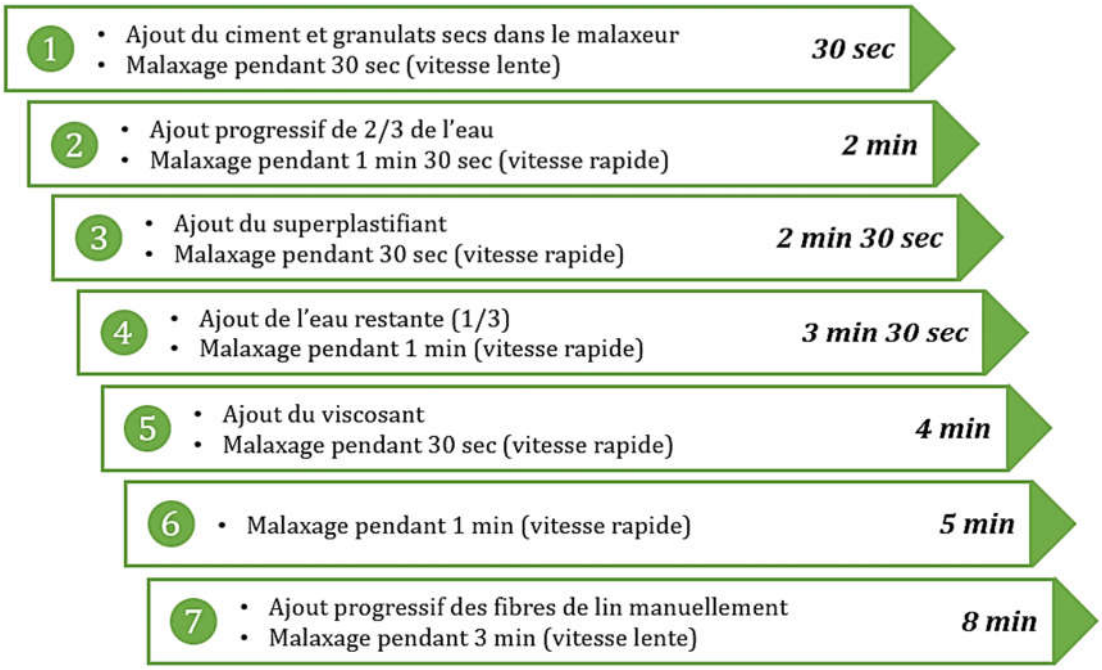


Figure 2-18 : Protocole de malaxage des mortiers

Le malaxeur a été humidifié afin de limiter une absorption supplémentaire de l'eau de gâchage par les parois. La Figure 2-19 présente le malaxeur à mortier utilisé. Les granulats et les fibres utilisés pour la confection ont été séchés en étuve à 50°C jusqu'à atteindre une variation de masse inférieure à 0,1 % en 24 h. Les fibres de lin sont introduites manuellement en fin de malaxage. Le temps d'introduction des fibres reste donc relativement variable puisqu'elles ne doivent pas être introduites en grande quantité dans le malaxeur, ceci afin d'éviter un blocage et pour assurer une bonne homogénéité du mélange. Il est donc nécessaire d'introduire les fibres par petites quantités tout en les dispersant le plus possible pendant le malaxage. Ceci permet d'éviter le phénomène de formation de boulettes évoqué dans le Chapitre 1. Les essais à l'état frais sont alors réalisés dans la foulée.

Le mélange est ensuite coulé dans des moules en polystyrène à trois alvéoles pour réaliser des éprouvettes de dimensions 4×4×16 cm, conformément à la norme NF EN 196-1. Un appareil à chocs a été utilisé pour compacter le mortier dans les moules, en conformité avec la norme NF EN 196-1 (Figure 2-20). Celui-ci permet d'appliquer 60 chocs aux moules en les faisant chuter d'une hauteur de 15 mm à la fréquence d'une chute par seconde, pendant 60 secondes. Ces éprouvettes, de taille normalisée, seront utilisées à la fois pour les essais de compression et les essais de flexion. Les moules remplis et pesés sont ensuite couverts d'un plastique et stockés dans une salle de conservation à 20±2 °C et >80 %HR. Les éprouvettes sont ensuite démoulées le lendemain,

24 heures après confection, et replacées dans la chambre de conservation jusqu'à échéance des essais à réaliser.

Figure 2-19 : Malaxeur IGM utilisé pour la confection des mortiers

Figure 2-20 : Table à chocs normalisée (NF EN 196-1)

2.3.1.2 Béton

Avant fabrication, les granulats et les fibres de lin ont été séchés en étuves à 50 °C, jusqu'à atteindre une variation de masse inférieure à 0,1 % en 24 heures. Les gâchées de béton ont été élaborées dans un malaxeur de 140 litres à axe vertical (Figure 2-21). Les constituants des bétons ont été séchés et refroidis à température ambiante avant le malaxage. Ceux-ci ont été ajoutés dans la cuve du malaxeur de façon à ce que les matériaux les plus pulvérulents soient intégrés entre les constituants de taille supérieure. Le protocole de malaxage utilisé pour les bétons (ordre d'introduction des constituants et temps de malaxage) est similaire à celui du mortier (Figure 2-18), mis à part qu'il n'y a pas de variation de vitesse de malaxage pour les bétons. La période de malaxage est comprise entre 5 et 8 minutes, en fonction de la quantité de fibres de lin à introduire ; en effet, c'est l'ajout des fibres de lin qui rallonge la période de malaxage. Pour ces bétons, l'ajout de 0,1 % de fibres prend environ 1 minute. Les essais à l'état frais et la confection d'éprouvettes ont été réalisés dans la foulée, dans les plus courts délais.

Les moules cylindriques de dimensions intérieures Ø11×22ht cm et les moules prismatiques 7×7×28 cm (Figure 2-23) sont remplis en deux couches de hauteurs similaires, chacune étant compactée avec une table vibrante pendant 5 à 10 secondes (Figure 2-22). Les moules remplis et pesés sont ensuite couverts par un plastique et stockés dans une salle de conservation à 20 °C et >80 %HR. Les éprouvettes sont ensuite démoulées le lendemain, 24 heures après confection, et replacées dans la chambre de conservation jusqu'à échéance des essais à réaliser.

Figure 2-21 : Malaxeur à béton 140 L

Figure 2-22 : Table vibrante

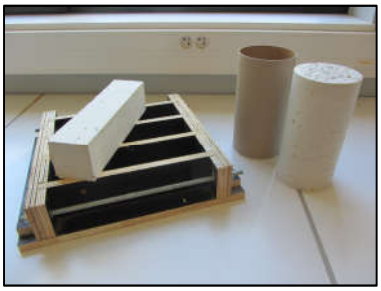


Figure 2-23 : Coffrages cylindres Ø11×22 cm et primes 7×7×28 cm

2.3.2 Propriétés à l'état frais

2.3.2.1 Masse volumique et air occlus

La masse volumique du mortier ou béton frais a été calculée à partir des mesures gravimétriques des moules remplis après coulage.

L'air occlus correspond au pourcentage volumique de bulles d'air dans le béton après sa mise en place. La teneur en air est déterminée à partir de la masse volumique des éprouvettes confectionnées selon l'Eq. 11 :

$$Air\ occlus\ (\%) = 100 * \left(1 - \rho_{fr} * \frac{\sum V_i}{\sum V_i . \rho_i}\right) \qquad Eq.\ 11$$

Avec : ρ_{fr} la masse volumique des mortiers (ou bétons) à l'état frais ; V_i la proportion volumique du constituant « i » dans le mélange ; ρ_i la masse volumique du constituant « i ».

2.3.2.2 Consistance des mortiers

La maniabilité des mortiers a été mesurée selon 2 protocoles : l'essai au maniabilimètre (NF P18-452) et l'essai avec la table à secousses (NF EN 1015-3). Le premier essai mesure le temps d'écoulement d'un mortier sous l'effet d'une vibration dans un maniabilimètre de type B (Figure 2-24). Le deuxième essai mesure le diamètre d'étalement du mortier mis en place à l'aide d'un moule tronconique sur le plateau d'une table à chocs appliquant 15 chocs correspondant chacun à une chute de 10 mm (Figure 2-25).

Figure 2-24 : Essai au maniabilimètre à mortier

Figure 2-25 : Essai à la table à chocs

2.3.2.3 Ouvrabilité et fluidité des bétons

Les propriétés de contrôle à l'état frais des bétons ordinaires se résument à la mesure de l'affaissement au cône d'Abrams et à la mesure du temps Vébé. Pour les bétons autoplaçants, l'essai d'étalement au cône d'Abrams a été réalisé.

2.3.2.3.1 Essai d'étalement au cône d'Abrams

C'est l'essai le plus couramment utilisé du fait de sa simplicité. Il s'agit de mesurer l'affaissement d'un cône de béton sous l'effet de son propre poids (Figure 2-26). Plus l'affaissement sera grand, plus le béton sera fluide. La mesure de l'affaissement au cône d'Abrams a été réalisée selon la norme NF EN 12350-2. L'affaissement au cône d'Abrams a été mesuré deux fois pour chaque formulation. Les classes de consistance du béton déterminées en fonction de l'affaissement mesuré au sens de la norme NF EN 206 sont regroupées dans le Tableau 2-7.

Figure 2-26 : Essai d'affaissement

Figure 2-27 : Essai Vébé

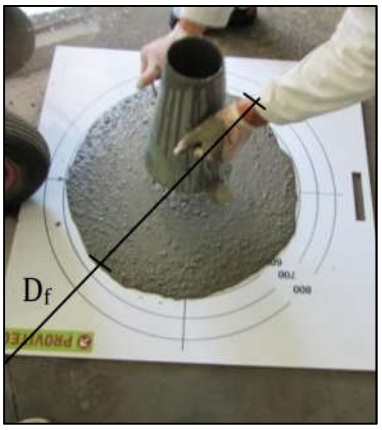


Figure 2-28 : Essai d'étalement

2.3.2.3.2 Essai de consistance Vébé

Cet essai est particulièrement utile pour tester les bétons de faible ouvrabilité. Dans cet essai, la consistance est définie par le temps que met un cône de béton à remplir un volume connu, sous l'effet d'une vibration (Figure 2-27). Plus ce temps est court, plus le béton sera considéré comme

fluide. La mesure du temps Vébé a été faite selon la norme NF EN 12350-3. Le Tableau 2-8 fournit les classes de consistance du béton en fonction du temps à l'essai Vébé.

Tableau 2-7 : Classes de consistance des bétons en fonction de l'affaissement mesuré

Classe	Affaissement (mm)
S1	10 – 40
S2	50 – 90
S3	100 – 150
S4	160 – 210
S5	≥ 220

Tableau 2-8 : Classification des bétons selon le temps à l'essai Vébé

Classe	Temps Vébé (s)
V0	≥ 31
V1	30 – 21
V2	20 – 11
V3	10 – 5
V4	≤ 4

2.3.2.3.3 Essai d'étalement au cône d'Abrams

La fluidité des bétons autoplaçants a été caractérisée avec l'essai d'étalement au cône d'Abrams, conformément à la norme NF EN 12350-8 (Figure 2-28). L'équipement de cet essai est identique à celui de l'affaissement au cône. Cependant, le béton étant plus fluide, il s'agit de mesurer l'étalement du béton sur une plaque plutôt qu'un affaissement. Le résultat de cet essai est exprimé par la moyenne de deux mesures du diamètre de la galette de béton obtenue.

2.3.2.4 Essais sur pâte de ciment durcissante

Dès que le ciment anhydre a été mélangé avec de l'eau, l'hydratation commence, et les propriétés de la pâte sont évolutives dans le temps. Après un certain temps, les cristaux d'hydrates prenant de plus en plus d'importance, le mélange fait prise et le matériau commence alors à se solidifier. On peut alors, en fonction de la consistance de la pâte, déterminer le début de prise du ciment. Pour cela, on mesure le temps de début de prise à l'aide d'une aiguille (appareil de Vicat).

2.3.2.4.1 Détermination de la consistance normalisée avec l'appareil de Vicat

La consistance de la pâte de ciment est une caractéristique qui évolue au cours du temps. Pour pouvoir étudier l'évolution de la consistance en fonction des différents paramètres, il est nécessaire d'avoir une consistance initiale identique. L'objectif de cet essai est de définir une telle consistance dite « consistance normalisée ».

Cette consistance est évaluée en mesurant l'enfoncement, dans la pâte de ciment, d'une sonde cylindrique de 10 mm de diamètre, sous l'effet d'une charge constante, avec un appareil de Vicat conformément à la norme NF EN 196-3. La consistance est mesurée sur des pâtes ayant des teneurs en eau différentes afin de déterminer la quantité d'eau nécessaire pour obtenir un arrêt d'enfoncement égal à 6 mm entre l'extrémité de la sonde et la plaque inférieure (hauteur du moule égale à 40 mm). La consistance de cette pâte est qualifiée de normale.

2.3.2.4.2 Mesure du temps de début de prise

Le début de prise dépend de plusieurs paramètres : il varie notamment selon la composition chimique et la finesse du ciment, ainsi que la température ambiante. L'objectif de l'essai est de définir, pour un ciment donné, un temps qui permet de qualifier cette vitesse de prise.

L'essai consiste à suivre l'évolution de la consistance d'une pâte de consistance normalisée. Le dispositif utilisé est l'appareil de Vicat équipé d'une aiguille de 1,13 mm de diamètre, conformément à la norme NF EN 196-3. Quand sous l'effet d'une charge de 300 g, l'aiguille s'arrête à une distance de 4 mm du fond du moule, on considère que le début de prise est atteint.

2.3.3 Hydratation

2.3.3.1 Calorimétrie semi-adiabatique

La chaleur d'hydratation des mortiers au cours des toutes premières heures est mesurée par calorimétrie semi-adiabatique (méthode de Langavant), selon la norme NF EN 196-9 (Figure 2-29). Cet essai permet de déterminer, à partir de l'évolution de la température, la quantité de chaleur dégagée par le ciment lors de son hydratation. À une échéance donnée, la chaleur d'hydratation (Q_{hyd}) du ciment, exprimée par l'Eq. 12, est égale à la somme de la chaleur accumulée (Q_{acc}) dans le calorimètre et de la chaleur dissipée vers l'extérieur (Q_{dis}). La température du mortier testé est comparée à celle d'un échantillon inerte dans le calorimètre de référence.

$$Q_{hyd} = Q_{acc} + Q_{dis} \qquad \textit{Eq. 12}$$

La chaleur accumulée (Q_{acc}) dans le calorimètre et de la chaleur dissipée vers l'extérieur (Q_{dis}) sont respectivement calculés à partir de l'Eq. 13 et l'Eq. 14 :

$$Q_{acc} = \frac{c}{m_c}.\Delta t \qquad \textit{Eq. 13}$$

Avec :

- c la capacité thermique totale du calorimètre ($J.K^{-1}$) ;
- m_c la masse de ciment dans l'échantillon d'essai (g) ;
- Δt la différence de température entre le calorimètre d'essai et le calorimètre de référence à l'instant t (K).

$$Q_{dis} = \frac{1}{m_c}\int_0^t \alpha.\Delta t.dt \qquad \textit{Eq. 14}$$

Avec :

- t le temps écoulé depuis le départ de l'hydratation (h) ;
- m_c le coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre ($J.h^{-1}.K^{-1}$).

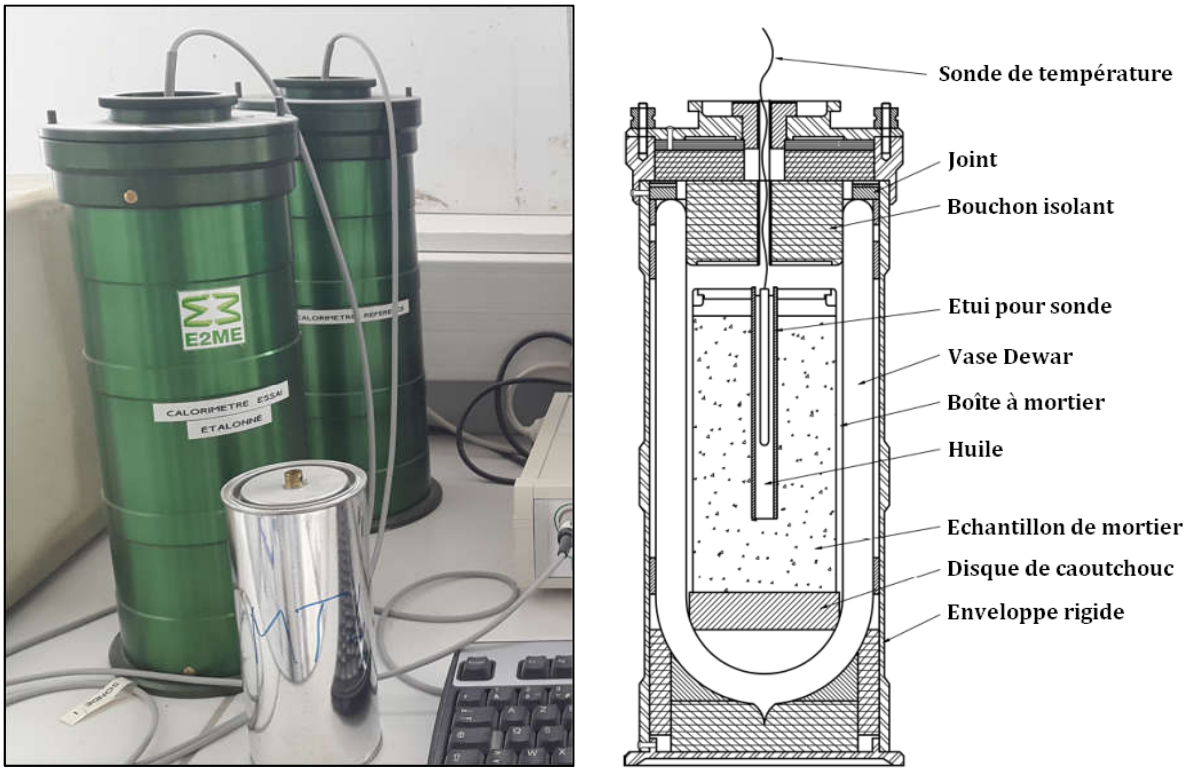


Figure 2-29 : Calorimètre semi-adiabatique (NF EN 196-9)

2.3.3.2 Analyses thermo-gravimétriques

En augmentant la température, les produits d'hydratation du ciment se décomposent en libérant de l'eau et du dioxyde de carbone (Mounanga, 2003). Le degré d'hydratation du ciment est obtenu linéairement à partir de la quantité d'eau liée des composés cimentaires hydratés. Pour cela, des analyses thermogravimétriques (ATG) ont été effectuées.

Les analyses thermogravimétriques (ATG) ont été effectuées à une vitesse de chauffe de 10 °C.min^{-1} dans un environnement inerte (azote) à une pression de 1 bar dans un four Netzsch STA449 F3 Jupiter®. Cette méthode d'analyse n'est pas facile à appliquer sur les matériaux cimentaires (en particulier le béton) parce que le volume du creuset du dispositif d'essai est relativement petit : environ 1 ml. Afin d'obtenir des échantillons représentatifs des matériaux élaborés, des morceaux de 1 cm^3 environ ont été prélevés au cœur des éprouvettes. Chacun de ces échantillons était ensuite concassé (< 4 mm) puis séché à 20 °C dans un dessiccateur sous vide pendant 72h. Ils ont ensuite été broyés finement (< 125 µm) puis séchés de nouveau en étuve à 70°C. Les mesures d'ATG ont été faites sur des échantillons de poudre de mortier (ou béton) de 1000 ± 100 mg.

2.3.4 Propriétés physico-chimiques

2.3.4.1 Mesure du pH

Des mesures de pH sur des échantillons de mortier ont été faites selon le protocole suivant (Codina, 2007; Räsänen et Penttala, 2004) :

1. Obtention d'une poudre fine de mortier (< 125 µm) : la procédure pour obtenir cette poudre est la même que pour les essais d'ATG (paragraphe 2.3.3.2).
2. Ajout d'eau osmosée avec un rapport V/M (volume d'eau sur masse de solide) = 9 $mL.g^{-1}$.
3. Agitation pendant 15 minutes à l'aide d'un agitateur magnétique.
4. Mesure dans la foulée du pH à l'aide d'un pH-mètre.

Pour chaque formule, 3 mesures ont été faites avec 10 g de matériaux âgés de 320 jours.

2.3.4.2 Porosité accessible à l'eau

La mesure de la porosité accessible à l'eau et de la masse volumique apparente a été effectuée par pesée hydrostatique selon la norme NF P18-459 (Figure 20). Les échantillons de béton sont introduits dans une chambre à vide en présence du gel de silice sous une pression relative de 998±1 mbar. Cette pression est maintenue pendant 4 heures afin de réduire l'angle de contact de l'eau dans les pores et ainsi faciliter la saturation de ceux-ci. Dès que l'eau est introduite la pression se maintient pendant au moins 44 h. On peut ensuite en déduire la masse volumique apparente sèche ρ_d, et la porosité accessible à l'eau ε_{acc}, avec l'Eq. 15 et l'Eq. 16 respectivement :

$$\rho_d = \frac{m_{sec}}{m_{air} - m_{eau}} \times \rho_{eau} \qquad \textit{Eq. 15}$$

$$\varepsilon_{acc} = \frac{m_{air} - m_{sec}}{m_{air} - m_{eau}} \times 100 \qquad \textit{Eq. 16}$$

Avec :

- m_{eau} la masse du béton (ou mortier) saturée dans le système de suspension de la balance hydrostatique après imbibition pendant 48 heures (g) ;
- m_{air} la masse du béton (ou mortier) en conditions saturées surface sèche (g) ;
- m_{sec} la masse du béton (ou mortier) séché à 105±5 °C (g).

Figure 2-30 : Dispositif de mesure de la porosité accessible à l'eau

2.3.4.3 Vitesse de propagation des ondes ultrasonores

Le module d'élasticité dynamique du béton a été estimé par une mesure de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores, conformément à la norme NF EN 12504-4. Cette mesure vise à déterminer la vitesse de propagation des ondes ultrasonores à travers le matériau testé. Les ultrasons sont des vibrations qui se propagent sous forme d'ondes, produisant un champ sinusoïdal de contraintes mécaniques. Le temps de propagation de l'onde ultrasonore est mesuré entre deux capteurs piézoélectriques (un émetteur et un récepteur), mis en contact avec l'échantillon à chaque extrémité. Le rapport de la distance parcourue au temps de déplacement de l'onde permet de déterminer la vitesse de propagation (V_p). Cette vitesse peut être reliée au module élastique dynamique (E_{dyn}) du matériau à l'aide de l'Eq. 17 :

$$E_{dyn} = \rho_d \cdot V_p \cdot \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)} \qquad \textit{Eq. 17}$$

Avec ρ_d la masse volumique sèche du matériau (kg.m^{-3}) et ν le module de Poisson, couramment pris entre 0,2 et 0,3 pour les bétons. Dans notre cas, la valeur du module de Poisson a été fixé à 0,25 en suivant des résultats obtenus sur des mortiers (Narayan Swamy, 1971).

2.3.5 Propriétés mécaniques

2.3.5.1 Bétons

Les essais de flexion et de compression permettent d'évaluer les principales caractéristiques mécaniques des matériaux telles que la contrainte et la déformation à la rupture.

2.3.5.1.1 Essai de flexion 4 points

Comme nous avons pu le voir précédemment, l'un des principaux intérêts à l'utilisation des fibres dans un béton est l'augmentation de la résistance à la flexion du béton. Cette résistance est difficilement mesurable par des essais de traction uniaxe du fait de la fragilité du béton et de la difficulté à amarrer des éprouvettes. On procède de façon pratique par des essais de flexion 3 points ou 4 points. Le dernier présente l'avantage d'un moment constant entre les deux appuis supérieurs. Le volume de l'échantillon testé est donc plus grand. L'essai de flexion 3 points se caractérise par une contrainte maximale à mi-travée, ce qui peut dans certains cas surestimer la résistance en flexion.

La résistance en flexion du béton a donc été déterminée dans ce travail par l'essai de flexion 4 points, sur des éprouvettes de dimensions 7×7×28 cm, conformément à la norme NF EN 12390-5 (Figure 2-31). Dans cette configuration, la distance entre les appuis inférieurs est de 240 mm et celle entre les appuis supérieurs de 80 mm. L'essai de flexion 4 points a été mené sur une presse électro mécanique (Instron 3369) de capacité 50 kN, avec une vitesse de chargement égale à 50 N.s^{-1}, sur trois éprouvettes au minimum pour chaque formulation. La résistance à la flexion est calculée à partir de l'Eq. 18 :

$$R_f = \frac{F_{f,max} \cdot L}{b.h^2} \qquad \textit{Eq. 18}$$

Avec :

- R_f la résistance en flexion du mortier (MPa) ;
- $F_{f,max}$ la charge maximale en flexion provoquant la rupture (N);
- L la distance entre les appuis inférieurs (mm) ;
- b,h respectivement la largeur et la hauteur de l'éprouvette (b = h = 40 mm).

2.3.5.1.2 Essai de compression simple

Dans cet essai, l'éprouvette est soumise à une charge croissante jusqu'à la rupture. La résistance en compression simple a été mesurée, conformément à la norme européenne NF EN 12390-3, sur des éprouvettes cylindriques de dimensions Ø11×22 cm. Avant l'essai, un surfaçage des éprouvettes au mortier de souffre a été réalisé. L'essai de compression uni-axiale a été mené à l'aide d'une presse Schenck de capacité 3000 kN (Figure 2-32). La presse est pilotée en force, avec une vitesse de chargement imposée de 0,06 MPa.s^{-1}. Au minimum trois éprouvettes ont été testées par formulation. La résistance à la compression est calculée selon l'Eq. 19 :

$$R_c = \frac{F_{c,max}}{S} \qquad \textit{Eq. 19}$$

Avec :

- R_f la résistance en compression du mortier (MPa) ;
- $F_{c,max}$ la charge maximale en compression provoquant la rupture (N);
- S la surface transversale de l'éprouvette (mm^2).

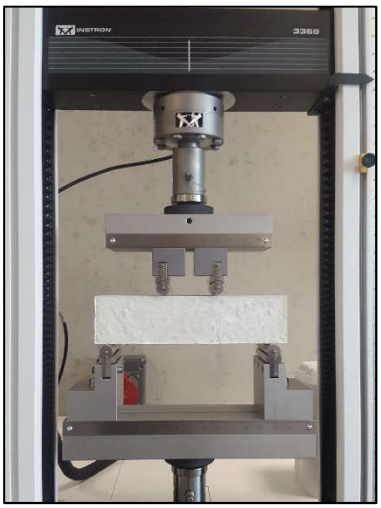


Figure 2-31 : Essai de flexion 4 points

Figure 2-32 : Essai de compression simple

Figure 2-33 : Dispositif de mesure du module d'élasticité

2.3.5.1.3 Module d'élasticité en compression

Le module d'élasticité en compression des bétons a été mesuré sur des éprouvettes cylindriques Ø11×22 cm conformément à la norme NF EN 12390-13. Pour cela, un extensomètre a été utilisé, permettant de mesurer les déformations longitudinales sur trois génératrices (Figure

2-33). Lors de l'essai, les éprouvettes sont soumises à trois cycles de chargement après l'application d'une contrainte de préchargement σ_p égale à 0,5 MPa pendant les 15 premières secondes. Pour chaque cycle, la charge est appliquée à une vitesse de 0,6 MPa.s^{-1} jusqu'au seuil supérieur σ_a. Celle-ci est maintenue pendant 15 secondes et ensuite, la contrainte est réduite à une vitesse de 0,3 MPa.s^{-1} jusqu'à la contrainte de préchargement qui est maintenue pendant 15 secondes pour continuer de la même façon les autres cycles (Figure 2-34).

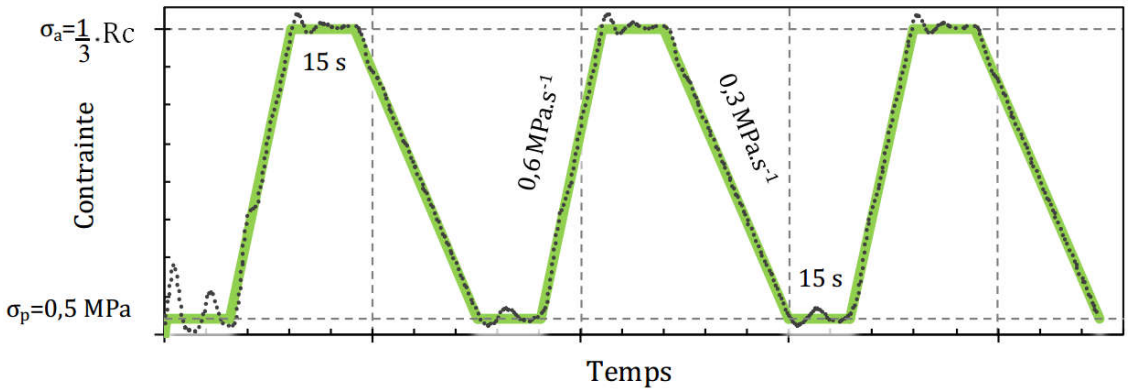


Figure 2-34 : Caractéristiques des cycles de compression pour la mesure du module d'élasticité

2.3.5.2 Mortiers

2.3.5.2.1 Essai de flexion 3 points

L'essai de flexion trois points a été mené sur les éprouvettes de mortier prismatiques 4×4×16 cm^3 conformément à la norme NF EN 196-1 avec une presse électromécanique de la société IGM d'une capacité de 250 kN, munie d'une cellule de charge de capacité 50 kN pour améliorer la précision des résultats (Figure 2-35). Quatre échantillons ont été testés par formulation. La norme NF EN 196-1 impose une vitesse de chargement de 50 N.s^{-1}. Toutefois, comme vu dans le Chapitre 1, les composites cimentaires fibrés présentent souvent un comportement ductile en flexion. Afin de mieux observer ce comportement, il est plus intéressant de piloter l'essai en déplacement plutôt qu'en charge. Ainsi, les essais de flexion 3 points réalisés sur les mortiers ont été menés avec une vitesse de chargement de 0,20 mm.min^{-1}. Le déplacement de la traverse est mesuré à l'aide d'un capteur LVDT numérique. L'éprouvette est placée sur le bâti de la presse avec une distance de 100 mm entre les deux appuis, elle est ensuite sollicitée jusqu'à sa rupture. La résistance à la flexion est calculée à partir de l'Eq. 20 :

$$R_f = \frac{3.F_{f,max}.L}{2.b.h^2} \qquad \textit{Eq. 20}$$

Avec :

- R_f la résistance en flexion du mortier (MPa) ;
- $F_{f,max}$ la charge maximale en flexion provoquant la rupture (N);
- L la distance entre les appuis (mm) ;
- b,h respectivement la largeur et la hauteur de l'éprouvette (b = h = 40 mm).

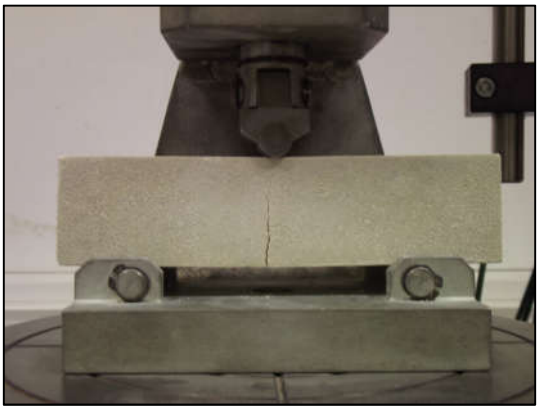


Figure 2-35 : Essai de flexion 3 points sur mortier

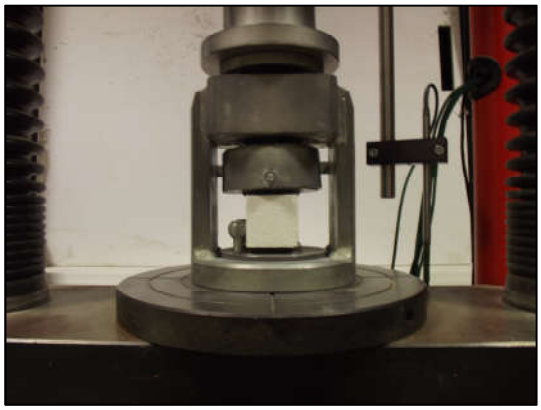


Figure 2-36 : Essai de compression sur mortier

2.3.5.2.2 Essai de compression

L'essai de compression a été effectué suite à l'essai de flexion, sur l'une des deux moitiés de l'éprouvette cassée (Figure 2-36). La même presse que pour l'essai de flexion a été utilisée, en remplaçant toutefois la cellule de charge de 50 kN par une autre, de capacité supérieure (250 kN). La vitesse de chargement est de 2,4 kN.s^{-1}, conformément à la norme NF EN 196-1. Les demi-prismes à tester sont placés latéralement au centre du plateau de la machine. La résistance à la compression est calculée selon l'Eq. 21 :

$$R_c = \frac{F_{c,max}}{b.h} \qquad \textit{Eq. 21}$$

Avec :

- R_f la résistance en compression du mortier (MPa) ;
- $F_{c,max}$ la charge maximale en compression provoquant la rupture (N);
- b,h respectivement la largeur et la hauteur de l'éprouvette (b = h = 40 mm).

2.4 CONCLUSION

Ce chapitre a permis de présenter les caractéristiques des différentes matières premières qui entrent dans la composition des matériaux composites développés dans cette étude et plus particulièrement les fibres de lin. En effet, l'introduction de ces fibres dans la composition des mortiers et bétons peut impliquer des modifications de l'arrangement granulaire, de la cohésion de la matrice, la rhéologie du matériau et par conséquent, des propriétés physiques, mécaniques, et de durabilité du matériau.

La deuxième partie de ce chapitre a été consacrée à la présentation des méthodes de caractérisation des composites cimentaires. Ces méthodes sont, dans la très grande majorité, soit issues des normes en vigueur, soit adaptées de tests préliminaires.

Après avoir caractérisé les matières premières, nous allons présenter dans le Chapitre 3 une étape importante de l'étude : la formulation la caractérisation des bétons biofibrés par implémentation de plusieurs techniques de caractérisation.

CHAPITRE 3

Formulation et caractérisation des bétons incorporant des fibres de lin

3.1 INTRODUCTION

A l'heure actuelle, peu d'études se sont intéressées à la formulation et à la caractérisation physique de bétons de structure incorporant des fibres végétales. Les quelques études existantes se limitent à la comparaison des performances d'un bétons biofibré à un béton ordinaire (Belkadi *et al.*, 2015; Libo et Nawawi, 2014).

Ce chapitre porte sur l'étude de la formulation et des propriétés physiques et mécaniques d'un béton structurel incorporant des fibres de lin. L'objectif est de proposer une aide à la formulation de bétons renforcés de fibres de lin (BFL) avec deux objectifs. Le premier est de déterminer l'influence des fibres sur les propriétés du composite à l'état frais, et d'améliorer son ouvrabilité. Le second objectif est d'étudier l'effet de ces fibres sur les propriétés à l'état durci des bétons : porosité, masse volumique et résistances mécaniques. Pour répondre à ces objectifs, différents paramètres ont été étudiés indépendamment tels que la longueur et le taux d'incorporation des fibres de lin, ainsi que la teneur en pâte du béton.

3.2 FORMULATION DES BETONS

3.2.1 Squelette granulaire : optimisation et influence des fibres de lin

La formulation des bétons est basée sur l'optimisation de la compacité du squelette granulaire, ce qui permet d'ajuster la proportion de chaque granulat. Pour les bétons compacts (ordinaire et auto-plaçant), l'objectif de cette méthode est de minimiser la porosité inter-granulaire dans le but de réduire la quantité de liant requise pour satisfaire les exigences en termes de maniabilité et de résistance.

Ainsi, les proportions respectives de sable et gravier ont été obtenues après l'étude de leur compacité granulaire afin d'obtenir un squelette granulaire total le plus dense possible. La compacité granulaire est un paramètre lié à la forme et à la taille des granulats et correspond au ratio du volume de grains sur le volume total (De Larrard, 2000). La compacité des granulats naturels utilisés dans cette étude a été mesurée selon le protocole expérimental développé au LCPC (Lédée *et al.*, 2004). Ces résultats expérimentaux ont également été comparé en tuilisant le modèle d'empilement compressible à l'aide du logiciel René-LCPC (Sedran et De Larrard, 1994). L'utilisation de la modélisation permettra de confirmer ou non les compacités granulaires mesurées expérimentalement.

Par ailleurs, dans le but d'étudier l'influence des fibres de lin sur la compacité granulaire, des essais sur table à secousses LCPC ont été menés en substituant 0,3 % du volume absolu de granulats (sable et gravier) par un volume équivalent de fibres de lin. L'influence de la morphologie sur la compacité a également été évaluée par l'utilisation de deux longueurs de fibres (12 et 36 mm). La modélisation n'a cependant pas été conduite pour les mélanges contenant des fibres de lin car le modèle n'autorise pas ce type d'inclusion.

Les compacités expérimentales et modélisées sont présentées dans la Figure 3-1. On peut tout d'abord noter que pour le mélange sans fibres, les compacités expérimentale et modélisée sont très proches. L'incorporation de fibres de lin dans le mélange granulaire semble avoir une influence significative sur la compacité granulaire. En effet, la compacité maximale passe de 0,78 (mélange sans fibres) à 0,74 pour le mélange avec 0,3 % de fibres de lin de 12 mm et à 0,73 pour le mélange avec les fibres de 36 mm, soit des réductions de compacité respectivement égales à 5 et 6 % respectivement. De Larrard souligne également une diminution significative de la compacité, passant de 0,64 à 0,51, lors de l'incorporation de 0,3 % de fibres métalliques dans un mélange granulaire pour béton (De Larrard, 2000). L'impact des fibres de lin sur la compacité pourrait être plus faible que les fibres métalliques du fait de leur plus grande flexibilité (Figure 3-2). Les fibres de lin ont la capacité de se déformer lorsqu'elle sont sujettes à la pression des gros grains, ce qui minimise leur effet perturbateur (Barthos et Hoy, 1996). Ces auteurs soulignent également un effet perturbateur plus prononcé sur les graviers que sur le sable. Dans notre cas, la perturbation semble être davantage significative pour des mélanges contenant de 30 à 60 % de sable.

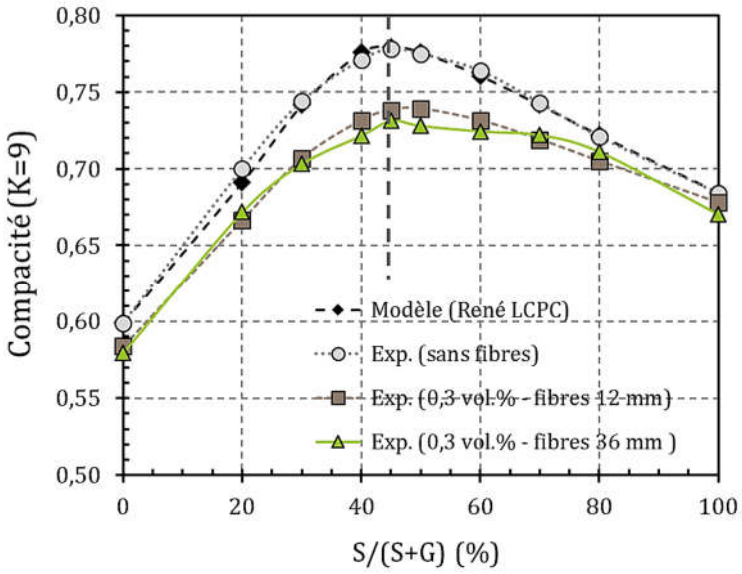


Figure 3-1 : Compacités expérimentale et modélisée du mélange granulaire sable-gravier, avec ou sans fibres de lin

L'effet de la longueur de fibre sur la compacité granulaire a également été observé dans une autre étude (Rossi, 2002). Cet auteur a noté que la perturbation induite par les fibres augmente avec leur longueur, pour un volume constant de matériau. L'auteur explique l'influence de la longueur des fibres par un « effet de paroi » additionnel dû à la longueur des fibres.

Dans notre cas, quel que soit le mélange étudié, le rapport S/(S+G) pour lequel la compacité est maximale ne semble pas être modifié par l'ajout de fibres de lin. On peut noter sur la Figure 3-1 que la compacité maximale du mélange granulaire est obtenue avec un mélange contenant 44 % de sable et 56 % de gravier. Ce sont ces valeurs qui seront retenues pour la formulation des bétons par la suite.

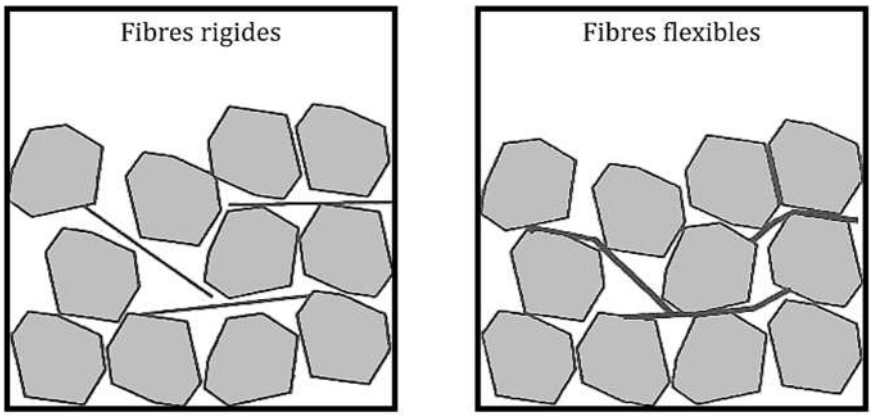


Figure 3-2 : Différence de l'effet perturbateur exercé par des fibres rigides et des fibres flexibles (De Larrard, 2000)

3.2.2 Pâte cimentaire des bétons

Un ciment Portland blanc de type CEM I 52,5 N, en accord avec la norme NF EN 196-1, a été utilisé. Ce ciment a été choisi afin de pouvoir incorporer des additions minérales dans le béton autoplaçant sur un liant qui en contient très peu (98 % de clinker et 2 % de fines calcaires). Ainsi, en addition au ciment, un filler calcaire a été utilisé. Par ailleurs, deux adjuvants ont été ajoutés à la formulation. Un super-plastifiant haut réducteur d'eau a été utilisé, avec un dosage massique de 1,0 % par rapport au ciment, dans le but d'augmenter la fluidité du béton frais (BASF MasterGlenium ACE 444). Le second est un agent rétenteur d'eau, dosé à 0,5% par rapport à la masse de ciment (BASF MasterMatrix 885). Il a été utilisé pour limiter les risques de ségrégation du béton.

Depuis la publication de la norme NF EN 206/CN sur les bétons, la notion de dosage en ciment a été remplacé par le concept de liant équivalent ($L_{éq}$). Ce paramètre permet de prendre en compte l'activité d'une addition minérale, comme la fumée de silice, le laitier de hauts-fourneaux, le filler calcaire, etc. La quantité de liant équivalent est définie par l'Eq. 22 :

$$L_{éq} = C + k * A \qquad \textit{Eq. 22}$$

où : $L_{éq}$ est la quantité de liant équivalent (kg.m^{-3}) ; C est la quantité de ciment CEM I (kg.m^{-3}) ; k est un facteur qui dépend de l'activité de l'addition ; A est la quantité de l'addition minérale utilisée (kg.m^{-3}). La valeur maximale de A est donnée par la relation $A/(A+C)$, fournie dans l'annexe nationale française 'F' de la norme NF EN 206 pour les différentes classes d'exposition.

3.2.3 Formulation et élaboration des bétons

3.2.3.1 Cahier des charges et programme expérimental

Un premier béton témoin (BT) a d'abord été formulé. Celui-ci sera dimensionné pour la classe d'exposition XF1 et devra donc répondre au cahier des charges suivant :

- Résistance en compression à 28 jours > 30 MPa (classe de résistance C30/37)
- Etalement au cône d'Abrams > 55 cm (autoplaçant)

Dans ce chapitre, plusieurs paramètres de formulation ont été étudiés séparément (Figure 3-3). Tout d'abord, nous avons cherché à connaître l'influence de la longueur et du taux de fibres de lin sur les propriétés d'un béton compact. Ainsi, pour l'étude de ces deux paramètres, 9 formulations ont été réalisées, correspondant aux bétons incorporant des fibres de lin (BFL). Trois longueurs de fibres ont été testées (12, 24 et 36 mm), et ce pour trois taux volumiques (0,1, 0,2 et 0,3 %).

La seconde partie de ce chapitre traite de l'influence de la teneur en pâte sur les propriétés des BFL à l'état frais et à l'état durci. Pour ces bétons, le taux volumique de fibres de lin a été fixée à 0,3 %, et la longueur à 12 mm. Pour ces formulations, seule la teneur en pâte est variable : de 320 à 500 L.m^{-3}. A noter que dans la pâte sont compris : le ciment, le filler calcaire, l'eau et les adjuvants.

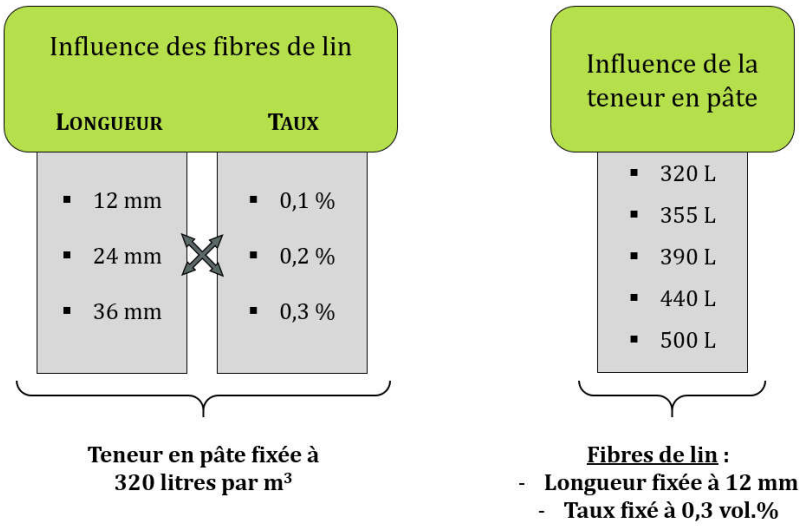


Figure 3-3 : Schématisation du programme expérimental pour l'étude de la formulation des bétons

3.2.3.2 Méthodologie de formulation des bétons

La formulation des bétons a été effectuée par unité volumique de matériaux. Le rapport massique $E_{eff}/L_{éq}$ a été fixé à 0,48 pour l'ensemble des bétons réalisés dans ce chapitre.

- Pour les bétons avec un taux de fibres variable, les quantités de ciment et filler calcaire ont été fixées respectivement à 340 et 95 kg.m^{-3}. Le volume de pâte cimentaire efficace est égal à 320 L.m^{-3}. Cette teneur en pâte cimentaire permet d'obtenir des bétons ouvrables de classe C30/37 ne contenant pas de fibres de lin.
- Pour les bétons avec un volume de pâte variable, le taux de fibres de lin a été fixé à 0,3 % en volume absolu de fibres par rapport au volume total de la gâchée. Le rapport $E_{eff}/L_{éq}$ reste inchangé, fixé à 0,48.

A partir du volume de ciment (C), de l'eau efficace (E_{eff}), et du coefficient d'absorption d'eau des granulats et des fibres de lin (WA_{24}), le volume du squelette granulaire (SG) a été calculé selon l'expression suivante (Eq. 23) :

$$SG = \frac{1m^3 - C - E_{eff}}{1 + WA_{24}} \qquad \textit{Eq. 23}$$

Les dosages de fibres de lin indiqués sont des pourcentages volumiques absolus de fibres de lin par rapport au volume total théorique de béton fabriqué. Afin de ne pas modifier le volume théorique de la gâchée de béton lors de l'incorporation de fibres de lin, un volume de granulats saturés égal au volume de fibres de lin saturées à introduire a été retiré de la formulation. En effet, les taux d'absorption des granulats et des fibres de lin sont très différents ; une substitution volumique sèche (non-saturée) entrainerait une variation du volume théorique du béton. La Figure 3-4 montre une schématisation du principe de formulation par substitution volumique des granulats à l'état saturé.

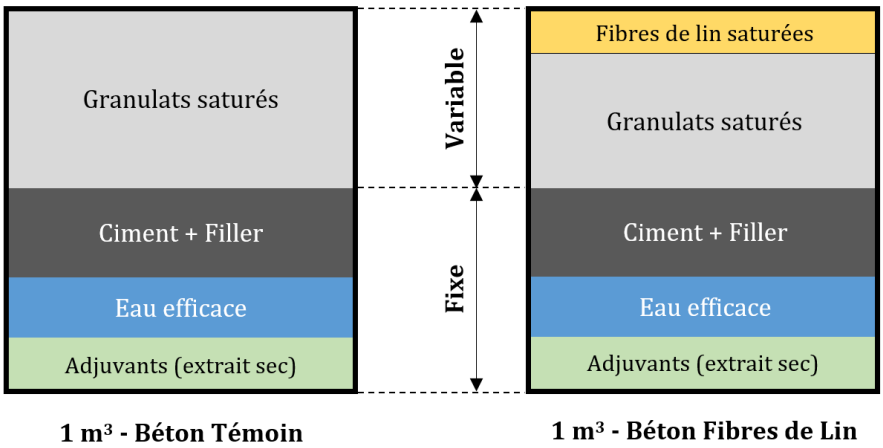


Figure 3-4 : Schématisation du principe de formulation par substitution volumique à l'état saturé

Cette approche de formulation conduit à un maintien de la quantité de liant constante dans le volume théorique du composite. L'eau totale augmente avec l'incorporation de fibres de lin car elle est constituée de l'eau efficace et de l'eau absorbée par les granulats et les fibres de lin. En effet, les fibres étant considérées comme quasi-saturées, une quantité d'eau supplémentaire a été ajoutée afin de prendre en compte l'absorption d'eau des fibres de lin. Les compositions des bétons avec un taux de fibres de lin variable sont données dans le Tableau 3-1 et celles des bétons avec la teneur en pâte variable dans le Tableau 3-2. Ces compositions sont indépendantes de la longueur de fibres utilisée.

Tableau 3-1 : Composition des bétons avec taux de fibres de lin variable (kg.m^{-3})

	BT	**BFL-0,1**	**BFL-0,2**	**BFL-0,3**
Ciment	340,0	340,0	340,0	340,0
Filler calcaire	95,0	95,0	95,0	95,0
Superplastifiant	3,40	3,40	3,40	3,40
Agent viscosant	1,70	1,70	1,70	1,70
Eau	186,0	187,9	189,8	191,7
Sable 0/4	763,4	760,0	757,7	753,3
Gravier 4/10	992,3	988,0	983,6	979,3
Fibres de lin	0,00	1,52	3,04	4,56
$E_{eff}/L_{éq}$	0,480	0,48	0,48	0,48
$E_{tot}/L_{éq}$	0,522	0,527	0,533	0,538
Volume de pâte (L.m-3)	320	320	320	320
Taux de fibres (vol.%)	0,0	0,1	0,2	0,3

Tableau 3-2 : Composition des bétons à fibres de lin avec teneur en pâte variable (kg.m^{-3})

	BFL-320	**BFL-355**	**BFL-390**	**BFL-440**	**BFL-500**
Ciment	340,0	376,0	412,5	465,0	530,0
Filler calcaire	95,0	105,0	115,0	130,0	148,0
Superplastifiant	3,40	3,76	4,13	4,65	5,30
Agent viscosant	1,70	1,88	2,06	2,33	2,65
Eau	191,7	208,9	226,4	251,9	282,6
Sable 0/4	753,3	715,1	676,3	619,8	551,1
Gravier 4/10	979,3	929,6	879,1	805,7	716,4
Fibres de lin	4,56	4,56	4,56	4,56	4,56
$E_{eff}/L_{éq}$	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
$E_{tot}/L_{éq}$	0,538	0,530	0,524	0,517	0,509
Volume de pâte (L.m-3)	320	355	390	440	500
Taux de fibres (vol.%)	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3

3.3 PROPRIETES DES BETONS A L'ETAT FRAIS

3.3.1 Maniabilité

A l'état frais, le béton témoin est très fluide, avec un étalement au cône d'Abrams de 70±2 cm (Figure 3-5). Le critère autoplaçant est donc bien respecté pour le béton témoin.

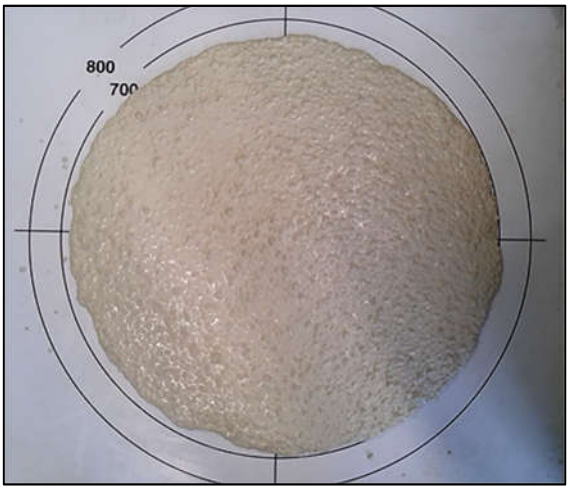


Figure 3-5 : Etalement au cône d'Abrams du béton témoin

Figure 3-6 : Affaissement au cône d'Abrams pour le BFL (0,3 % - 12 mm)

Du fait de l'incorporation des fibres de lin, les BFL ont une consistance beaucoup plus ferme ; l'étalement au cône d'Abrams n'a donc pas pu être mesuré, même avec le plus faible taux de fibres de lin (0,1 vol.%). Par conséquent, c'est l'affaissement au cône d'Abrams qui a été mesuré sur ces bétons (Figure 3-6). Par ailleurs, l'essai Vébé a été mené conjointement. Ainsi, l'incorporation de fibres de lin affecte de manière très significative le comportement rhéologique du béton à l'état frais. Dans notre cas, il n'est pas possible de respecter le critère autoplaçant avec un volume de pâte de 320 litres par m^3. Les deux paramètres étudiés pour les fibres de lin (longueur et taux d'incorporation) ont des conséquences directes et non négligeables sur l'ouvrabilité du béton frais (Figure 3-7). Lorsque le taux de fibres augmente, on constate une forte réduction de l'affaissement des bétons, ce qui reflète une perte de maniabilité. Cette tendance a également été observée par d'autres auteurs (Tung *et al.*, 2011). La longueur des fibres de lin a aussi une influence significative sur l'ouvrabilité des BFL. De plus, pour un taux de fibres de lin fixé, une augmentation de la longueur semble accroître l'effet perturbateur des fibres sur la consistance des bétons. En effet, des fibres plus longues auront plus de difficultés à s'orienter dans le sens de l'écoulement du béton. Ce constat est fait également dans le cas des fibres manufacturées, dans des proportions moindres toutefois (Martinie, 2010). Du fait de leur grande flexibilité, les fibres de lin ont une propension à former des « boulettes » durant le malaxage lorsqu'elles sont en trop grande quantité. Ce phénomène de formation de « boulettes » lors de l'utilisation de fibres végétales a également été noté par d'autres auteurs (Aziz *et al.*, 1981; Bentur, 2007). Une longueur plus grande de fibres accroît la propension des fibres à s'agglomérer pendant le malaxage, ce qui pourrait également expliquer la diminution de l'affaissement. On notera sur la Figure 3-7 les classes de consistance des bétons selon la norme NF EN 206. Ainsi, on remarque que la plupart des bétons sont de classe S3 et S4, c'est-à-dire une consistance très plastique voire fluide. Seul le béton contenant des fibres de lin de 36 mm au taux de 0,3 % (plus grande longueur et plus grand taux de fibres) est de classe S2, soit une consistance plastique. Les réductions relatives de l'affaissement entre les BFL avec 0,1 et 0,3 % de fibres de lin sont de 12, 40 et 60 % pour des longueurs de fibres respectivement de 12, 24 et 36 mm. La perte de maniabilité est donc effectivement plus prononcée avec les fibres de plus grande longueur. Ainsi,

il semble donc préférable d'utiliser des fibres plus courtes, comme 12 mm, dans le cas où une bonne ouvrabilité est recherchée.

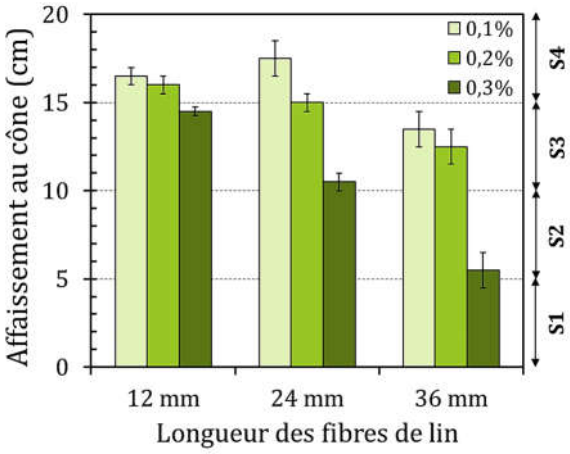


Figure 3-7 : Affaissements au cône d'Abrams mesurés pour les BFL

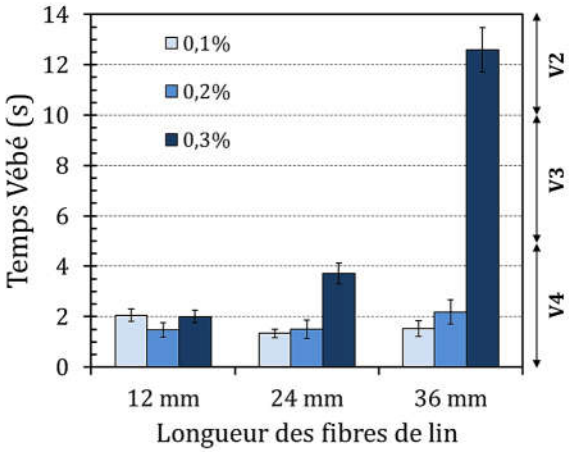


Figure 3-8 : Temps Vébé mesurés pour les BFL

Concernant les mesures du temps Vébé, toutes les formulations ont présenté un temps Vébé inférieur à 4 secondes (Figure 3-8), excepté celle contenant des fibres de 36 mm au taux de 0,3 % qui a un temps Vébé supérieur à 12 secondes. Cela montre que les bétons biofibrés, malgré une diminution significative de l'affaissement, conservent une bonne ouvrabilité lors d'un écoulement dynamique, comme c'est le cas pour l'essai Vébé.

Tableau 3-3 : Propriétés à l'état frais des BFL avec une teneur en pâte variable

	BFL-320	**BFL-355**	**BFL-390**	**BFL-440**	**BFL-500**
Etalement (cm)	-	-	41 ± 0,5	58 ± 1,0	62 ± 0,5
Affaissement (cm)	14,5 ± 0,5	18,0 ± 0,5	22,0 ± 1,0	-	-
Temps Vébé (s)	2,1	< 2	< 2	< 2	< 2
Classe de consistance (NF EN 206)	S3	S4	S5	BAP	BAP
Teneur en air (%)	4,37 ± 0,39	3,60 ± 0,24	3,17 ± 0,28	1,50 ±0,16	0,83 ±0,25
Masse volumique à l'état frais (kg.m^{-3})	2265 ± 9	2260 ± 6	2246 ± 7	2249 ± 4	2222 ± 6

Le Tableau 3-3 présente les propriétés à l'état frais des bétons biofibrés avec une teneur en pâte variable. On rappelle que pour ces bétons, la longueur des fibres a été fixée à 12 mm et le taux de fibres à 0,3 %. On peut ainsi noté que l'ouvrabilité des BFL est considérablement améliorée lorsque la teneur en pâte est augmentée. En effet, l'affaissement qui était égal à 14,5 ± 0,5 cm pour un volume de pâte de 320 L.m^{-3} passe à 18,5 ± 0,5 et 22,0 ± 1,0 cm pour des volumes de pâtes respectivement de 355 et 390 L.m^{-3}. Pour cette dernière formulation, un étalement au cône d'Abrams de 41 ± 0,5 cm a été mesuré. Ainsi, malgré une bonne fluidité apparente, il ne peut pas être considéré comme autoplaçant puisque l'étalement est inférieur à 55 cm. Cependant, c'est le cas pour les bétons BFL-400 et BFL-500, qui affichent respectivement des diamètres d'étalement de 58

± 1,0 et 62 ± 0,5 cm. Ils peuvent donc tous deux être classés comme bétons autoplaçants (BAP). Par conséquent, l'augmentation de la quantité de pâte permet d'améliorer de manière significative l'ouvrabilité des bétons à fibres de lin.

3.3.2 Air occlus

L'incorporation de fibres de lin dans les bétons augmente significativement leur teneur en air (Figure 3-9). Le béton témoin possède une faible teneur en air, égale à 1,27 %. Comme attendu, l'augmentation du taux de fibres accroît la quantité d'air occlus dans les BFL, et ceci pour les trois longueurs de fibres de lin étudiées. Les augmentations relatives de la teneur en air des BFL contenant 0,3 % de fibres, par rapport au béton témoin, sont de 244 % pour une longueur de 12 mm, 176 % pour 24 mm et 92 % pour 36 mm. L'augmentation de la teneur en air des bétons fibrés avec le taux de fibres a également été reportée par d'autres auteurs (Gencel *et al.*, 2011; Madsen *et al.*, 2009; Pickering *et al.*, 2016). Cela est principalement attribué à la faible capacité des fibres à se compacter. Comme vu précédemment, les fibres ont un impact non négligeable sur la compacité granulaire. L'augmentation de la quantité de vides peut aussi être expliquée par une méthode de compactage inadapté pour ce type de béton (table vibrante).

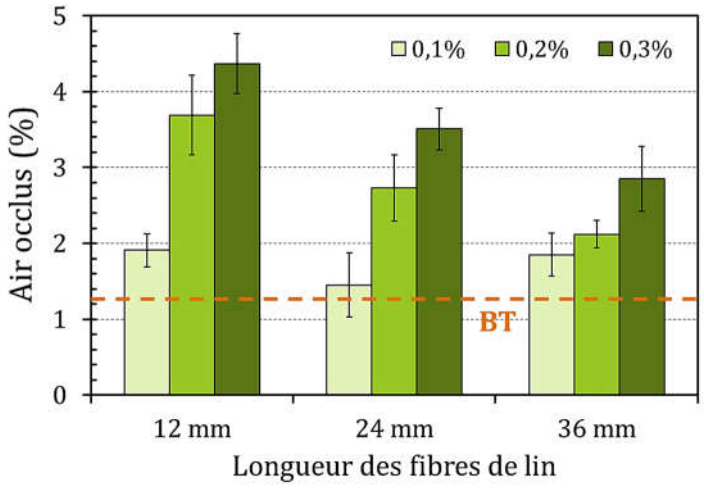


Figure 3-9 : Teneur en air des bétons en fonction de la longueur et du taux de fibres de lin

Sur la Figure 3-9, on constate également une importante teneur en air occlus pour les bétons incorporant des fibres plus courtes. Pour une même teneur en fibres de lin, les teneurs en air les plus élevées sont observées avec la longueur de fibres de 12 mm, et les plus faibles avec les fibres de 36 mm, dans le cas des taux de fibres de 0,2 % et 0,3 %. Cela pourrait être dû au plus grand nombre de fibres dans le mélange avec l'utilisation des fibres plus courtes. En effet, pour un même taux de fibres, le nombre de fibres unitaires de 12 mm présentes dans le mélange est trois fois plus grand qu'avec les fibres de 36 mm. La probabilité de chevauchement des fibres est donc augmentée avec les fibres plus courtes, ce qui pourrait augmenter la quantité d'air entraîné durant le malaxage. De plus, dans le cas du béton, il y a un mouvement naturel de remontée des bulles d'air entraînées durant le malaxage vers la surface du béton frais lors de la vibration. Dans le cas des bétons biofibrés, les fibres peuvent agir comme des obstacles à cette remontée des bulles d'air, rendant

ainsi la vibration du béton moins efficace (Markovic, 2006). Là encore, le plus grand nombre de fibres unitaires présentes dans les bétons contenant des fibres de 12 mm peut d'autant plus accroître ce phénomène d'obstacle à la remontée des bulles d'air, qui restent davantage piégées dans le béton.

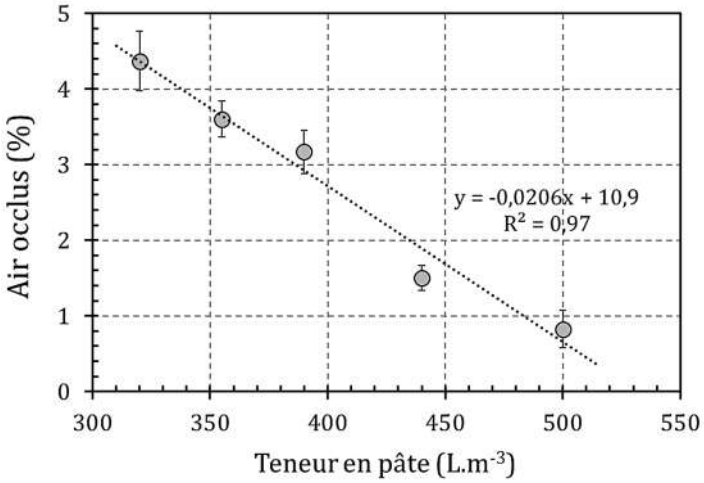


Figure 3-10 : Teneur en air des BFL en fonction de la teneur en pâte

Sur la Figure 3-10 sont données les teneurs en air des BFL avec 0,3 % de fibres de 12 mm, en fonction de leur teneur en pâte. Une corrélation linéaire peut être observée entre ces deux grandeurs. En effet, la teneur en air des bétons diminue lorsque la teneur en pâte augmente : jusqu'en deçà de 1 % pour BFL-500. La meilleure ouvrabilité observée dans le cas des bétons à forte teneur en pâte permettrait d'améliorer la vibration du béton, et donc faciliterait la remontée des bulles d'air piégées dans le mélange.

3.4 PROPRIETES DES BETONS A L'ETAT DURCI

3.4.1 Résistances en compression et flexion

3.4.1.1 Influence de la longueur et du taux de fibres de lin

Les valeurs de résistances mécaniques moyennes en compression et en flexion des bétons étudiés après 28 jours de cure sont représentées respectivement dans la Figure 3-11 et la Figure 3-12. Tout d'abord, on note que le béton témoin (BT) a une résistance moyenne de 46,39 ± 0,67 MPa en compression et de 5,01 ± 0,16 MPa en flexion. Ce béton présente donc un ratio résistance en flexion sur résistance en compression (R_f/R_c) égal à 10,8 %. La résistance en flexion (ou en traction indirecte) pour le béton ordinaire est généralement comprise entre 10 et 12 % de la résistance en compression (Neville, 2000). Dans la grande majorité des cas, l'incorporation de fibres de lin dans le béton entraîne une réduction de la résistance en compression (Figure 3-11). Une tendance semble émerger avec la variation du taux de fibres. En effet, il apparaît qu'une augmentation du taux de fibres de lin résulte en une réduction de la résistance en compression. Pour un taux de fibres de 0,1 % en volume, la diminution de la résistance en compression par

rapport au BT n'est pas significative et reste toujours inférieure à 4 % dans le pire des cas (BFL avec fibres de 36 mm). Cependant, pour des taux de fibres plus élevés, en particulier avec 0,3 %, cette réduction de la résistance en compression devient plus significative : jusqu'à 17 % dans le cas du BFL avec 0,3 % de fibres de 12 mm. On peut par ailleurs noter que les fibres les plus courtes engendrent les plus faibles résistances en compression. Ces diminutions de résistance en compression dans le cas des bétons biofibrés ont également été soulignées par d'autres auteurs (Chafei, 2014; Kriker *et al.*, 2005; Li *et al.*, 2006). Ceci peut être attribué à l'augmentation de la teneur en air des bétons, qui par conséquent réduit leur compacité, et donc les résistances en compression. On peut d'ailleurs noter que les plus faibles résistances en compression ont été obtenues avec les bétons contenant de fortes quantités d'air occlus, et donc une teneur en fibres élevée.

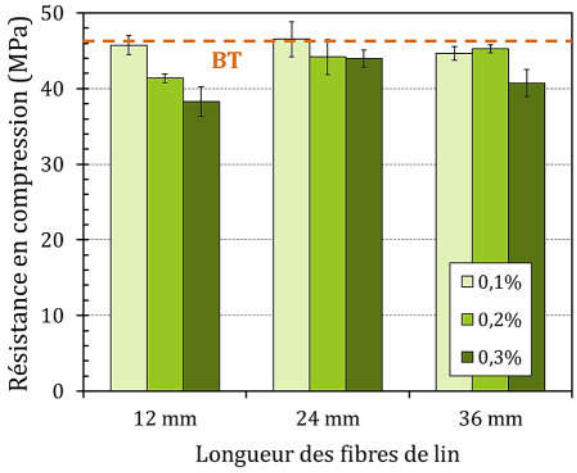


Figure 3-11 : Résistance moyenne en compression des bétons à 28 jours

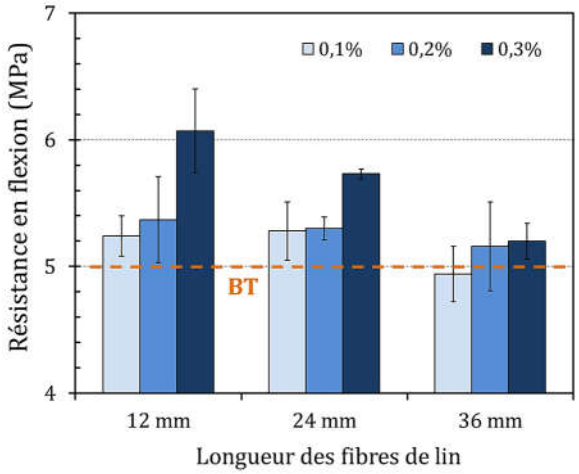


Figure 3-12 : Résistance moyenne en flexion des bétons à 28 jours

L'incorporation de fibres de lin dans les formulations a légèrement modifié la composition de ces bétons si l'on tient compte de l'air occlus. Plusieurs recherches antérieures se sont intéressées à la relation entre la composition et la résistance en compression du béton. L'une d'entre elles a été menée par Féret, qui propose l'Eq. 24 pour estimer la résistance en compression du béton en fonction de la composition volumique de la pâte cimentaire (Neville, 2000).

$$R_c = K * f_{mc} * \frac{V_c}{V_c + V_e + V_a} \qquad \textit{Eq. 24}$$

où : R_c est la résistance en compression du béton à l'échéance considérée; K est un coefficient dont la valeur dépend principalement des granulats utilisés ; f_{mc} est la contrainte normale du ciment à l'échéance considérée ; V_c, V_e et V_a sont respectivement les volumes de ciment, d'eau et d'air par rapport au volume total de béton.

Ainsi, la Figure 3-13 présente la résistance en compression à 28 jours des bétons en fonction du terme $V_c/(V_c+V_e+V_a)$ de la relation de Féret (Eq. 24), basée sur la composition réelle des bétons en prenant en compte la teneur en air. On peut noter que la relation de Féret décrit correctement les mesures expérimentales. Cela indique que les fibres de lin n'ont pas une influence directe sur la

résistance en compression puisqu'elles ne sont pas prises en compte dans la loi de Féret. Toutefois, indirectement, les fibres de lin vont contribuer à augmenter la teneur en air des bétons, ce qui aura pour conséquence d'entraîner une diminution de la résistance en compression.

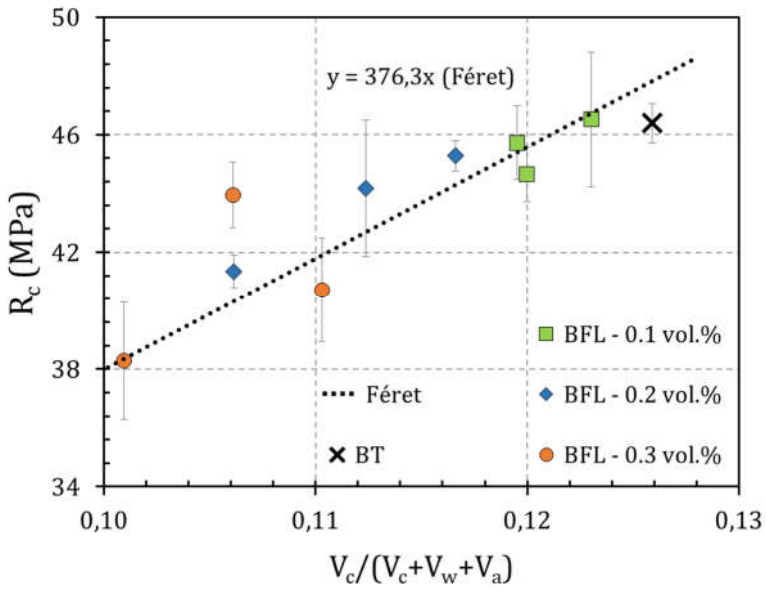


Figure 3-13 : Résistance en compression des bétons en fonction de la composition du béton selon la relation de Féret

D'autre part, comme attendu, la résistance en flexion du béton est influencée par la présence des fibres de lin (Chafei *et al.*, 2014; Silva *et al.*, 2010; Tonoli *et al.*, 2009). On note que pour chaque longueur de fibres, plus le taux de fibres augmente, plus la résistance en flexion est élevée (Figure 3-12). Dans la grande majorité des cas, la résistance en flexion des BFL est toujours plus élevée que celle du béton témoin (BT). Il apparaît également que pour un même taux de fibres, une diminution de la longueur des fibres entraîne une augmentation de la résistance en flexion. Ainsi, la plus grande résistance en flexion a été obtenue avec le BFL contenant 0,3 % de fibres de 12 mm, avec une résistance de 6,07 ± 0,33 MPa, soit une augmentation de 21 % par rapport au béton témoin. Avec les fibres rigides, comme des fibres d'acier, l'augmentation de la longueur de fibres permet généralement d'augmenter la contrainte maximale de flexion, du fait de la plus grande longueur d'ancrage (Francesco *et al.*, 2013). Dans cette étude, l'observation inverse peut être faite. Cela pourrait être dû à une répartition inhomogène des fibres durant le coulage des éprouvettes du fait de leur plus grande longueur. En effet, les fibres de 36 mm ayant un élancement plus grand que les fibres de 12 mm, le phénomène d'agglomération des fibres est davantage présent, ce qui peut engendrer des zones avec des boulettes de fibres non-enrobées dans la matrice cimentaire, et donc avec une faible adhérence. Par ailleurs, les valeurs du ratio R_f/R_c des différents bétons sont données dans la Figure 3-14. On peut noter que les fibres de 12 mm semblent être celles qui améliorent le plus ce ratio. Par ailleurs, l'augmentation du taux de fibres permet également de l'améliorer. Avec le BFL incorporant 0,3 % de fibres de 12 mm, le ratio R_f/R_c obtenu est supérieur de 47 % par rapport au béton témoin.

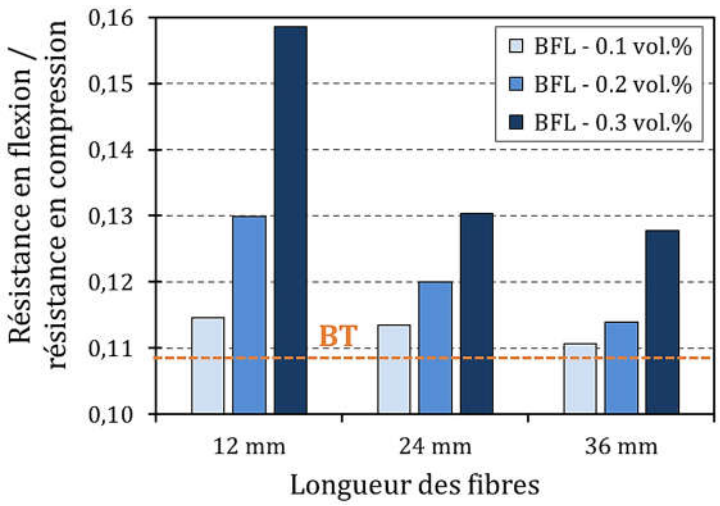


Figure 3-14 : Ratio résistance en flexion / résistance en compression des bétons en fonction de la longueur et du taux de fibres de lin

3.4.1.2 Influence de la teneur en pâte

La Figure 3-15 présente les résultats des résistances en compression et flexion des BFL en fonction de leur teneur en pâte. Pour les BFL avec des volumes de pâtes de 320, 350 et 390 L.m^{-3}, les résistances en compression sont relativement proches. La contrainte de compression reste globalement constante tandis que la résistance en flexion décroît légèrement : -2 % pour BFL-355 et -4 % pour BFL-390. Pour des quantités de pâte plus importantes, les caractéristiques mécaniques évoluent davantage. La résistance en compression augmente de 4 % pour BFL-440 et 11 % pour BFL-500, tandis que la résistance en flexion a respectivement diminué de 6 et 14 %. La diminution de la teneur en air (Figure 3-10) peut expliquer l'amélioration de la résistance en flexion. La diminution de la résistance en flexion pourrait être due à l'augmentation de la quantité de ciment. En effet, les fibres végétales sont connues pour se dégrader au contact prolongé d'un environnement alcalin, comme la matrice cimentaire. Lorsque la teneur en pâte augmente, la quantité de ciment pour un même volume de béton augmente également, ce qui pourrait accélérer la dégradation des fibres de lin dans le béton, et par conséquent réduire leur caractéristiques mécaniques et donc leur efficacité à reprendre des efforts de traction (Pavasars *et al.*, 2003; Toledo Filho *et al.*, 2000).

Par ailleurs, il est là encore pertinent de s'intéresser au ratio résistance en flexion / résistance en compression (Figure 3-16). Nous pouvons noter une diminution progressive de ce ratio avec l'augmentation de la teneur en pâte du béton. Le ratio R_f/R_c, égal à 0,159 pour une teneur en pâte de 320 L.m^{-3}, diminue progressivement avec l'augmentation de la teneur en pâte, jusqu'à une valeur de 0,124 pour un volume de 500 L.m^{-3}. Ce ratio reste toutefois supérieur à celui du béton témoin (BT).

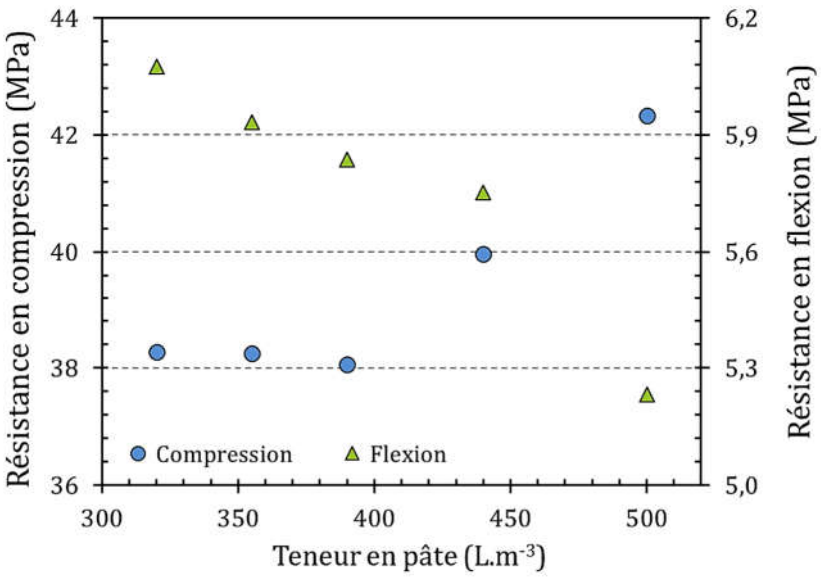


Figure 3-15 : Résistances en compression et flexion des BFL en fonction de la teneur en pâte

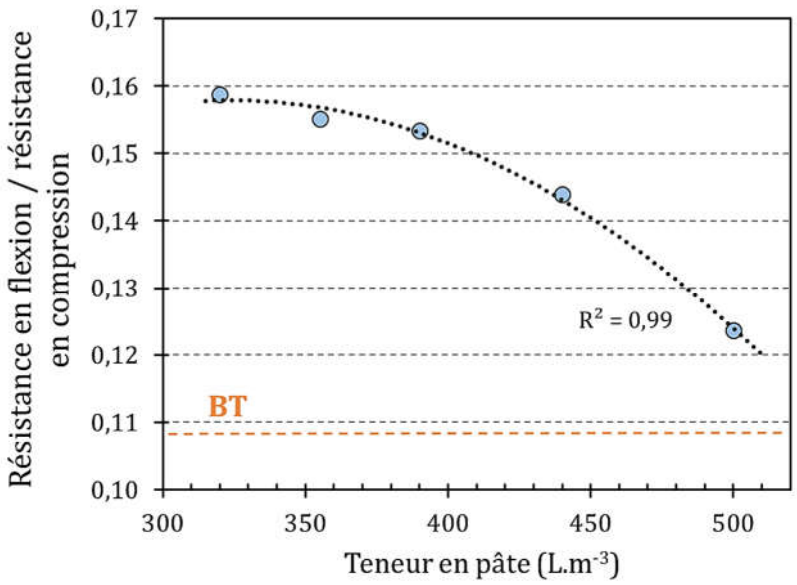


Figure 3-16 : Ratio résistance en flexion / résistance en compression des BFL en fonction de la teneur en pâte

3.4.2 Module d'élasticité

Le module d'élasticité sécant a été mesuré dans le cas des bétons incorporant des fibres de lin de longueur et taux variables (Figure 3-17). De manière générale, l'augmentation du taux de fibres entraîne une diminution du module d'Young des bétons, ce qui par conséquent augmente sa ductilité. Les BFL avec 0,3 % de fibres de 12 mm possèdent le plus faible module d'élasticité, égal à 26,42 ± 0,38 GPa, soit une diminution de 12 % par rapport au béton témoin (BT). De plus, on note que les plus faibles modules d'élasticité ont été obtenus pour les bétons incorporant 0,3 % de fibres et les plus élevés avec le béton témoin et les bétons à 0,3 % de fibres. Sur la Figure 3-17, on peut également noter que la valeur du module d'élasticité est fortement corrélée à la résistance en

compression (Neville, 2000). Les valeurs expérimentales obtenues ont été comparées aux valeurs théoriques calculées à partir des normes européenne (Eurocode 2 : EN 1992-1-1) (Eq. 25) et américaine (ACI-318) (Eq. 26) :

$$E_c = 22 * \left(\frac{R_c}{10}\right)^{0,3} \qquad \textit{Eq. 25}$$

$$E_c = 4,73 * (R_c)^{0,5} \qquad \textit{Eq. 26}$$

Avec : E_c est le module d'élasticité sécant (MPa) et R_c la résistance en compression (MPa).

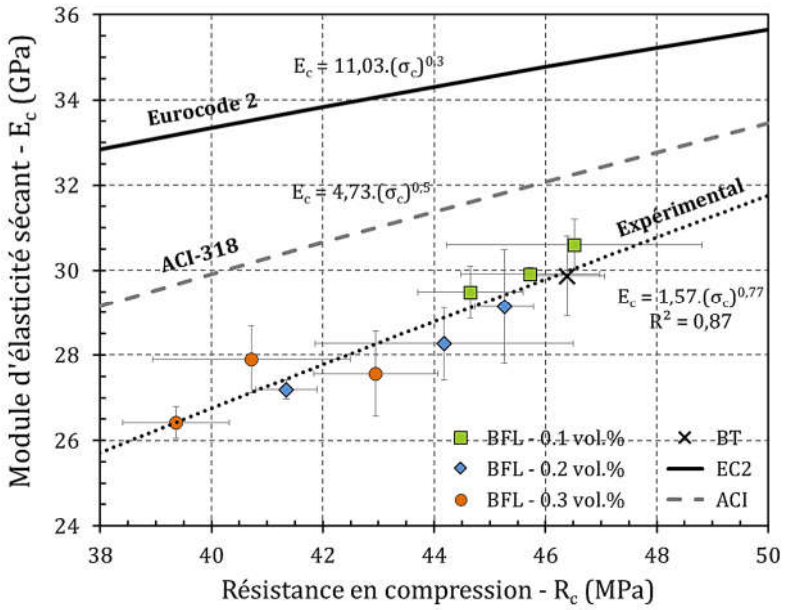


Figure 3-17 : Module d'Young des bétons en fonction de leur résistance en compression

Les valeurs de modules d'Young obtenues sont plus faibles que celles calculées à partir des formules proposées par les normes européenne et américaine. La valeur du module d'élasticité du béton témoin (BT) est également plus faible. Cependant, la courbe moyenne des valeurs expérimentales semble croître plus rapidement que les courbes de l'Eurocode 2 et de l'ACI-318. Ainsi, l'addition de fibres de lin semble augmenter la ductilité du béton de manière plus forte que ce que prévoit ces normes. En lieu et place des équations provenant des normes européennes et américaines, nous proposons la relation suivante, qui semble décrire le mieux nos valeurs expérimentales (Eq. 27) :

$$E_c = 1,57 * (R_c)^{0,77} \qquad \textit{Eq. 27}$$

Par ailleurs, le module d'élasticité du béton est fortement relié à la rigidité et à la proportion volumique des granulats (Neville, 2000). Lors de la formulation des BFL, un volume de granulat a été substitué par un volume équivalent de fibres de lin (volumes à l'état saturé). Le volume de granulat est donc plus faible dans les BFL que dans le BT, ce qui pourrait par conséquent expliquer cette diminution du module d'Young. Les équations proposées par l'Eurocode 2 et l'ACI ne semblent donc pas applicables directement pour les bétons biofibrés.

3.4.3 Porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente sèche

La porosité du béton est un paramètre structural très important qui influence les propriétés de transfert et les propriétés mécaniques, surtout si les pores sont de grande taille et interconnectés (Miloud, 2005). La porosité comprend celle de la pâte cimentaire des bétons compacts. La Figure 3-18 montre les valeurs expérimentales de porosité accessible à l'eau et de masse volumique apparente sèche des bétons étudiés, après 28 jours de cure. Les résultats montrent un accroissement de porosité important lors de l'incorporation de fibres de lin. Le béton témoin affiche la porosité la plus faible, égale à 14,3 ± 0,2 %. L'addition de 0,1 % en volume de fibres de lin porte la porosité de 0,5 à 0,8 %, soit une augmentation relative de 3,2 % à 5,0 %. Lorsque le taux de fibres augmente davantage, la porosité continue également d'augmenter. Avec 0,2 % en volume de fibres, la porosité est portée de 1,1 à 1,4 %, soit une augmentation relative de 7,1 % à 8,4 % ; et pour 0,3 % de fibres, la porosité passe de 1,5 à 1,9 %, soit une augmentation relative de 9,9 % à 12,7 % de plus que le béton témoin. D'autres auteurs ont également noté une augmentation de la porosité des composites cimentaires lors de l'utilisation de fibres végétales (Madsen *et al.*, 2009; Savastano *et al.*, 2005). Cette augmentation de porosité est attribuée à l'air occlus présent dans le composite et à une porosité accrue au niveau de la zone de transition interfaciale (ZTI) entre les fibres de lin et la matrice cimentaire (Agopyan *et al.*, 2005).

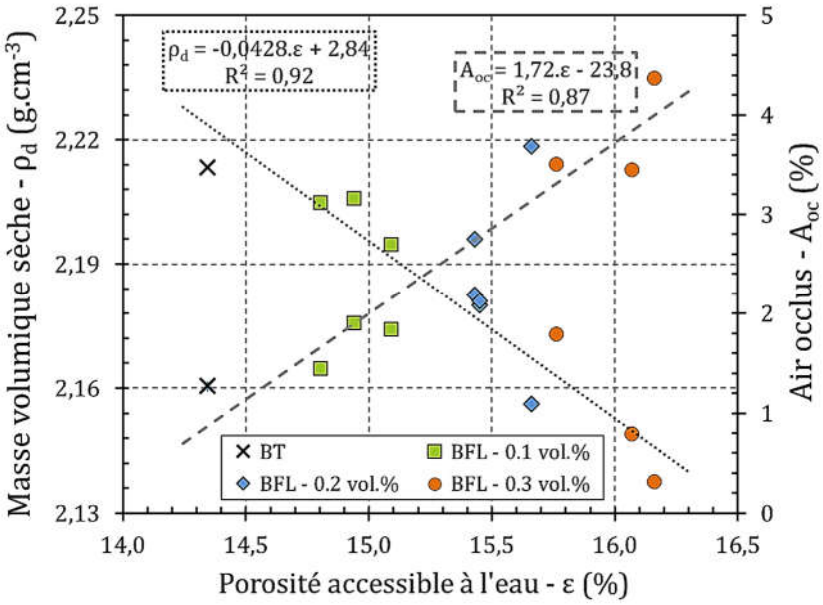


Figure 3-18 : Relations entre masse volumique apparente sèche, porosité accessible à l'eau et air occlus des bétons en fonction du taux de fibres

De plus, on note une relation linéaire entre la porosité du béton et la masse volumique apparente sèche. Comme attendu, une augmentation de la porosité conduit à une diminution de la masse volumique du béton. Il existe aussi une relation linéaire entre la porosité et la teneur en air mesurée à l'état frais des bétons. Cela suggère que l'accroissement de porosité des bétons constaté avec l'utilisation de fibres de lin est principalement dû à l'augmentation de la teneur en air des bétons frais. La Figure 3-19 montre une corrélation entre la résistance en compression à 28 jours

des bétons et la porosité accessible à l'eau. En effet, l'augmentation de porosité semble entraîner une réduction de la résistance en compression. Pour de faibles taux de fibres (0,1 et 0,2 % en volume), l'augmentation de porosité ne semble pas induire une forte réduction des résistances mécaniques. Toutefois, pour les BFL contenant 0,3 % de fibres, pour lesquels la porosité est la plus importante, la diminution de la résistance en compression est beaucoup plus marquée. Les fibres de lin sont donc à l'origine de la diminution des performances mécaniques en compression, du fait d'une plus grande porosité, elle-même due à une diminution de la compacité granulaire (Figure 3-1).

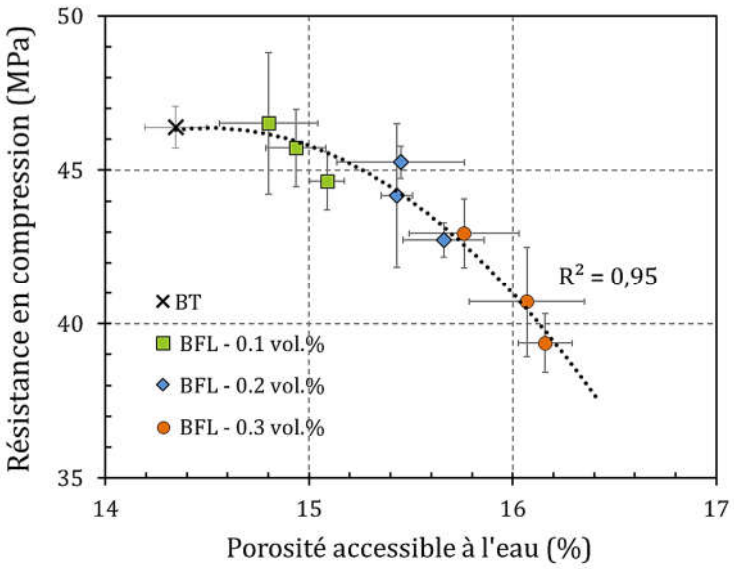


Figure 3-19 : Résistance en compression des bétons en fonction de leur porosité

La porosité des BFL avec une teneur en pâte variable a également été mesurée. Les résultats expérimentaux sont présentés dans la Figure 3-20. Le BFL-320 correspond au BFL contenant 0,3 % de fibres de 12 mm vu ci-dessus ; sa porosité est donc très élevée : égale à 16,2 ± 0,1 %. Il apparaît que la porosité accessible à l'eau et la teneur en pâte sont étroitement liées. En effet, la porosité des bétons continue d'augmenter avec l'augmentation de la teneur en pâte : la porosité pouvant atteindre jusqu'à 17,7 ± 0,2 % pour BFL-500, soit une augmentation relative de 9,3 % par rapport à BFL-320. De manière logique, le constat inverse peut être fait avec la masse volumique apparente sèche : cette dernière diminue lorsque la teneur en pâte augmente. Le taux de fibres étant constant, l'augmentation de porosité ne peut donc pas dépendre de ce paramètre. Cependant, elle peut être reliée à la porosité de la pâte cimentaire elle-même. En effet, les pores capillaires et les pores du gel de ciment, tous deux présents dans la matrice cimentaire, peuvent expliquer cet accroissement de porosité des bétons. Le gel de ciment possède lui-même une porosité caractéristique de 28 % (Powers, 1958). Ainsi, lorsque la teneur en pâte augmente, la quantité de gel de ciment est également augmentée, ce qui par conséquent peut induire une augmentation de la porosité du béton.

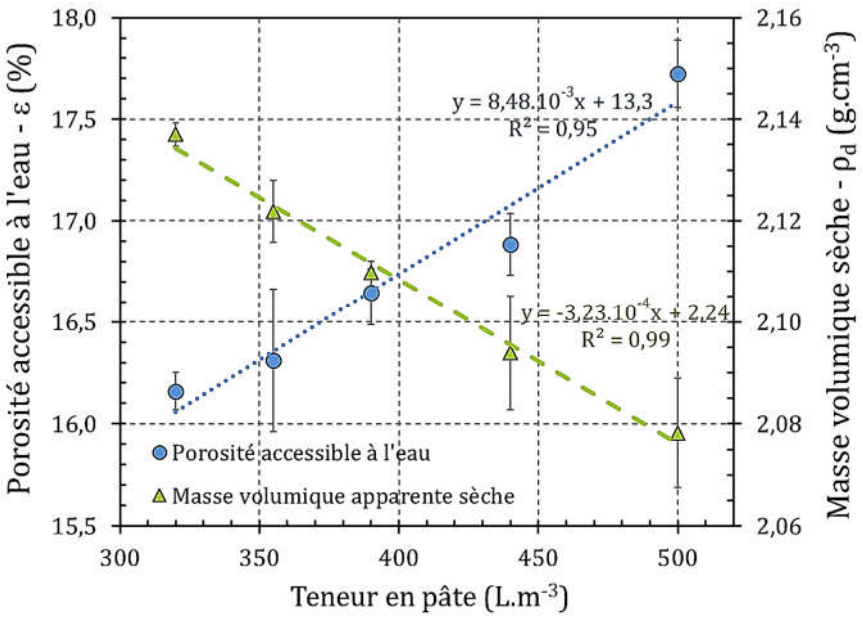


Figure 3-20 : Porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente sèche des BFL en fonction de la teneur en pâte

3.5 CONCLUSION

L'incorporation de fibres de lin dans le béton a pour effet de réduire considérablement la maniabilité du matériau à l'état frais. La forte capacité d'absorption et la très grande surface spécifique des fibres de lin sont à l'origine de ces perturbations rhéologiques. L'utilisation de fibres plus courtes, 12 mm dans le cas présent, semble diminuer l'influence néfaste des fibres sur l'ouvrabilité du béton. Par ailleurs, une teneur en pâte plus élevée dans les formulations permet de compenser cette perte d'ouvrabilité.

La teneur en air des bétons à l'état frais augmente lors de l'addition de fibres de lin dans les mélanges. Pour les BFL, les fibres peuvent agir comme des obstacles à la remontée des bulles d'air, entrainées vers la surface du béton lors du malaxage, rendant ainsi le processus de vibration moins efficace. Cependant, là encore, une teneur en pâte plus élevée permet de diminuer l'impact des fibres de lin sur la quantité d'air occlus.

Avec l'augmentation de la teneur en fibres, la résistance en flexion (R_f) augmente, accompagnée d'une diminution de la résistance en compression (R_c). Ainsi, le ratio R_f/R_c augmente avec le taux d'incorporation des fibres de lin. Par ailleurs, ce même ratio est plus élevé pour les fibres plus courtes. En effet, les fibres de lin de longueur 12 mm engendrent les plus grandes résistances en flexion et les plus faibles résistances en compression. Les fibres plus longues, comme celles de 36 mm, ont un élancement encore plus élevé, ce qui leur donne une très grande flexibilité. Cela limite la bonne orientation des fibres pour les efforts de traction et favorise la formation de boulettes.

La porosité des bétons biofibrés augmente également avec l'augmentation du taux de fibres de lin. La compacité granulaire est significativement réduite lors de l'utilisation de ces fibres. Cette

compacité réduite génère par la suite une plus grande porosité dans le matériau à l'état durci. Cette porosité plus élevée semble être la cause de la diminution des résistances en compression.

L'augmentation de la teneur en pâte permet d'améliorer de manière significative l'ouvrabilité des bétons biofibrés. Cependant, cela réduit également la résistance en flexion des composites. Une porosité plus élevée est d'ailleurs observée pour les BFL à forte teneur en pâte, du fait de la porosité intrinsèque de la matrice cimentaire.

CHAPITRE 4

Traitement des fibres de lin : influence sur les propriétés des mortiers biofibrés

4.1 INTRODUCTION

Comme l'indiquent la bibliographie et les résultats du chapitre précédent, les fibres végétales ont un impact significatif sur les propriétés à l'état frais des composites cimentaires, mais également à l'état durci. A l'état frais, la rhéologie des composites est fortement affectée par une diminution considérable de la maniabilité, et ce, même pour des faibles taux d'incorporation de fibres. Par ailleurs, de nombreux auteurs ont noté un état peu lié de l'interface fibre-matrice, voire l'absence de contact (espace libre) entre la fibre et la matrice cimentaire. Cet espace autour de la fibre est probablement généré par le retrait lors de la désorption qui suit l'absorption d'eau pendant le malaxage. Il apparaît donc nécessaire de diminuer la quantité d'eau absorbée par les fibres de lin. Un prétraitement de ces fibres pourrait limiter, voire supprimer la prise en eau. Ce chapitre s'intéresse donc à l'influence de différents traitements appliqués aux fibres de lin sur les propriétés rhéologiques, physiques et mécaniques de mortiers renforcés par ces fibres. Les effets de ces traitements sur les propriétés des fibres de lin seront d'abord étudiés. Ensuite, une caractérisation multiphysique des mortiers sera menée avant de procéder à l'étude de l'hydratation des composites.

4.2 INFLUENCE DES TRAITEMENTS SUR LES PROPRIETES DES FIBRES DE LIN

4.2.1 Description des traitements

4.2.1.1 Traitement de surface au plasma atmosphérique

Le premier traitement expérimenté est un traitement physique de surface au plasma atmosphérique. Ce traitement est peu invasif car la profondeur de pénétration dans le matériau n'est que de quelques micromètres au plus. . Il est utilisé dans différents domaines industriels pour modifier les propriétés de surfaces de nombreux matériaux tels que les textiles, les fibres végétales, les métaux, les polymères ou encore les composites. Une technique de modification de surface comparable à celle du plasma atmosphérique est le dépôt physique en couche mince.

Le mode opératoire de la pulvérisation plasma est le suivant : la source servant au revêtement, ici sous forme liquide, est soufflé dans la flamme plasma (le terme « plasma » désigne un gaz conducteur, partiellement ionisé) par le biais d'un gaz vecteur (Fauchais, 2000). Le composé de la source est alors fondu et projeté à très grande vitesse et avec une très grande énergie sur la surface à traiter. L'épaisseur déposée varie généralement de quelques nanomètres à quelques micromètres. La dissociation de la molécule de départ dans le plasma en de nombreux fragments hautement énergétiques, réagissant les uns avec les autres sur la surface de la pièce, finit par former une couche plus ou moins réticulée (Bergmann, 2014). L'adhérence du revêtement résulte essentiellement de deux processus d'adhésion : les liaisons physiques et les interactions électriques (forces de van der Waals).

Le traitement des fibres de lin a été fait au sein du laboratoire CREPIM, à Bruay-la-Buissière (62). Ce laboratoire procède par la technologie du Plasma Openair® et dispose du modèle AS400 Plasmatreater d'équipement de plasma atmosphérique à arc soufflé de chez PlasmaTreat (Figure 4-1).

Figure 4-1 : Plasmatreater AS400 (CREPIM)

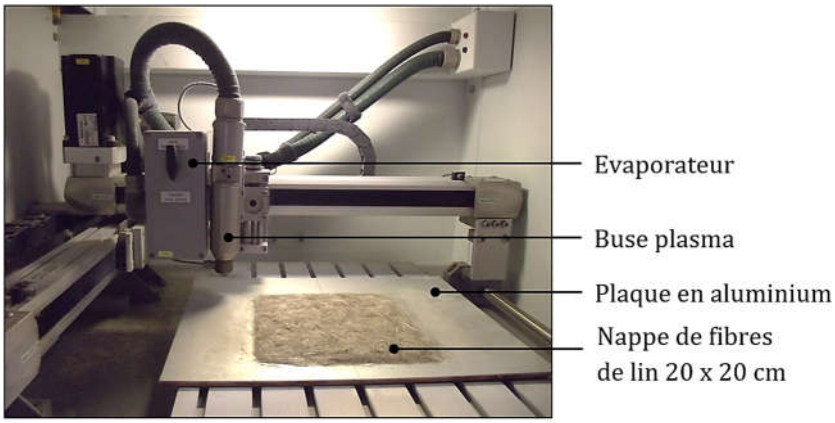


Figure 4-2 : Zone de traitement du Plasmatreater AS400

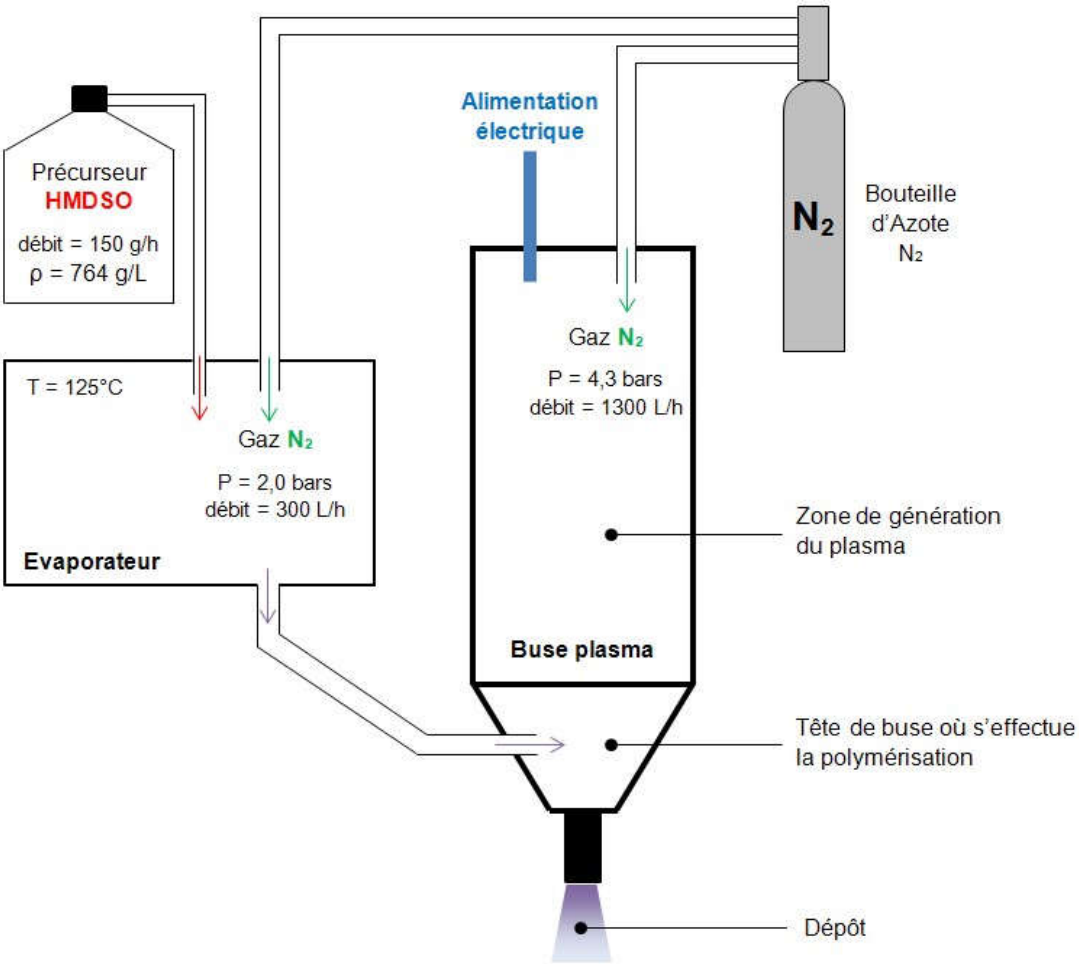


Figure 4-3 : Principe du dépôt de HDMSO par buse plasma sous atmosphère

Dans notre cas le plasma est de l'azote ionisé. Le précurseur utilisé pour le traitement est le HMDSO (Hexaméthyldisiloxane). La projection de ce mélange très énergétique à la surface des fibres induit de nombreuses réactions que nous n'avons pas cherché à expliciter dans ce travail (Figure 4-2 et Figure 4-3), l'objectif du dépôt de HMDSO étant de faire diminuer la tension de surface des fibres afin de réduire leur caractère hydrophile (Gaquere *et al.*, 2013). Les fibres ainsi obtenues sont référencées FPA pour Fibres traitées au Plasma Atmosphérique.

Paramètres utilisés pour le traitement :

- débit du précurseur = 150 g/h ;
- débit du gaz N2 plasma = 1300 L/h ;
- débit du gaz N2 évaporateur = 300 L/h ;
- température de l'évaporateur = 125°C ;
- vitesse de déplacement de la buse plasma = 100 m/min ;
- pas d'avancement de la buse = 2 mm ;
- distance buse – fibres de lin = 30 mm ;
- nombre de traitement par face = 5.

4.2.1.2 Traitement d'enrobage au coulis de ciment/laitier

Le deuxième traitement est un enrobage des fibres de lin par un coulis de liants hydrauliques. Il a pour objectif l'isolation chimique des fibres en minimisant les échanges avec la matrice et en réduisant le taux d'absorption d'eau. Les substances minérales ont été choisies pour leur caractère peu hydrophile et leur résistance dans un environnement alcalin, ce qui assure le maintien du traitement à la surface de la fibre. Ainsi, l'enrobage minéral est réalisé à base de ciment blanc Portland CEM I 52.5N et de laitiers de hauts fourneaux (LHF). Le liant hydraulique final utilisé pour le traitement est ainsi composé de 50 % en volume de LHF et de 50 % de ciment CEM I. Pour ce traitement, les fibres sont enrobées par un coulis de ce liant préparé avec un rapport massique eau/liant égal à 1 et un rapport fibres/liant égal à 2/3. Ces ratios correspondent à ceux utilisés dans une précédente étude (Chafei, 2014). Les fibres ainsi obtenues sont référencées FCL pour : Fibres traitées au Ciment/Laitier.

Les liants et l'eau sont d'abord malaxés ensemble pendant 2 minutes à 140 tours.min^{-1} dans un malaxeur à mortier normalisé (NF EN 196-1). Une fois le coulis homogène obtenu, les fibres sont ajoutées dans le malaxeur toujours pendant 2 minutes supplémentaires. Les fibres enrobées sont ensuite conservées dans une chambre à température et humidité contrôlées (20±1 °C, 65±5 %HR) pendant 28 jours avant la préparation des composites cimentaires.

4.2.1.3 Traitement d'enrobage à l'huile de lin

4.2.1.3.1 Description du traitement

L'huile de lin (HDL) est un liquide visqueux qui durcit par oxydation à l'air pour former une pellicule solide, on parle donc d'une huile siccative (Zovi, 2009). Cette forte siccativité explique son emploi courant comme revêtement de surface pour imperméabiliser le bois. L'huile de lin est

composée de trois acides gras à longues chaînes aliphatiques insaturées (acide oléique, acide linoléique et acide linolénique) et saturées (acide stéarique et acide palmitique). Du fait des propriétés siccatives de l'huile de lin, il faut faire très attention car son oxydation exothermique peut, à forte température, entraîner une combustion spontanée. Ceci est un phénomène complexe par lequel un matériau combustible peut prendre feu sous l'effet de sa propre chaleur de réaction, sans que la chaleur externe ou une autre source d'inflammation soit en cause (Abraham, 1996). L'oxydation d'une liaison double entraîne celle des liaisons voisines et ainsi de suite ; les doubles liaisons contenant plus d'énergie, les montées en température peuvent être plus importantes après oxydation. Ce sont les acides linoléique et linolénique qui vont déterminer la capacité de montée en température de l'huile : la proportion entre ces deux acides peut varier d'un échantillon à l'autre et cela influe sur la qualité et donc le prix de cette huile (Monreal, 2007). De même, l'oxydation est plus rapide à température élevée. C'est pour cela qu'il est recommandé de ne pas utiliser cette huile à une température supérieure à 60 °C.

L'huile de lin utilisée dans ce travail a été fournie par les laboratoires Natura®. Il s'agit d'une huile de lin cuite permettant une oxydation accélérée. Il s'agit d'une huile extraite de lin cultivé, récolté et produit en Normandie. Elle a été obtenue par pression à froid sans solvant, filtrée à 1µm, puis cuite à 150°C sans ajout d'agent siccatif. Cette huile de lin possède une densité de 0,93.

Pour la réalisation du traitement, les fibres préalablement séchées à 50±0,1 °C sont introduites dans un malaxeur planétaire. Le malaxeur est ensuite mis en route à une vitesse de 30 trs.min^{-1} et après 30 secondes l'huile de lin est introduite pendant une durée de 2 minutes 30 secondes. Pour l'étude nous, le rapport massique huile/fibres a été varié de 0,25 à 2. Le malaxage est maintenu pendant 2 minutes 30 secondes supplémentaires afin d'assurer un recouvrement homogène des fibres. Les fibres ainsi traitées sont placées dans une étuve ventilée à 50±0,1 °C pendant 2 semaines.

4.2.1.3.2 Optimisation du ratio HDL/fibres

Les précédentes études ayant utilisé l'huile de lin pour le traitement de particules végétales avaient procédé avec des ratios huile/particule variables. Par exemple, Monreal avait choisic des ratios de 0,33, 0,5 et 1 (Monreal *et al.*, 2011). Nozahic avait adopté un ratio huile/tournesol égal à 0,5 (Nozahic et Amziane, 2012) tandis que Khazma avait retenu des ratios huile/anas de 1, 2 et 3 (Khazma, 2008). Pour finir, Sellami et al. ont pris un ratio huile/fibres de 0,78. Une large gamme de ratios a donc été exploitée, selon le type de particules végétales étudié. Ainsi donc, la bibliographie ne permet pas de choisir un ratio adéquat pour notre traitement. C'est la raison pour laquelle, aux fins d'optimiser la quantité massique d'huile de lin par rapport aux fibres, 5 ratios HDL/fibres ont été explorés dans ce travail : 0,25 – 0,5 – 1 – 1,5 et 2.

Après le traitement des fibres, celles-ci sont placées dans une étuve portée à 50±1 °C pendant plusieurs jours. Une partie des fibres traitées a été placée dans des coupelles métalliques afin de pouvoir suivre l'évolution de la masse des échantillons au cours du temps. Dans la Figure 4-4 les gains massiques des fibres de lin rapportés à la masse initiale d'huile sont présentés en fonction du temps écoulé après traitement, pour chaque ratio HDL/fibres. On constate ainsi pour tous les

échantillons une augmentation de la masse d'huile de lin comprise entre 8 et 12 % environ. Plus le ratio HDL/fibres est faible, plus l'augmentation massique de l'huile est élevée et rapide. Cette augmentation de masse est le résultat de réaction d'oxydation de l'huile de lin. La polymérisation de l'huile de lin cuite semble donc s'effectuer entre 2 et 3 jours après application du traitement et mise en étuve. Cela est en accord avec les résultats de Lazko et al. qui ont observé une augmentation de masse de l'huile de lin comprise entre 10 et 15 %. Toutefois, dans cette étude, la polymérisation s'effectue après environ 15 jours d'étuvage, du fait de l'utilisation d'une huile de lin crue (Lazko *et al.*, 2011).

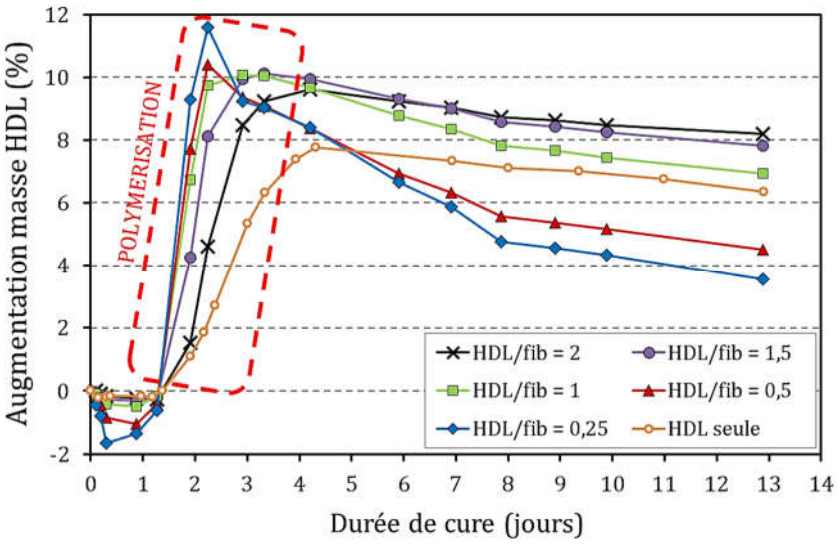


Figure 4-4 : Suivi massique des fibres traitées à l'huile de lin pendant la cure à 50°C

Le traitement d'enrobage à l'huile de lin des fibres a pour effet de diminuer la densité de l'entité fibre + enrobage HDL (Figure 4-5). La masse volumique spécifique des fibres de lin brutes est égale à 1,521 ± 0,001 g.cm^{-3}. Suite au traitement, la densité de l'ensemble fibre + enrobage HDL est égale à 1,205 ± 0,008 g.cm^{-3} pour un ratio de 2. Cela s'explique par la faible masse volumique de l'huile de lin, égale à 0,93 g.cm^{-3}. Ainsi, le rapport HDL/fibres augmentant, la proportion d'huile est plus importante, ce qui entraîne une diminution de la densité des fibres traitées. A noter que la densité absolue de ces fibres a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à hélium, sur 6 échantillons différents pour chaque valeur HDL. On notera par ailleurs les très faibles écart-types, indiqués par les barres d'erreur sur la Figure 4-5. Ceci indique une bonne homogénéité de l'application de l'enrobage polymérique.

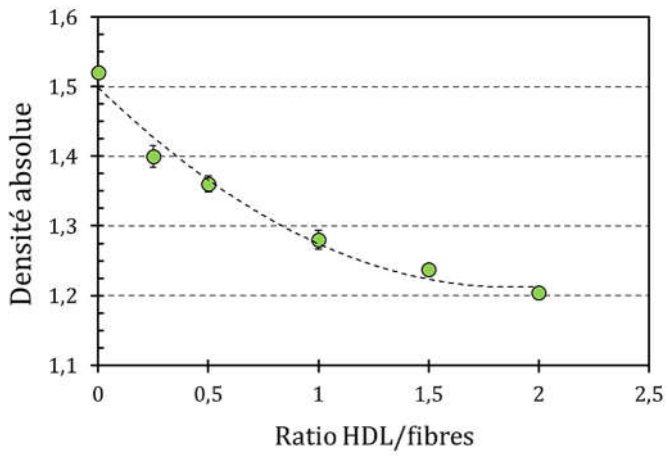


Figure 4-5 : Densité absolue des fibres de lin traitées à l'huile de lin

Rappelons que l'objectif du traitement à l'huile de lin est d'abord de diminuer l'absorption d'eau des fibres. C'est donc principalement sur ce critère que devra être optimisé le ratio HDL/fibres. Ainsi, des mesures d'absorption d'eau ont été menées sur ces fibres traitées, après 5 et 60 minutes d'immersion (Figure 4-6). Les résultats de ces essais d'absorption d'eau sont présentés en termes de rapports massiques, par rapport à la masse de fibres traitées. Ce type de représentation a été choisi pour mettre en relief les résultats d'absorption par rapport à l'huile de lin présente dans les fibres traitées. En effet, cette huile de lin n'absorbe pas d'eau. Il est donc normal que l'absorption des fibres de lin traitées soit inférieure à celle des fibres brutes. Il est alors nécessaire de calculer la masse d'eau absorbée par rapport à la masse de fibres brutes ($masse_{eau,abs}$ / $masse_{fibres,brut}$), sans la masse d'huile de lin. Cette courbe (en marron sur le graphique) permet de déterminer ratio optimal permettant de diminuer le plus l'absorption des fibres brutes, tout en utilisant le moins d'huile de lin possible. Il ressort que les fibres brutes absorbent le plus d'eau liquide : 90,3±9,6 % après 5 minutes d'immersion et 114,5±3,8 % après 60 minutes. On note également que plus le ratio HDL/fibres augmente, plus la quantité d'eau absorbée est faible.

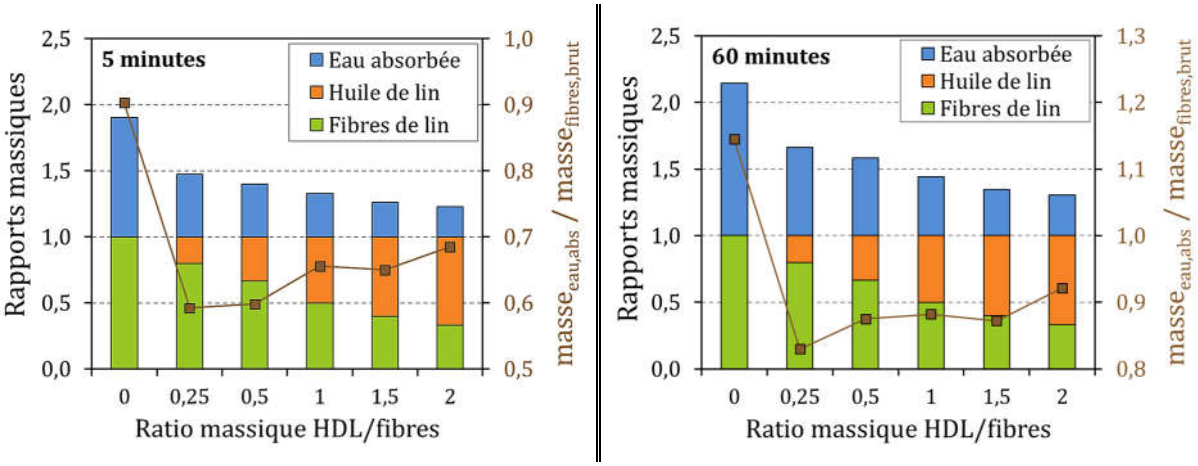


Figure 4-6 : Quantité d'eau absorbée par rapport aux fibres traitées en fonction du ratio HDL/fibres, après 5 minutes (à gauche) et 60 minutes (à droite) d'immersion

Toutefois, il est important de comparer cette eau absorbée à la quantité de fibres brutes réellement présente dans l'échantillon pour savoir quel est réellement le traitement le plus efficace.

Les résultats en marron sur l'axe des ordonnées à droite (Figure 4-6) présentent donc la masse d'eau absorbée par rapport à la masse de fibres brutes. Le ratio HDL/fibres de 0,25 s'avère être le plus efficace pour diminuer l'absorption d'eau, avec des ratios $masse_{eau,abs}/masse_{fibres,brut}$ de 0,59 après 5 minutes d'immersion et 0,83 après 60 minutes. La Figure 4-7 présente les courbes d'absorption d'eau massique des fibres de lin (traitées ou non) en fonction du temps : à gauche sont donnés les résultats bruts (a) et à droite les résultats corrigés avec la prise en compte de la masse du traitement sur les fibres (b). Ainsi, sans correction, le ratio HDL/fibres de 2 pourrait sembler le plus efficace pour diminuer l'absorption d'eau car c'est avec ces fibres que la quantité d'eau absorbée est la plus faible. Toutefois, pour ce ratio, une grande partie de la masse des fibres correspond à de l'huile de lin polymérisée. Cela ne représente donc pas l'absorption de la fibre de lin. Après correction (Figure 4-7b), on s'aperçoit que le ratio HDL/fibres n'a finalement pas une grande influence sur l'absorption d'eau. Même avec une faible quantité d'huile, l'absorption est drastiquement diminuée. Après correction, pour le ratio HDL/fibres de 0,25, l'absorption d'eau est réduite d'environ 30 % par rapport aux fibres brutes. Sans effectuer la correction sur l'huile de lin, l'absorption était diminuée 'en apparence' d'environ 45 %.

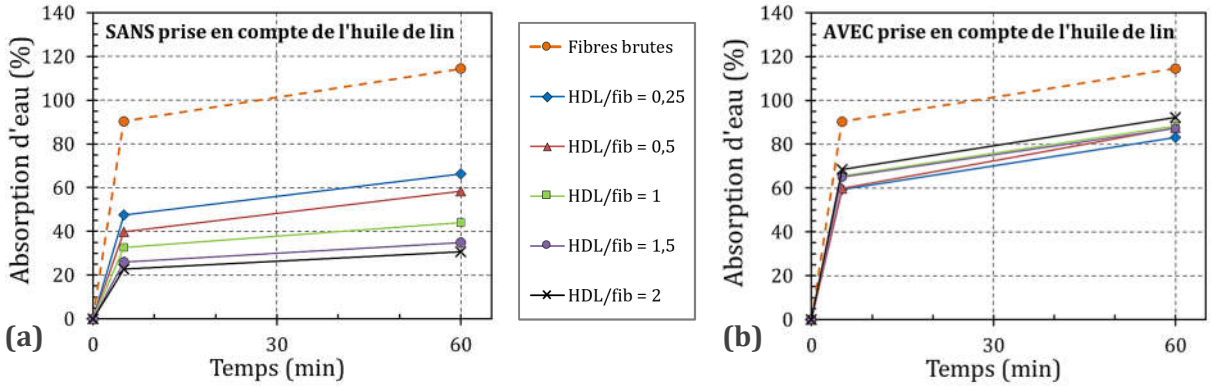


Figure 4-7 : Absorption d'eau massique en fonction du temps pour des fibres de lin brutes ou traitées, en prenant en compte (a) ou pas (b) la correction par la masse d'huile de lin déposée

Ainsi, le ratio HDL/fibres optimal a été déterminé pour le traitement à l'huile de lin des fibres, à savoir le ratio HDL/fibres de 0,25. C'est le plus efficace pour diminuer l'absorption d'eau des fibres de lin et également le plus économique puisqu'il nécessite une quantité d'huile moindre pour le traitement. Par la suite, les fibres seront donc traitées à l'huile de lin avec ce ratio.

Par la suite, les désignations des différentes fibres seront abrégées comme suit :

- FB Fibres Brutes
- FP Fibres traitées au Plasma atmosphérique
- FC Fibres traitées au coulis de Ciment-laitier
- FH Fibres traitées à l'Huile de lin

4.2.2 Microstructure des fibres traitées

4.2.2.1 Observations microscopiques

Dans le but d'évaluer l'effet des traitements sur la morphologie des fibres et leur homogénéité, des images des fibres brutes et traitées ont été prises à l'aide d'un microscope vidéo numérique.

La Figure 4-8 (à gauche) montre plusieurs fibres brutes unitaires regroupées naturellement en faisceaux. On peut observer la morphologie variable de la fibre de lin, à la fois en termes de taille et de forme. Sur la droite de cette figure est montré un faisceau de fibres de lin traitées au plasma atmosphérique. On peut y observer un léger dépôt. D'autres auteurs ont effectivement confirmés par microanalyse EDX la présence de dépôt minéral en distinguant des atomes de Si de la matière cellulosique (Gaquere *et al.*, 2013).

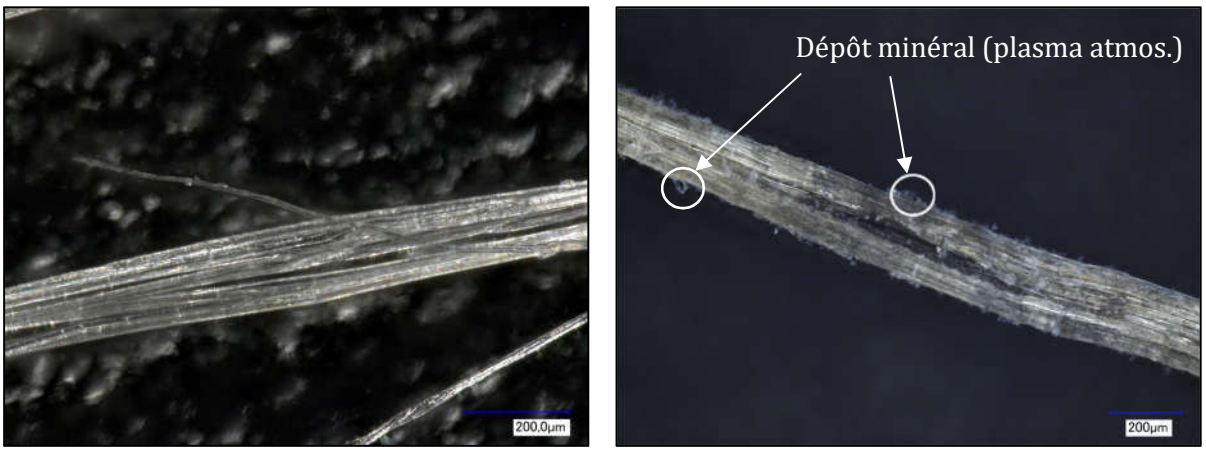


Figure 4-8 : Observations microscopiques de fibres de lin brutes (à gauche) et traitées au plasma atmosphérique (à droite)

La Figure 4-9 présente des fibres de lin traitées au ciment/laitier. Le coulis de ciment/laitier enrobe les fibres et semble bien adhérer à leur surface. L'état de surface des fibres est donc modifié et la rugosité de ses fibres semble plus importante. Le traitement a toutefois tendance à regrouper les fibres en faisceaux, ce qui limite donc leur séparation en fibres unitaires.

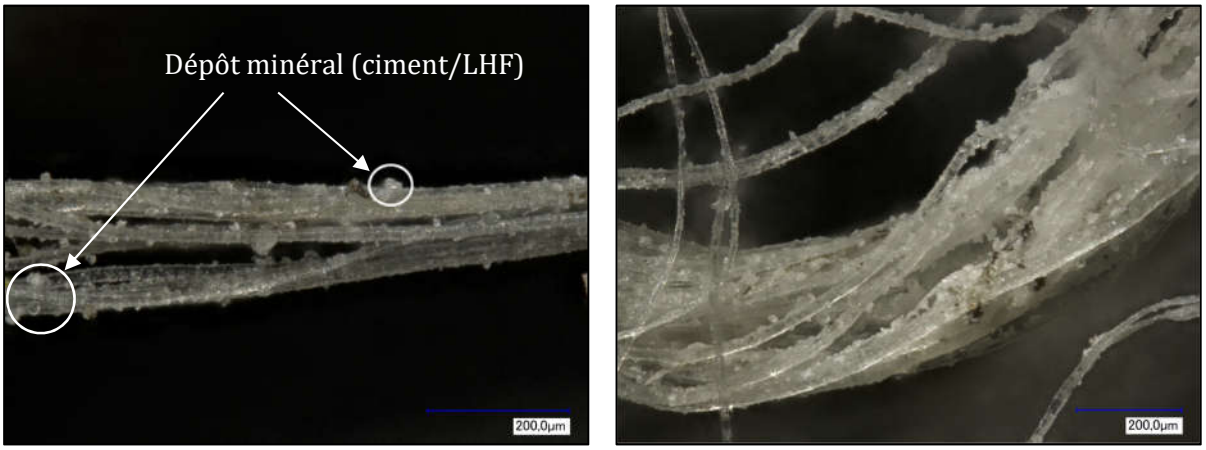


Figure 4-9 : Observations microscopiques de fibres de lin traitées au ciment/laitier

Des images de fibres de lin traitées à l'huile de lin sont présentées dans la Figure 4-10. Le polymère formé par l'huile de lin oxydée est perceptible sur l'image de gauche. On remarque que ce traitement donne un aspect brillant et semble enrober les faisceaux de fibres. Cela va donc engendrer une diminution de la surface spécifique des fibres et limiter leur séparation en fibres unitaires. Par ailleurs, sur l'image de droite, on perçoit que ce traitement n'est pas parfaitement homogène : certaines zones semblent ne pas être enrobées par de l'huile de lin, à moins que ceci soit un artefact dû à l'exposition.

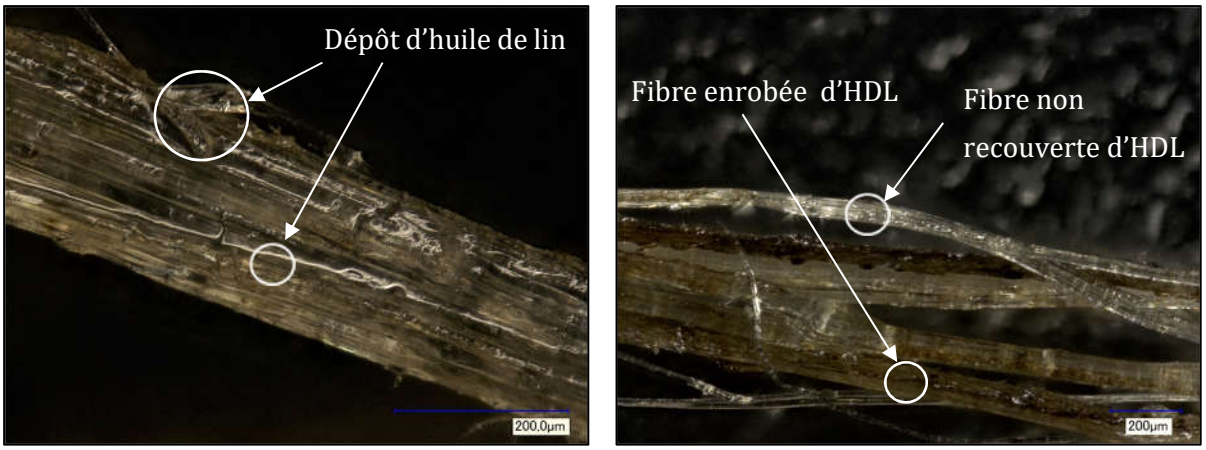


Figure 4-10 : Observations microscopiques de fibres de lin traitées à l'huile de lin

4.2.2.2 Analyses thermogravimétriques

Des analyses thermogravimétriques (ATG) ont permis de déterminer le comportement thermique des fibres de lin ayant subi les différents traitements décrits ci-dessus (Figure 4-11).

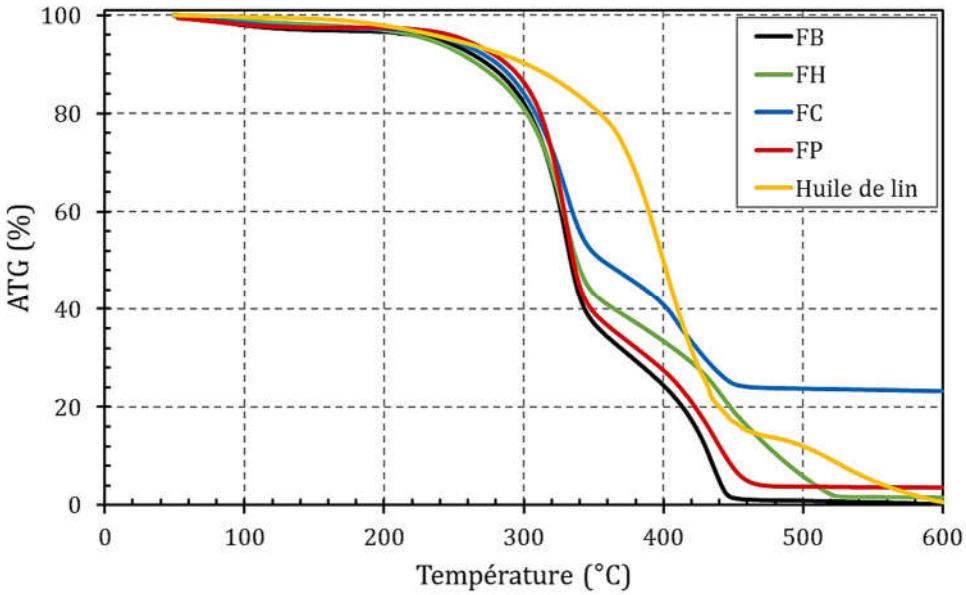


Figure 4-11 : ATG des fibres de lin après les différents traitements de surface

Le comportement thermique de la fibre de lin brute (FB) est similaire à celui d'autres fibres végétales, telles que le kénaf (Destaing, 2012; Nanonene, 2009). Dans la plage de température entre 20 et 200°C, la perte de masse est d'environ 7 % (principalement entre 20 et 120°C). Cette perte de

masse correspondrait surtout à la déshydratation de la fibre dont la teneur en eau est d'environ 6 à 10 % ainsi qu'à l'élimination de composés volatiles (Budrugeac *et al.*, 2003). Cette faible perte de masse est observable pour tous les types de fibres de lin, traitées ou non.

Concernant la fibre de lin brute (FB), on observe une deuxième plage de température entre 250°C et 475°C où la perte est plus marquée (de 90 % à 0 %). Le thermogramme présente deux points d'inflexion. Le premier (situé à environ 320 °C) correspondrait à la destruction d'une partie des constituants (la cellulose notamment) et à la dégradation oxydative des résidus carbonisés (Ouajai et Shanks, 2005). Les températures de dégradation des hémicelluloses, de la cellulose et de la lignine sont encore mal connues et diffèrent selon les auteurs, cependant la bibliographie les situe respectivement entre 250 et 320 °C, 360 et 400 °C et entre 400 et 470 °C (Ramiah, 1970; Strezov *et al.*, 2003).

Pour les fibres traitées au plasma atmosphérique (FP), un thermogramme similaire à celui des fibres brutes est obtenu. Cependant, on observe un résidu de matière minérale d'environ 3,5 % à 600 °C. Cela correspond au dépôt minéral de HMDSO par plasma atmosphérique. D'autres auteurs ont confirmé par microanalyse EDX la présence de dépôt minéral en distinguant des atomes de Si de la matière cellulosique (Gaquere *et al.*, 2013).

De même que pour les fibres FP, le thermogramme des fibres traitées au coulis de ciment/laitier (FC) est également d'une forme similaire à celui des fibres brutes. Toutefois, le résidu est beaucoup plus important pour ces fibres : près de 21 %. Ces matières minérales correspondent au coulis de ciment/laitier durci, et en particulier aux hydrates de ces liants. Ce thermogramme révèle donc bien la présence du traitement au coulis de ciment/laitier sur les fibres.

Pour finir, on peut noter que le thermogramme des fibres traitées à l'huile de lin (FH) a une allure proche de celle des fibres brutes jusqu'à 340 °C environ. Le thermogramme diffère ensuite du fait de la présence d'huile de lin. En effet, l'huile de lin se dégrade en grande partie entre 340 et 470 °C (Zovi, 2009). Par ailleurs, comme pour les fibres brutes, il n'y a quasiment aucun résidu à 600°C.

4.2.3 Densité absolue des fibres

La connaissance de la densité absolue des fibres brutes et traitées est nécessaire à la formulation des bétons afin de garder un volume de fibres constant quel que soit le traitement appliqué. Les résultats de mesure des densités des fibres de lin brutes et traitées sont récapitulés dans le Tableau 3-1.

Tableau 4-1 : Densité des fibres de lin brutes et traitées

	FB	**FP**	**FC**	**FH**
Densité mesurée	1,521 ± 0,002	1,535 ± 0,004	1,850 ± 0,018	1,397 ± 0,021
Densité théorique	-	-	1,880	1,402

Il apparaît tout d'abord que le traitement au plasma atmosphérique (FP) augmente légèrement la densité des fibres, d'environ 0,9 %. Cette augmentation provient du dépôt minéral sur les fibres par le précurseur HMDSO. Les fibres enrobées de ciment/laitier (FC) ont t une densité encore plus élevée : 1,850 ± 0,018, soit plus de 21 % par rapport à FB. On note par ailleurs que la densité obtenue est très proche de la valeur attendue, calculée à partir des proportions massiques et des masses volumiques des différents constituants des fibres traitées. Pour finir, le traitement à l'huile de lin des fibres (FH) entraîne une diminution de la densité. Ce résultat est logique puisque la masse volumique de l'huile de lin est égale à 0,93 $g.cm^{-3}$, donc plus faible que les fibres brutes. Là encore, la densité mesurée expérimentalement est très proche de la valeur attendue.

4.2.4 Propriétés hygroscopiques et cinétiques d'absorption d'eau

4.2.4.1 Isothermes de sorption/désorption des fibres de lin

Comme tous les matériaux lignocellulosiques, les fibres de lin ont un caractère fortement hygrophile, apporté par leurs liaisons hydroxyles libres. Ainsi, la teneur en eau de la fibre unitaire augmente avec l'hygrométrie ambiante. Cette absorption d'eau dépend de nombreux paramètres comme l'état de surface des fibres qui peut être une barrière à la diffusion de l'eau (Alix *et al.*, 2012), la composition chimique de la fibre qui peut être modifiée par l'état de rouissage (Akin, 2013; Pallesen, 1996), le processus de défibrage qui peut modifier la teneur en pectines et donc influencer l'humidité d'équilibre des fibres (Hänninen *et al.*, 2012).

Les comportements hygroscopiques en sorption et désorption des fibres de lin brutes et traitées ont donc été déterminés. Les teneurs en eau ont été mesurées après stabilisation à des humidités relatives comprises entre 5 et 90 % (limites du dispositif d'essai). Les isothermes de sorption/désorption à 20 °C sont représentées dans la Figure 4-12.

A noter tout d'abord que dans tous les cas, la courbe de désorption est au-dessus de celle de sorption, ce qui signifie que la fibre retient de l'humidité. Par ailleurs, les courbes de sorption présentent toutes la même allure. La teneur en eau est directement reliée à l'humidité relative selon une relation sigmoïdale (Alix *et al.*, 2012; Gouanvé *et al.*, 2007). Ce type d'isotherme de sorption est en concordance avec le modèle de Park (Park, 1986). Ce modèle est détaillé dans la référence (Bessadok *et al.*, 2009). Ce modèle part du principe que les courbes de sorption peuvent être séparés en trois zones distinctes (I, II et III) et que trois mécanismes permettent de les décrire (Figure 4-12). Ce modèle est par ailleurs souvent utilisé pour décrire les isothermes de sorption de milieux poreux et hydrophiles, comme les fibres végétales (Bessadok *et al.*, 2009). La première partie de la courbe (notée 'I') peut être reliée à l'équation de Langmuir (HR < 10 %). Cette partie n'est pas visible pour nos résultats expérimentaux car nous nous sommes limités à des niveaux d'humidité relative compris entre 5 et 90 %. Pour des niveaux plus importants, la teneur en eau augmente linéairement avec l'humidité relative (jusqu'à 60 %HR). Ce comportement peut être expliqué par la structure poreuse des fibres où l'eau peut diffuser librement. La troisième partie de la courbe (notée 'III') présente un accroissement important de la teneur en eau avec l'humidité relative. Celle-ci est caractérisée par une fonction de type puissance, qui représente un phénomène

d'accumulation des molécules d'eau. En effet, pour des niveaux d'humidité relative élevés, une teneur en eau trop importante engendre des liaisons entre les molécules d'eau pour former des amas (Célino *et al.*, 2014). De plus, selon d'autres études, à un niveau d'humidité élevé, lorsque la concentration en eau dépasse un certain seuil, il y a une relaxation des vides existants dans la structure cellulosique, ce qui entraîne un gonflement important du matériau, lui permettant d'absorber une plus grande quantité d'eau (Bessadok *et al.*, 2007).

Lors de la désorption des fibres, on peut noter trois phases distinctes : l'évaporation de l'eau à la surface de la fibre, la diffusion de l'eau vers la surface, et finalement la désorption de l'eau (Fuzek, 1985). Concernant l'isotherme de désorption des fibres de lin, on observe que les teneurs en eau pour une humidité relative donnée sont plus élevées en désorption qu'en sorption. Cette hystérèse indique donc un relargage de l'eau plus lent que l'absorption. Le phénomène d'hystérésis est attribué principalement d'une part à la morphologie de l'espace poral et d'autre part à l'angle de contact à l'interface liquide/solide (Oumeziane, 2013). Par ailleurs, plus cette ce phénomène d'hystérésis est prononcé, plus le matériau possède un caractère de 'tampon hydrique' important. On notera par ailleurs la décroissance importante de la teneur en eau pour les niveaux d'humidité relative élevés, au-delà de 60 % (zone 'III' sur la Figure 4-12). En effet, pour ces niveaux d'humidité relatives, l'eau est dite faiblement liée : elle se fixe et s'évacue facilement (Barbulée, 2015).

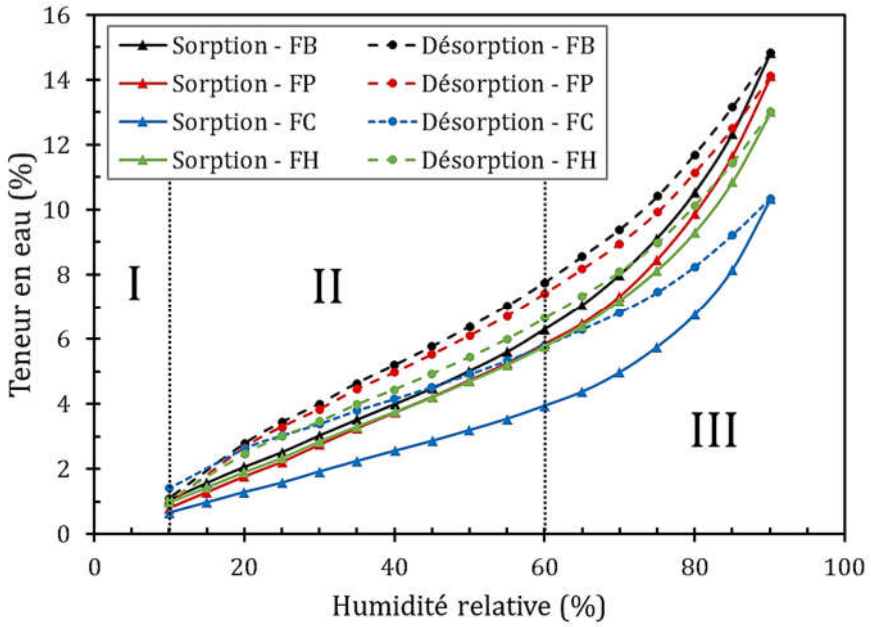


Figure 4-12 : Isothermes de sorption/désorption des fibres de lin selon le traitement de surface

Comme le montre la Figure 4-12, ce sont les fibres brutes (FB) qui possèdent les teneurs en eau les plus élevées, que ce soit en sorption ou en désorption. On note que les fibres traitées au plasma atmosphérique (FP) ont des isothermes légèrement inférieures à celles de FB. Toutefois, nous avons vu précédemment que ces fibres présentent un résidu minéral d'environ 3,5 %, ce qui pourrait expliquer cette légère diminution. Le traitement au plasma atmosphérique ne semble donc pas modifier le comportement hygroscopique des fibres de lin. Ce résultat n'est pas étonnant car il a pour but de modifier la tension de surface des fibres (Gaquere *et al.*, 2013). En revanche, la

structure poreuse de la fibre est toujours présente. Le traitement au ciment/laitier semble diminuer, du moins en apparence, significativement les deux isothermes. Toutefois là encore, l'enrobage en lui-même représente une part importante de la masse des fibres traitées, ce qui influe grandement sur les résultats. On notera par ailleurs que pour ces fibres seulement (FC), la courbe de désorption ne rejoint pas le point de départ de la courbe de sorption (à 10 %HR). Le traitement étant composé de ciment et de laitier de hauts fourneaux, il est probable que ces deux liants se soient réhydratés et carbonatés selon les différents niveaux d'humidité relative auxquels ils ont été exposés, ce qui a pu entraîner une légère modification de la masse du traitement. Pour finir, les fibres traitées à l'huile de lin (FH) présentent également des teneurs en eau plus faibles que FB sur les deux isothermes. Cependant, l'huile de lin représente 20 % de la masse des fibres FH, ce qui 'fausse' les résultats.

4.2.4.2 Cinétiques d'absorption d'eau

Les cinétiques d'absorption d'eau des fibres de lin brutes et traitées sont présentées dans la Figure 4-13. Le graphique de gauche présente les résultats « bruts » mesurés expérimentalement tandis que celui de droite montre les résultats « corrigés ». La correction consiste à exprimer les masses d'eau absorbée par rapport à la masse de fibres de lin brutes présente réellement dans l'échantillon de fibres traitées.

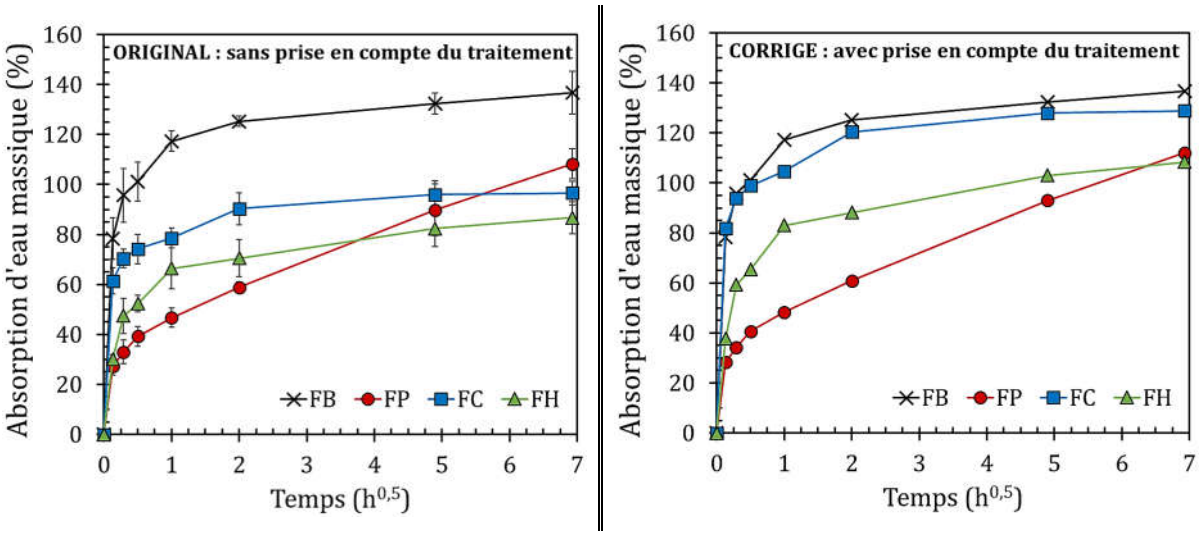


Figure 4-13 : Absorption d'eau massique des fibres de lin brutes et traitées en fonction du temps : résultats 'bruts' (à gauche) et résultats 'corrigés' (à droite)

Pour l'ensemble des fibres étudiées, il est possible de distinguer deux phases d'absorption. Tout d'abord, une augmentation rapide de la masse des échantillons peut être observée durant les premières minutes d'immersion. En moins de 5 minutes, les fibres de lin brutes ont déjà absorbé plus de la moitié de leur capacité maximale de rétention d'eau. Ensuite, une seconde phase d'absorption, plus lente et continue, se manifeste après 60 minutes d'immersion. De nombreuses caractéristiques des fibres végétales, notamment les propriétés physiques et mécaniques, sont affectées par la teneur en eau (Thuault *et al.*, 2014). Ce facteur essentiel induit également une compétition sur la demande en eau entre les fibres de lin et le liant, qui débute dès le malaxage du composite. Ainsi, les fibres de lin peuvent absorber jusqu'à 130% de leur masse sèche après 24

heures d'immersion. La forte porosité et la structure interne des fibres de lin sont à l'origine de cette forte capacité d'absorption et de rétention d'eau (Nozahic et Amziane, 2012). Ce caractère fortement hydrophile est aussi attribué à la présence des hémicelluloses (Thuault *et al.*, 2014).

Comme on peut le voir sur la Figure 4-13 (à gauche), les trois traitements étudiés ont permis en apparence de réduire plus ou moins significativement l'absorption d'eau des fibres de lin. Pour le traitement d'enrobage au ciment/laitier (FC), l'absorption d'eau après 24 heures d'immersion (WA_{24}) est de 97%. Une précédente étude avait également montré une diminution significative de l'absorption d'eau par enrobage minéral des fibres de lin (ciment Portland uniquement) (Chafei *et al.*, 2015). Concernant le traitement d'enrobage à l'huile de lin (FH), WA_{24} est égal à 88 %. D'autres auteurs ont également noté une diminution importante du caractère hydrophile de biocomposites incorporant des fibres et anas de lin par enrobage à l'huile de lin (Lazko *et al.*, 2011). Pour finir, les fibres traitées au plasma atmosphérique (FP) semblent avoir une cinétique d'absorption différente. En effet, dans les premières minutes d'immersion, le gain de masse des fibres FP est plus faible qu'avec les autres fibres traitées. Toutefois, l'absorption d'eau ne semble pas ralentir après 60 minutes, comme observé avec les autres fibres de lin. En effet, la Figure 4-13 fait apparaître clairement un régime quasi-stable pour FB, FC et FH après 60 minutes d'immersion tandis que les fibres FP semblent poursuivre leur absorption au-delà de 24h. Ainsi, après 24h d'immersion, l'absorption d'eau est égale à 89 %. Une étude précédente sur le traitement d'étoupes de lin par plasma atmosphérique a également montré une forte diminution de l'absorption d'eau via un test Cobb (NF EN 20535) (Gaquere *et al.*, 2013). Le traitement FP semble donc ralentir la cinétique d'absorption d'eau à court terme mais pas la capacité maximale de rétention d'eau.

Après correction des absorptions d'eau des fibres par rapport à la masse du produit de traitement présente sur celles-ci, il apparaît par exemple que le traitement d'enrobage au ciment-laitier (FC) permet de diminuer l'absorption des fibres de lin de seulement 3 % par rapport à FB, après 24 heures d'immersion (Figure 4-13, à droite). On note par ailleurs que les valeurs d'absorption d'eau des fibres FH sont plus élevées en prenant en compte la masse d'huile de lin présente. Après 24 heures d'immersion, l'absorption d'eau massique des fibres FH est inférieure d'environ 22 % par rapport aux fibres FB (31 % avant correction). Les résultats présentés ci-dessus montrent à quel point il est primordial de bien définir les rapports massiques entre le végétal et son revêtement, car toutes les interprétations en dépendent.

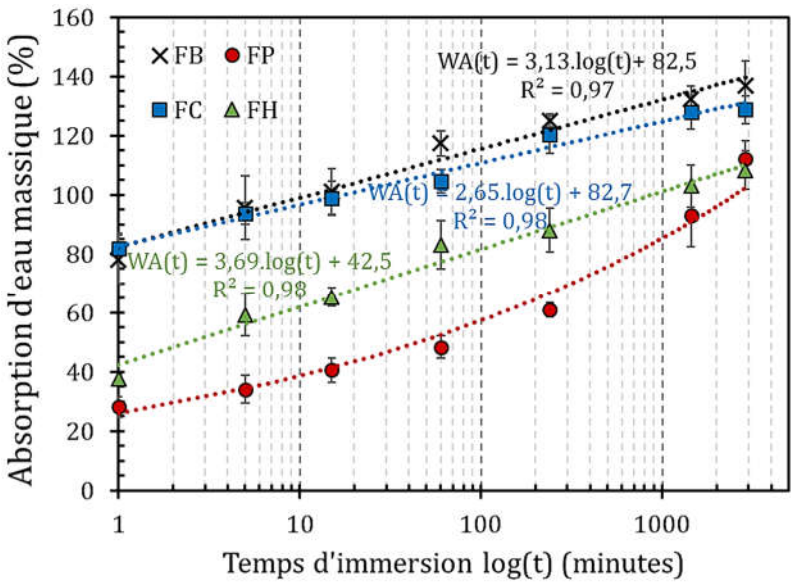


Figure 4-14 : Courbes d'absorption d'eau des fibres de lin en échelle de temps logarithmique

Par ailleurs, il est patent sur la Figure 4-14 que l'absorption d'eau des fibres brutes (FB) suit une loi de type logarithmique. C'est également le cas des fibres FC et FH. On définit donc la relation suivante, précédemment établie par Nozahic, valable jusqu'à saturation des fibres (Nozahic, 2012) :

$$WA(t) = C_A.\log(t) + WA_0 \qquad \textit{Eq. 28}$$

où : WA_0 correspond à l'absorption initiale d'eau en surface des fibres (adsorption) et C_A le coefficient d'absorption en eau des fibres.

A partir de l'Eq. 28, la relation suivante est obtenue pour définir l'absorption d'eau des fibres de lin brutes (FB) : $WA_{FB}(t)$ = 3,13.log(t) + 82,5. Les coefficient WA_0 entre ces deux fibres sont quasiment identiques. Toutefois, le coefficient d'absorption en eau (C_A) des fibres FC est inférieur à celui de FB. Les tests conduits sur les fibres traitées à l'huile de lin (FH) montrent une absorption durant la première minute (WA_0) plus faible, après prise en compte de la masse du traitement. L'obturation d'une partie des vaisseaux conducteurs est à l'origine de cette différence. La phase d'absorption qui suit s'effectue en revanche plus rapidement qu'avec les fibres brutes, le coefficient C_A étant plus élevé.

Seules les fibres traitées au plasma atmosphérique (FP) ont une cinétique différente. L'absorption d'eau initiale W_0 est beaucoup plus faible que celle des autres fibres. Ceci résulte de la modification de la tension de surface des fibres de lin par le dépôt au plasma (Gaquere *et al.*, 2013). Toutefois, l'absorption ne semble pas suivre une loi de type logarithmique mais plutôt de loi de type puissance. En effet, la diffusion de l'eau au sein de la particule végétale semble plus rapide.

4.3 CARACTERISATION DES MORTIERS INCORPORANT DES FIBRES DE LIN TRAITEES

L'état de l'art de ce document a permis de souligner les problèmes rencontrés avec les composites cimentaires biofibrés, à la fois à l'état frais et à l'état durci. Il en ressort qu'un

prétraitement des fibres végétales est nécessaire. Le parti pris pour cette étude a donc été d'élaborer des éprouvettes permettant d'évaluer l'influence des traitements appliqués aux fibres végétales sur les propriétés rhéologique, physique et mécanique de mortiers renforcés de fibres de lin.

4.3.1 Formulation et élaboration des mortiers

4.3.1.1 Formulation

L'approche pour la méthodologie de formulation est la même que celle utilisée pour les bétons dans le Chapitre 3. Les fibres de lin ayant des densités et des absorptions différentes suivant les traitements, nous avons choisi de conserver un ratio eau efficace / ciment (E_{eff}/C) constant, égal à 0,51. Une quantité additionnelle a été apportée dans les différents mortiers pour prendre en compte l'absorption des granulats et des fibres. La longueur des fibres de lin, dans ce cas, a été fixée à 12 mm. Le dosage en fibres de lin (brutes ou traitées) a été fixé à 1,0 % en volume absolu par rapport au volume total de la gâchée. Afin de ne pas modifier le volume théorique de la gâchée, lors de l'ajout de fibres, un volume de sable saturé égal au volume de fibres saturées a été retiré de la formulation. Les compositions finales théoriques des différents mortiers fabriqués sont données dans le Tableau 4-2. Par ailleurs, les dénominations suivantes seront utilisées par la suite tout le long de ce chapitre :

- MT Mortier Témoin (non fibré)
- MFV Mortier renforcé de Fibres de Verre
- MFB Mortier renforcé de Fibres de lin Brutes
- MFP Mortier renforcé de Fibres de lin traitées au Plasma atmosphérique
- MFC Mortier renforcé de Fibres de lin traitées au Ciment/laitier
- MFH Mortier renforcé de Fibres de lin traitées à l'Huile de lin

Tableau 4-2 : Composition des mortiers renforcés avec 1 % fibres de lin (kg.m^{-3})

	MT	**MFV**	**MFB**	**MFP**	**MFC**	**MFH**
Ciment	508,6	508,6	508,6	508,6	508,6	508,6
Superplastifiant	5,1	5,1	5,1	5,1	5,1	5,1
Agent viscosant	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Eau	258,9	258,8	278,2	272,5	276,1	270,2
Sable 0/4	1525,7	1499,0	1446,7	1462,2	1452,5	1468,5
Fibres	0	26,8	15,2	15,4	18,2	14,0
Masse volumique théorique (kg.m^{-3})	2300,8	2300,8	2256,3	2266,2	2263,0	2268,8
$E_{eff}/L_{éq}$	0,51	0,51	0,51	0,51	0,51	0,51
$E_{tot}/L_{éq}$	0,521	0,521	0,559	0,547	0,555	0,543

4.3.1.2 Malaxage, confections d'éprouvettes et conditions de cure

Les mortiers ont été fabriqués à l'aide d'un malaxeur à mortier, conforme à la norme 196-1. L'ordre d'introduction des différents constituants durant le malaxage est similaire à celui des bétons dans le chapitre précédent. Là encore, les fibres sont introduites en dernier dans ce processus afin d'éviter leur agglomération.

Le mortier frais a été coulé dans des éprouvettes 4 x 4 x 16 cm. Les essais physiques et mécaniques ont ensuite été menés sur ces mêmes éprouvettes, à l'échéance adéquate. Les éprouvettes ont été démoulées 24 heures après fabrication puis placées dans une chambre de conservation à 20±1 °C et > 90%HR, jusqu'à l'échéance des essais.

4.3.2 Propriétés à l'état frais

4.3.2.1 Maniabilité

La Figure 4-15 présente les étalements des différents mortiers. Il s'agit, dans ce cas, d'étalements relatifs par rapport au diamètre initial du cône d'essai de 10 cm. Pour le mortier de référence (non fibré), noté MT, l'étalement relatif moyen est de 175±8 %. Cette valeur est très élevée du fait de l'utilisation d'un superplastifiant pour l'élaboration des mortiers. L'incorporation de 1,0 % en volume de fibres de verre dans le mortier (MFV) a pour conséquence de réduire de manière significative l'étalement du matériau, avec un étalement réduit à 92±17 %. Toutefois, malgré cette diminution importante de l'étalement, le mortier conserve tout de même une consistance fluide. En revanche, l'addition de 1,0 % en volume de fibres de lin brutes a un impact considérable sur l'écoulement du mortier (MFB) ; l'étalement après vibration n'est plus que de 14±1 %, ce qui correspond à une maniabilité quasi nulle du mortier. On note par ailleurs que le traitement au plasma atmosphérique n'a pas permis d'améliorer la maniabilité du mortier (MFP), puisque l'étalement relatif mesuré est de 13±1 %, soit une valeur quasi-identique à MFB. Pourtant, nous avons vu dans la Figure 4-13 que ce traitement permettait de réduire significativement l'absorption d'eau des fibres de lin, du moins à court terme (< 60 minutes), comme c'est le cas lors du test d'étalement à la table à chocs. Nous aurions donc pu nous attendre à ce que l'absorption soit fortement réduite, ce qui n'est pas le cas ici. Cela signifie donc que l'absorption d'eau des fibres ne joue pas un rôle majeur sur la rhéologie des composites. Les traitements d'enrobage au ciment/laitier (MFC) et à l'huile de lin (MFH) ont permis des améliorations notables en termes de maniabilité des mélanges. En effet, les étalements relatifs obtenus pour ces deux mortiers sont respectivement de 69±14 % et 61±13 %. Ces améliorations de maniabilité des mortiers sont dues à l'augmentation du diamètre des fibres et à l'enrobage, ce qui tend à diminuer leur surface spécifique. Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, la très grande surface spécifique des fibres de lin entraîne un besoin en volume de pâte cimentaire considérable pour satisfaire des critères d'ouvrabilité corrects. Ces deux traitements permettent donc d'améliorer la consistance des composites cimentaires par l'enrobage des fibres.

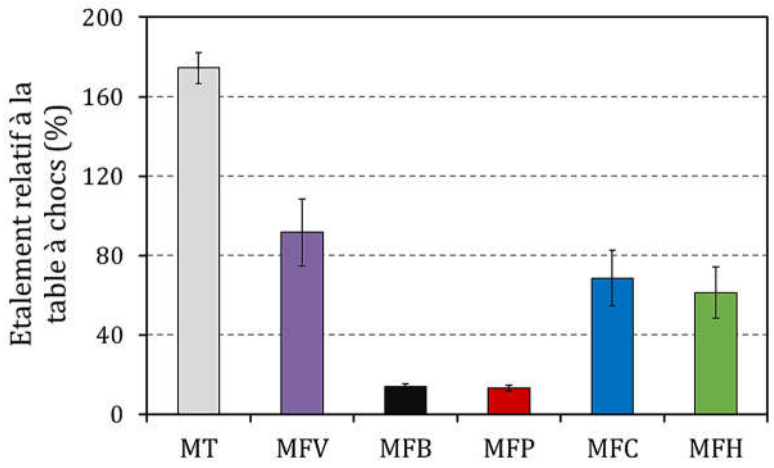


Figure 4-15 : Etalements relatifs des mortiers à la table à chocs

Les mêmes tendances sont relevées avec l'essai d'écoulement au maniabilimètre (Figure 4-16). Le mortier MT a une consistance très fluide, avec un temps d'écoulement inférieur à 2 secondes. Le mortier MFB a une ouvrabilité médiocre, avec un temps d'écoulement supérieur à 20 secondes, ce qui correspond à une consistance très ferme. Un temps d'écoulement d'environ 17 secondes a été mesuré sur le mortier MFP, ce qui est plus faible que MFB, mais reste toujours très élevé. Pour finir, les mortiers avec des fibres enrobées (MFC et MFH) ont là aussi obtenus des temps d'écoulement similaires entre eux (environ 5 secondes), ce qui traduit une amélioration notable de la maniabilité.

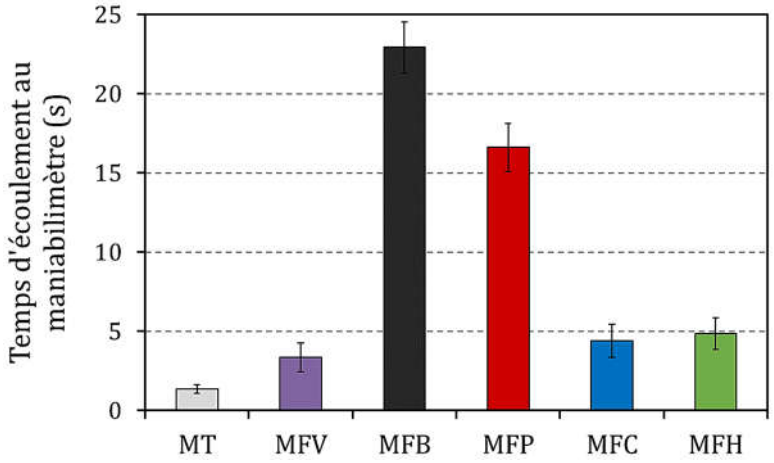


Figure 4-16 : Temps d'écoulement des mortiers au maniabilimètre

4.3.2.2 Air occlus

Les valeurs de l'air occlus, déterminées à partir des mesures expérimentales des masses volumiques à l'état frais, sont présentées dans la Figure 4-17. La teneur en air du mortier de référence (MT) est égale à 1,81±0,63 %. Cette valeur d'air entraîné est relativement faible pour un mortier, les valeurs usuelles étant situées entre 3 et 6 % (Lawrence *et al.*, 1999). Cette faible valeur est due à l'utilisation de superplastifiant qui, en améliorant la fluidité du matériau, a également augmenté sa compacité, ce qui réduit la teneur en air. L'ajout de fibres de verre ne semble pas avoir

une influence notable sur la teneur en air puisque le mortier MFV possède une teneur en air très proche du mortier MT.

On constate cependant que l'incorporation de fibres de lin dans les mortiers a pour effet d'augmenter de manière significative la teneur en air des mélanges. La teneur en air de MFB est égale à 5,95±0,81 %, ce qui est environ trois fois plus élevé que le mortier de référence (MT). Là aussi, le traitement au plasma atmosphérique ne semble pas avoir d'influence significative sur l'air occlus. En effet, le mortier MFP possède une teneur en air de 5,54±0,80 %, soit une valeur très proche de MFB. Le traitement avec des liants hydrauliques a réduit la teneur en air du composite avec une valeur de 4,92±0,54 %, ce qui traduit une augmentation de la compacité du mortier correspondant (MFC). Le mortier incorporant des fibres revêtues d'huile de lin (MFH) a la teneur en air la plus élevée, égale à 6,99±0,82 %.

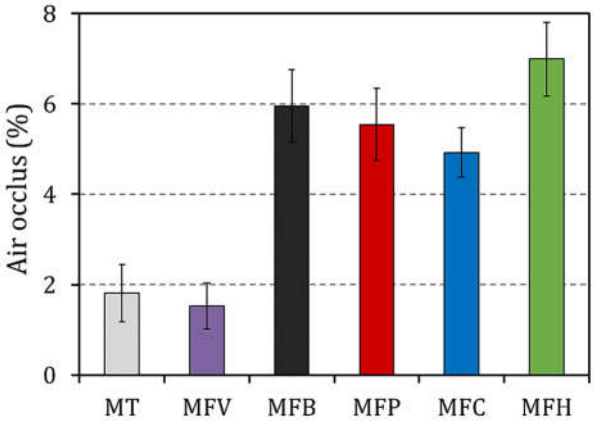


Figure 4-17 : Teneur en air des mortiers

Par ailleurs, l'augmentation de l'air occlus entraîne également une diminution de la proportion théorique du ciment, constituant qui a une forte influence sur la résistance des matériaux cimentaires. Il est donc important de recalculer les proportions volumiques des constituants des mortiers en prenant en compte la teneur en air. Par exemple, comme le montre la Figure 4-18, la proportion en volume du ciment passe de 164 L.m^{-3} pour MT ou MFV à 155 L.m^{-3} pour MFH, soit une diminution d'environ 5% de la dose de ciment en volume, ce qui n'est pas négligeable.

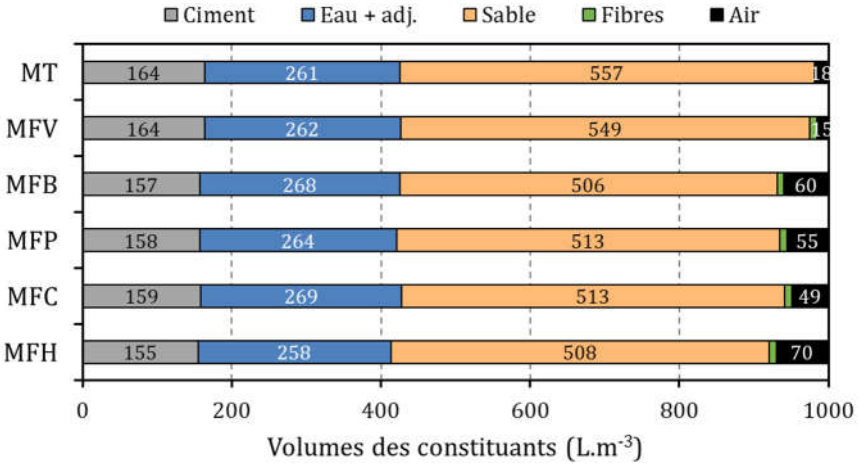


Figure 4-18 : Proportion volumique des constituants des mortiers en considérant la teneur en air

4.3.3 Propriétés à l'état durci

4.3.3.1 Porosité accessible à l'eau

Comme on peut le remarquer sur la Figure 4-19, l'ajout de fibres de lin augmente significativement la porosité des mortiers. C'est déjà le constat qui avait été fait dans le chapitre précédent. On peut d'ailleurs bien distinguer les deux mortiers sans fibres de lin (MT et MFV), qui présentent respectivement des porosités égales à 13,8±0,3 et 14,8±0,5 %, des mortiers incorporant des fibres de lin, avec des porosités comprises entre 18,5±0,4 (MFC) et 20,8±0,2 (MFH). Il semblerait que l'augmentation de la porosité dans les mortiers soit directement liée à l'augmentation de la teneur en air puisqu'on peut observer une relation linéaire très nette entre ces deux paramètres structuraux. D'autre part, une baisse de la porosité a été notée pour le mortier incorporant les fibres enrobées au ciment/laitier (MFC) en comparaison avec MFB, d'environ 10 %. Les liants hydrauliques (ciment et laitier) ont donc permis de réduire la porosité de la structure des fibres de lin et réduire par conséquent la porosité des composites incorporant ce renfort.

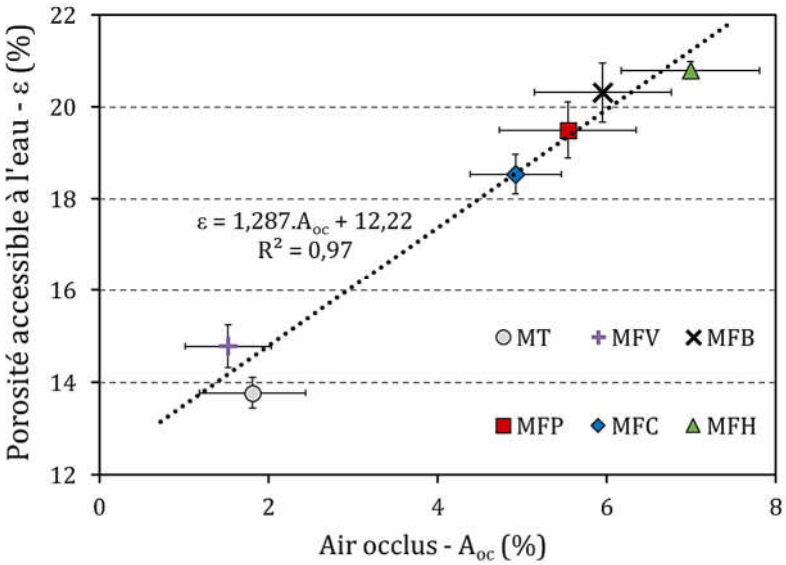


Figure 4-19 : Porosité accessible à l'eau des mortiers en fonction de la teneur en air

4.3.3.2 Comportement à la flexion 3 points

Les propriétés mécaniques dans un composite fibré dépendent principalement de la teneur en fibres, de leur orientation, mais aussi de la qualité du transfert de charge à l'interface fibre-matrice. Ceci est particulièrement vérifié pour les composites renforcés par des fibres courtes du fait de la multiplication des interfaces. Le transfert des efforts entre la fibre et la matrice a lieu au niveau de leur interface et joue un rôle essentiel dans le comportement du composite. L'adhésion interfaciale est une combinaison de différents phénomènes agissant simultanément à des degrés différents, comme les adhésions physique et chimique entre les fibres et la matrice au niveau de cette interface (Brandt, 2008).

Concernant le comportement en flexion des mortiers, la Figure 4-20 présente l'évolution de la contrainte appliquée en fonction du déplacement du point d'appui mesuré au centre de l'éprouvette pour un échantillon de mortier non fibré (MT) et pour des éprouvettes de mortiers incorporant une fraction volumique de fibres de lin (brutes ou traitées) égale à 1,0 %. Deux types de comportement peuvent être observés. Le premier correspondant à l'échantillon du mortier référence (MT) se caractérise par un comportement linéaire jusqu'à rupture qui survient brutalement (caractère fragile). Le second est relatif aux mortiers biofibrés. Le comportement est linéaire jusqu'au premier décrochage qui traduit la première fissuration de la matrice. Les fibres voisines du fond de fissure sont alors sollicitées et cela se traduit par une remontée de la charge. Le comportement non linéaire qui s'ensuit perdure jusqu'à la charge maximale. Le comportement post-pic est du type adoucissantavec une décroissance graduelle de la charge et un allongement persistant. . L'ajout de fibres de lin permet donc d'éviter une rupture fragile du matériau en flexion et induit même un comportement. On note qu'à 28 jours (à gauche sur la Figure 4-20), le premier incident sur les courbes contrainte-déplacement des mortiers biofibrés (à la fin de la partie linéaire) survient à une déformation quasiment identique au mortier référence (MT). Cette valeur de déformation caractérise la microstructure de la matrice cimentaire en œuvre. On observe également que seuls les mortiers MFB et MFP parviennent à afficher une contrainte plus élevée après la première fissuration de la matrice, grâce à la reprise des efforts par les fibres. Pour les mortiers incorporant des fibres traitées par enrobage (MFC et MFH), la contrainte ne va pas au-delà de la résistance en flexion de la matrice. Un comportement ductile est tout de même observé avec ces deux mortiers. Il semblerait donc que les traitements d'enrobage (ciment/laitier et huile de lin) limitent l'adhérence à l'interface fibre/matrice, empêchant un transfert conséquent des efforts de traction de la matrice cimentaire sur les fibres de lin.

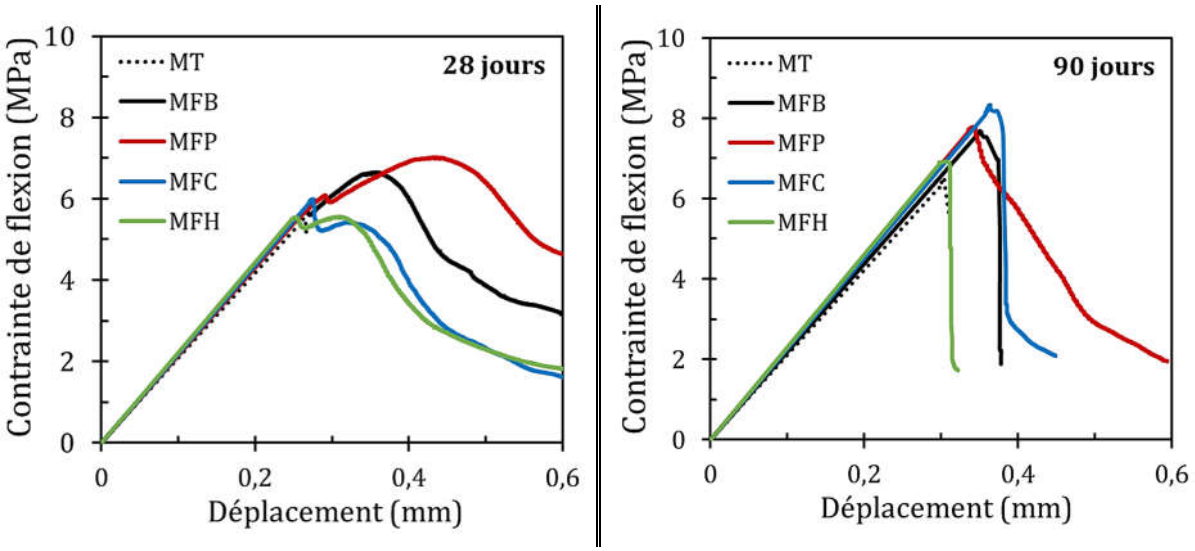


Figure 4-20 : Courbes de comportement en flexion 3 points des différents mortiers après 28 et 90 jours de cure

Les comportements mécaniques de ces composites fibrés (MFB, MFP, MFC et MFH) sont considérablement modifiés après 90 jours d'âge sans vieillissement accéléré (Figure 4-20, à droite). Sur les courbes contrainte-déplacement, On observe seulement une pente linéaire jusqu'à la

contrainte maximale, suivie d'une rupture fragile, comme le mortier non fibré (MT). La zone post-pic n'est plus présente, ou très peu.,

La modification du comportement mécanique de ces composites pourrait s'expliquer par l'évolution de la nature de l'interphase et des fibres elles-mêmes. En effet, certains auteurs ont reporté une minéralisation des fibres par un processus de calcification parfois observé dès 28 jours d'âge (Sedan, 2007). Ce processus de minéralisation pourrait se poursuivre au cours du temps et créer ainsi une liaison de plus en plus forte entre les fibres et la matrice cimentaire. La modification de l'interface fibre/matrice d'un état faible à un état fort se reflète sur le comportement mécanique des composites qui passe de ductile à fragile. En effet, à 90 jours d'âge, les valeurs des contraintes en fin de comportement linéaire sont différentes, contrairement aux mortiers à 28 jours. Après 90 jours de cure, les contraintes des mortiers biofibrés sont toutes supérieures au mortier témoin (MT), ce qui indique bien un apport des fibres toujours présent. Toutefois, celles-ci ne permettent plus de conserver un comportement ductile en flexion mais seulement d'augmenter quelque peu la contrainte maximale de flexion.

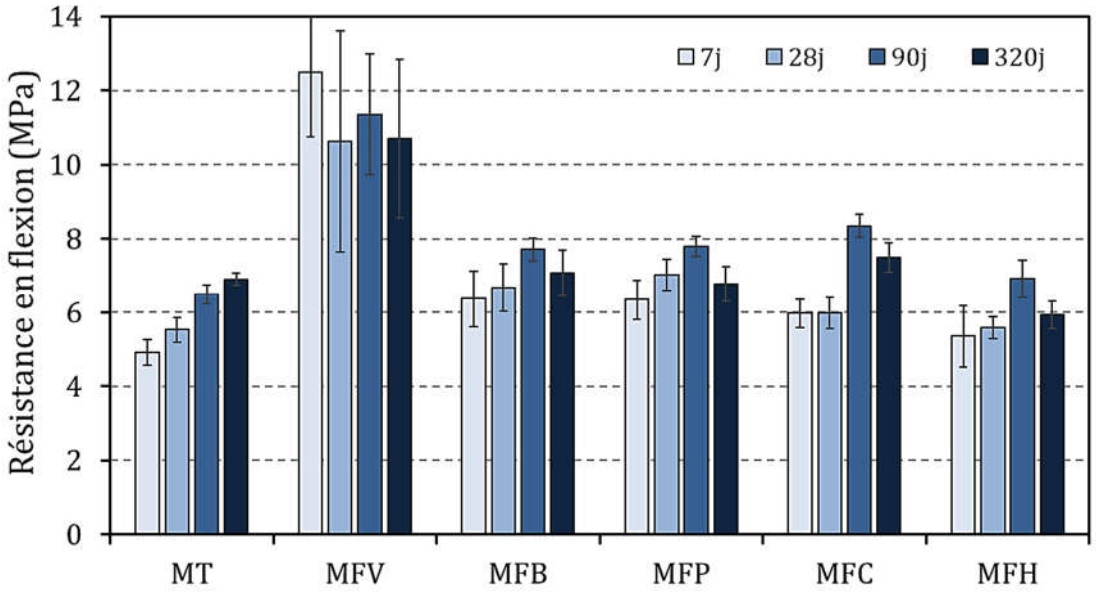


Figure 4-21 : Résistances en flexion des mortiers après 7, 28, 90 et 320 jours de cure

Dans la Figure 4-21 sont présentées les résistances maximales en flexion des différents mortiers après 7, 28, 90 et 320 jours de cure. On note tout d'abord un développement cohérent des résistances du mortier témoin (MT) au cours du temps de cure. Le mortier renforcé de fibres de verre (MFV) est celui qui montre les résistances les plus élevées, comprises entre 10,6 et 12,5 MPa que l'on explique par les la contrainte à rupture plus élevée de ce renfort. On note toutefois de très grandes variations des résistances pour une même échéance. Malgré ces fortes variations, c'est le mortier MFV qui présente de loin la plus haute résistance mécanique. Les quatre mortiers biofibrés (MFB, MFP, MFC et MFH) ont des résistances en flexion plus élevées que le mortier témoin, avec ces résistances augmentent avec les échéances de 7, 28 et 90 jours. Les variations de résistances entre les quatre mortiers biofibrés restent relativement faibles. Les résistances des mortiers MFB et MFP sont quasiment similaire à toutes les échéances. Le traitement au plasma atmosphérique ne

semble donc pas avoir d'influence sur la résistance des composites. Ce résultat est cohérent avec les observations précédentes, à savoir que ce traitement ne permet pas de diminuer l'absorption d'eau des fibres de lin sur le long terme, mais seulement sur le court terme (inférieur à 60 minutes). Les résistances du mortier MFC sont plus faibles que MFB à 7 et 28 jours mais plus élevées à partir de 90 jours de cure. Cela pourrait provenir de la présence de laitier de hauts fourneaux dans les fibres. Ce liant, à réaction pouzzolanique, est connu pour avoir des résistances plus faibles que le ciment Portland pour les échéances courtes (inférieures à 28 jours), mais plus élevées après 90 jours. Le mortier incorporant les fibres traitées à l'huile de lin présente des résistances globalement plus faibles que MFB. Ces plus faibles résistances peuvent être dues tout d'abord à une plus faible quantité de ciment présente, étant donné la teneur en air et la porosité très élevés de ce mortier. L'huile de lin pourrait également affecter de manière plus ou moins significative l'hydratation de la matrice cimentaire à proximité. Pour finir, il est probable que l'interface entre la matrice cimentaire et les fibres traitées à l'huile de lin soit de moins bonne qualité qu'avec les fibres de lin brutes. En effet, la très faible rugosité apparente de l'huile de lin pourrait engendrer un glissement plus important des fibres de lin traitées au sein de la matrice et donc réduire l'adhérence entre ces deux éléments au niveau de l'interface. D'autres auteurs ont également observé un porosité accrue au niveau de l'interface entre des granulats de chanvre enrobés d'huile de lin et une matrice minérale à base de ponce (Nozahic *et al.*, 2012). Nous reviendrons sur ce point quand nous discuterons de la ténacité des matériaux.

Par ailleurs, dans le cas des quatre mortiers biofibrés, on observe une baisse de résistance en flexion à 320 jours par rapport à 90 jours. Il est probable qu'à cette échéance, le contact prolongé des fibres de lin avec une matrice cimentaire a conduit à une hydrolyse alcaline trop importante, ce qui aurait alors endommagé la structure même des fibres de lin, les rendant inefficaces pour la reprise des efforts de traction dans le composite (Toledo Filho *et al.*, 2000, 2009). Les traitements ne semblent pas, au vu de ces résultats, permettre d'améliorer la durabilité des fibres de lin au contact d'un matrice cimentaire.

4.3.3.3 Ténacité

Lorsque la rupture en flexion n'est pas brutale, comme c'est le cas ici, il est possible de quantifier la résistance à la fissuration (également appelée ténacité) à partir des valeurs de longueur de fissure en tout point de la courbe charge –déplacement. Une méthode plus simple consiste à mesurer les incréments de travail mécanique nécessaires pour induire une déformation donnée. Pratiquement, on procède à la mesure de l'énergie définie par l'aire sous la courbe force-déplacement entre des limites prescrites (Figure 4-22). La méthode de calcul des indices de ténacité est décrite dans la norme américaine ASTM C1018.

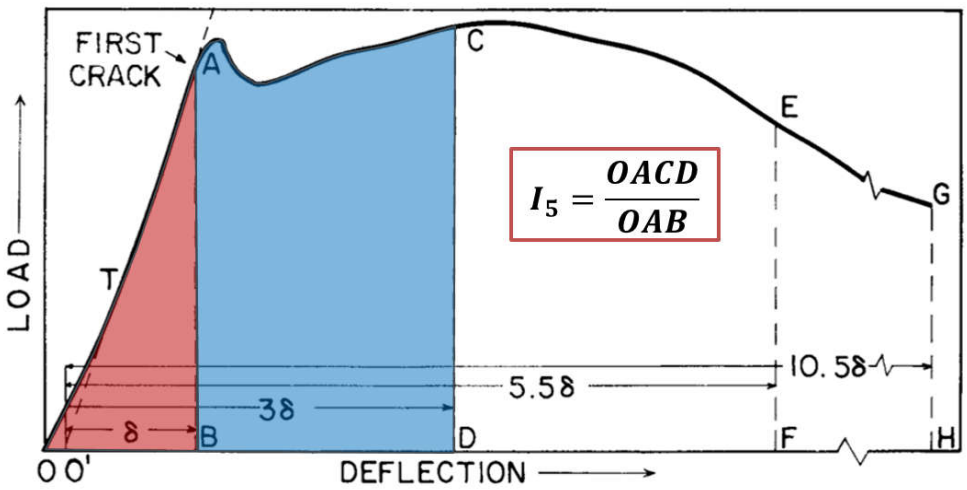


Figure 4-22 : Principe de calcul de l'indice de ténacité I_5 (ASTM C1018)

Dans notre cas, nous avons déterminé l'indice de ténacité I_5, correspondant au taux d'énergie sous la courbe de chargement et les abscisses δ et 3δ (δ étant le déplacement associé à l'apparition de la première fissure dans l'éprouvette). Les différents indices de ténacité I_5 calculés pour chaque mortier sont présentés dans la Figure 4-23.

A 7 et 28 jours, les mortiers fibrés obtiennent tous des indices de ténacité beaucoup plus élevé que le mortier référence (MT), témoignant de la présence d'un comportement ductile du matériau après l'amorce de la première fissure. A 7 jours, les indices de ténacité des mortiers fibrés sont sensiblement identiques, même avec MFV. Les valeurs varient en moyenne entre 3,7±0,8 pour MFP et 4,9±1,7 pour MFB. Dès 28 jours, on note une diminution significative des indices I_5 des mortiers renforcés de fibres de lin, ce qui montre bien un amorçage de la dégradation des fibres. Le mortier MFV quant à lui conserve une ténacité presque identique à 7, 28 et 90 jours, signe d'une bonne durabilité des fibres dans l'environnement fortement alcalin de la matrice cimentaire. Après 90 jours de cure, aucun des mortiers biofibrés ne présente une ténacité plus élevée que le matériau référence MT. C'est-à-dire que tous se rompent de façon fragile dès l'apparition de la première fissure matricielle : les matériaux fibrés se comportent comme s'il n'y avait pas de fibre. D'autres auteurs ont également observé des pertes de ténacité des matériaux cimentaires incorporant des fibres végétales au cours du temps (Ramakrishna *et al.*, 2010; Toledo Filho *et al.*, 2000). Cette diminution ou perte de ténacité est associée à l'hydrolyse alcaline des fibres végétales ainsi qu'à leur minéralisation, ce qui tend à modifier l'interface fibre/matrice et la structure de la fibre elle-même. Ceci aboutit à un comportement fragile en flexion du composite.

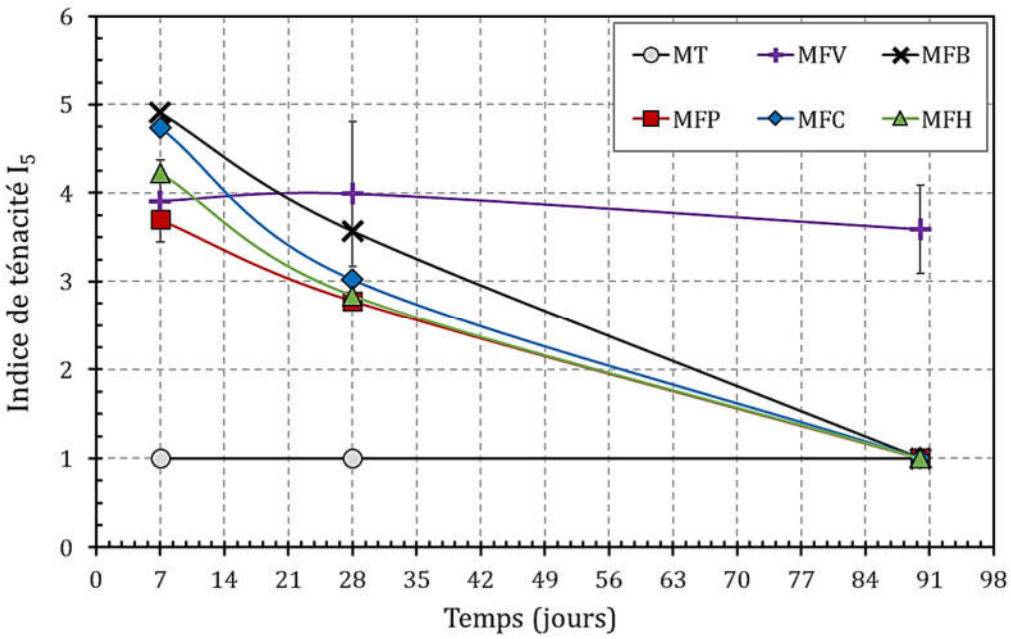


Figure 4-23 : Indices de ténacité I_5 des mortiers en fonction du temps de cure

4.3.3.4 Résistance à la compression

Les résultats en compression sur les éprouvettes 4x4x16 des différents mortiers sont présentés dans la Figure 4-24. Pour tous les mortiers, les résistances augmentent de manière cohérente au cours du temps et varient peu (faibles écart-types). Comme pour la flexion, on note tout d'abord un développement cohérent des résistances du mortier témoin (MT) au cours du temps de cure qui évoluent de 35,1 MPa à 7 jours à 41,0 MPa à 320 jours. Le mortier renforcé de fibres de verre (MFV) est celui qui montre les résistances les plus élevées, comprises entre 45,7 et 54,2 MPa, du fait des très hautes propriétés mécaniques des fibres de verre. Cela fait penser que les grandes variations de résistance observées sur ce mortier en flexion (Figure 4-21) seraient dues à la distribution des fibres plutôt qu'à un problème d'hydratation de la matrice cimentaire.

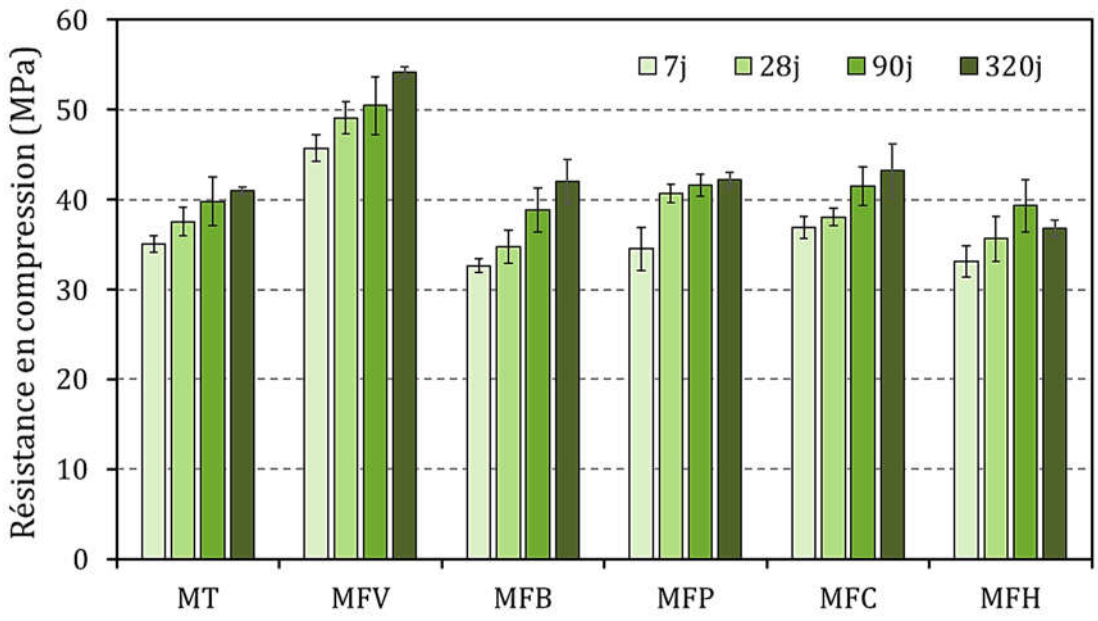


Figure 4-24 : Résultats en compression des mortiers après 7, 28, 90 et 320 jours de cure

Pour les mortiers MFB, MFP et MFC, les résistances en compression sont équivalentes voire supérieures au mortier MT. Seul le mortier MFH possède des résistances inférieures à celles du mortier témoin aux différentes échéances. Par ailleurs ce mortier présente la plus forte porosité ; ceci pourrait expliquer ces faibles résistances en compression. La résistance en compression à 320 jours de ce mortier est inférieure à celle à 90 jours. Cela pourrait s'expliquer par la présence du traitement à l'huile de lin qui pourrait ne pas être durable au contact du milieu cimentaire. La dégradation de cette huile de lin engendrerait alors une porosité plus forte, ce qui induirait une diminution de la résistance en compression.

Nous avions signalé que l'ajout de fibres de lin augmentait la porosité des mortiers via l'air occlus. Avec cette porosité accrue, on aurait pu s'attendre à une diminution de la résistance en compression. L'ajout de fibres de lin pourrait permettre de limiter les déformations transversales des éprouvettes, soumises elles à de la traction lors de l'ouverture des fissures. Les fibres joueraient ainsi un rôle d'effet de frettage sur l'éprouvette lorsque celle-ci est soumise à un effort de compression, ce qui permettrait d'accroitre sa résistance en compression. On observe d'ailleurs une modification du comportement en compression des mortiers avec l'incorporation de 1,0 % de fibres de lin. En effet, comme le montre la Figure 4-25, la courbe contrainte-déformation du mortier MFB est différente de celle de MT. La pente caractéristique du comportement linéaire en compression semble tout d'abord moins forte puisque la déformation sous la contrainte maximale de MFB est supérieure à celle de MT. Ceci est en accord avec les résultats du Chapitre 3, où nous avions noté que l'ajout de fibres de lin engendrait une diminution de la rigidité du matériau. Par ailleurs, le comportement post-pic en compression est également modifié. La chute de charge est moins brutale pour MFB que pour MT. L'ajout de fibres semble donc en effet participer à la résistance en compression en apportant un effet de frettage de l'éprouvette, et permettre une chute de charge contrôlée.

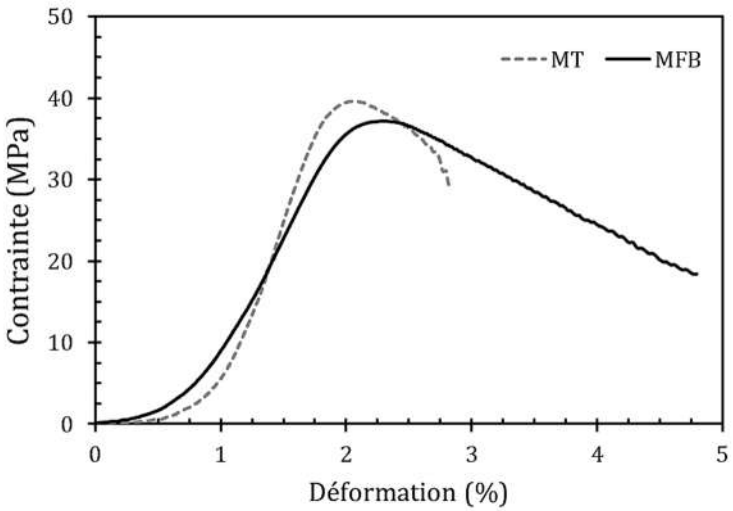


Figure 4-25 : Comportement en compression des mortiers MT et MFB

4.3.3.5 Module d'élasticité dynamique

Etant donné que les déformations des éprouvettes 4x4x16 cm testées en compression n'ont pas été mesurées, le module d'élasticité a été estimé en mesurant la fréquence de résonance fondamentale (E_{dyn}). Les valeurs des modules d'élasticité dynamiques des différents mortiers obtenus après 28 jours de cure sont données dans la Figure 4-26.

Notons tout d'abord que le module d'élasticité dynamique semble être corrélé à la masse volumique apparente des mortiers. En effet, plus la masse volumique des composites est élevée, plus le module d'élasticité dynamique est grand. C'est donc le mortier de référence (MT) qui présente le plus grand module d'élasticité, égal à 34,2±1,0 GPa. C'est le mortier renforcé de fibres de verre (MFV) qui présente le deuxième module le plus élevé, égal à 31,0±0,6 GPa. Le mortier renforcé de fibres brutes (MFB) possède, pour sa part, le module élastique le plus bas, égal à 23,7+1,2 GPa. Les mortiers incorporant des fibres traitées au plasma atmosphérique (MFP), au ciment/laitier (MFC) et à l'huile de lin (MFH) ont des modules d'élasticité dynamiques moyens respectivement égaux à 24,9±0,9 GPa, 30,5±0,6 GPa et 25,3±0,3 GPa.

L'ajout de fibres semble donc diminuer la rigidité du matériau. Cela est en accord avec les observations faites dans la Figure 4-25, qui montrait une pente de la courbe contrainte-déformation plus faible pour les mortiers avec des fibres de lin. Cette pente plus faible traduit une diminution du module d'élasticité du matériau. De plus, cela est également conforme à l'observation faite pour le comportement de flexion des composites renforcés avec des fibres brutes et traitées. D'autres auteurs avaient également observé une diminution du module d'élasticité dynamique des mortiers renforcés par des fibres de palmier (Harrat et Queneudec, 2012).

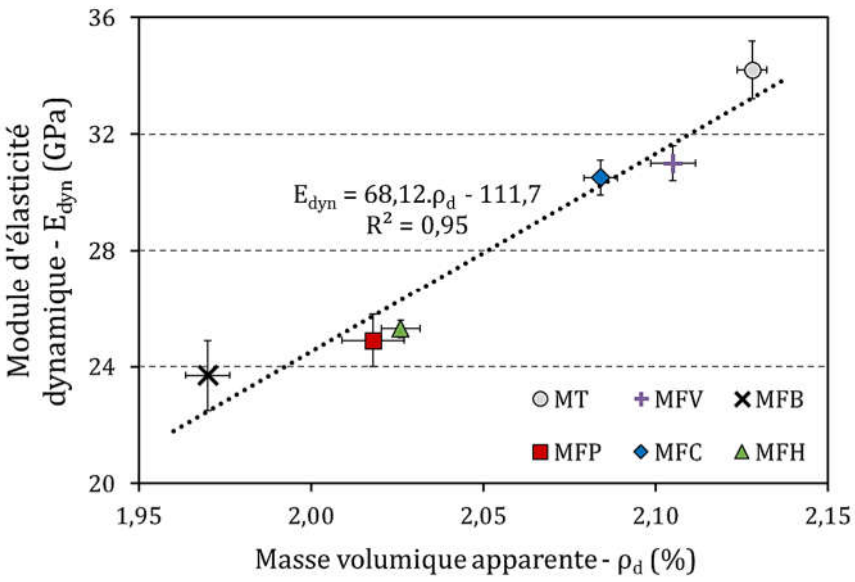


Figure 4-26 : Module d'élasticité dynamique des mortiers en fonction de la masse volumique

4.4 HYDRATATION DES COMPOSITES CIMENTAIRES INCORPORANT DES FIBRES DE LIN TRAITEES

4.4.1 Calorimétrie semi-adiabatique

La Figure 4-27 présente les thermographes des différents mortiers testés. Ces graphes expriment le dégagement de chaleur instantané au cours des premières 12 heures. On note pour toutes les courbes une augmentation plus importante de la chaleur d'hydratation aux alentours de 6 h. Cela correspond au pic exothermique d'hydratation des C_3S et C_2S. On note tout d'abord que le mortier référence présente une exothermie antérieure aux autres mortiers. Le pic exothermique du mortier contenant les fibres brutes (FB) apparaît bien plus tard, aux environs de 7 h. Les retards d'hydratation observés avec l'incorporation de fibres de lin peuvent être provoqués par les matières organiques solubles. Des polysaccharides passés en solution dans le mortier suite à l'introduction des fibres de lin peuvent expliquer ce retard. D'autres auteurs ont reporté des retards d'hydratations par des substances tensioactives à base de polysaccharides provenant de particules végétales (Peschard *et al.*, 2006). Les traitements d'enrobage au ciment/laitier (FC) et à l'huile de lin (FH) semblent tous deux réduire le retard constaté avec les fibres brutes. Il faut toutefois noter que le taux de fibres de lin brutes présentes (donc susceptibles de relarguer des éléments saccharidiques) sont plus faibles étant donné qu'une partie de la masse de ces fibres provient du traitement en lui-même. On note également que le mortier incorporant les fibres traitées au plasma atmosphérique (FP) a un retard quasi identique au mortier FB.

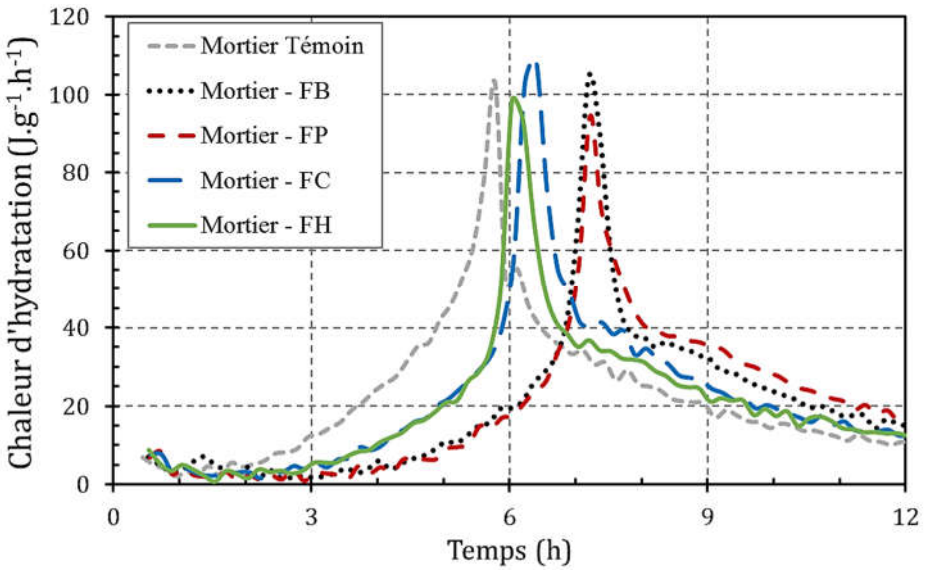


Figure 4-27 : Chaleur d'hydratation instantanée des mortiers au cours du temps

La Figure 4-28 exprime le dégagement de chaleur cumulé au cours des premières 24 heures. On peut noter que la chaleur d'hydratation cumulée au bout de 24 heures est sensiblement la même pour toutes les formulations, avec des valeurs comprises entre 315 et 330 $J.g^{-1}$. Le retard observé pour le pic exothermique ne semble donc pas avoir d'influence sur le dégagement de chaleur total pendant l'essai.

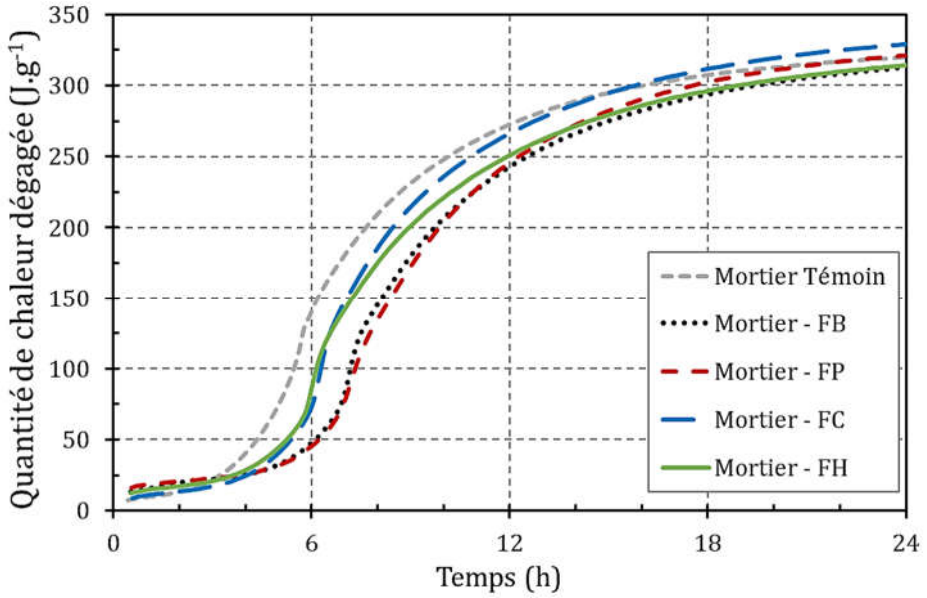


Figure 4-28 : Quantité de chaleur dégagée cumulée des mortiers au cours du temps

Il a été montré que certains retardateurs de prise (tel que le saccharose) s'adsorbent de façon préférentielle sur les aluminates (Miller et Moslemi, 1991). Ces phases sont connues pour réagir en premier dans les matériaux cimentaires. Le retard de prise constaté sur la Figure 4-27 pourrait donc s'expliquer par une inhibition du développement des aluminates (C_3A et C_4AF). Toutefois, ce sont les silicates (C_2S et C_3S) qui sont présents en plus grande quantité dans les ciments et qui sont responsables du développement des résistances mécaniques (Baroghel-Bouny, 1994). Les

extractibles des fibres ont pu s'adsorber principalement sur les aluminates, laissant les silicates se développer correctement pour former les C-S-H, expliquant ainsi les quantités de chaleur cumulées similaires observées sur la Figure 4-28.

4.4.2 Temps de prise sur pâte de ciment

4.4.2.1 Extraction des éluats des fibres

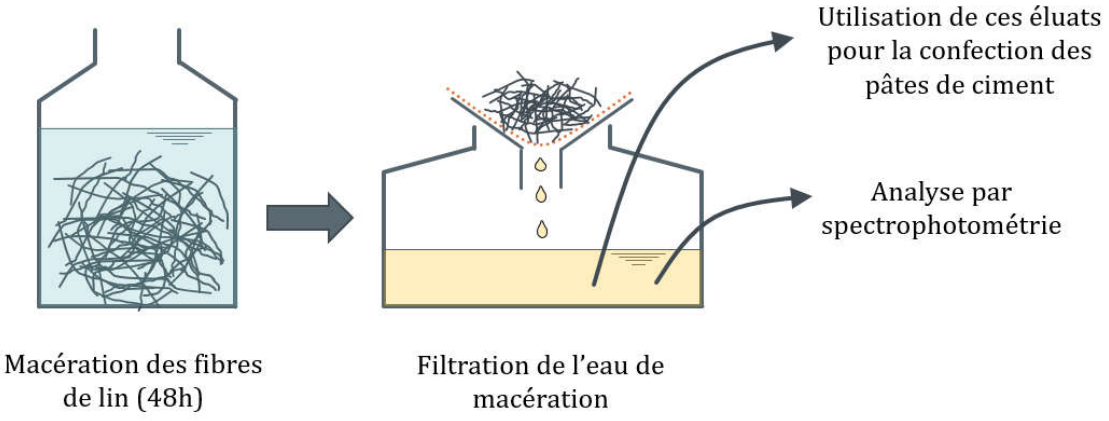


Figure 4-29 : Schématisation de la méthode de récupération des extractibles des fibres de lin

L'extraction des substances solubles des fibres de lin dans les mêmes conditions que dans le béton (pH, présence d'autres électrolytes, etc.) n'est pas aisée. Ainsi, afin de préparer les solutions contenant les substances organiques solubles (éluats), un échantillon de fibres de lin (brutes ou traitées) a été mélangé avec de l'eau courante afin de récupérer les constituants hydrosolubles (Figure 4-29). Le rapport eau efficace / fibres utilisé pour la préparation de l'extraction est le même que celui indiqué dans les formulations de mortiers (Tableau 4-2). A cette eau efficace a été ajoutée l'eau absorbée par les fibres de lin puisque cette eau ne pourra pas être récupérée après l'extraction. Les fibres et l'eau ont été introduites dans une bouteille en verre fermée de 1 litre et conservée à 20±1 °C et 50±10 %HR pendant 48h. En effet, Sedan a montré que la concentration d'oses neutres et d'acides uroniques se stabilisait après 24h (Sedan, 2007). Pour la récupération des solutions, une filtration sous vide a été réalisée (100 µm) (Figure 4-30).

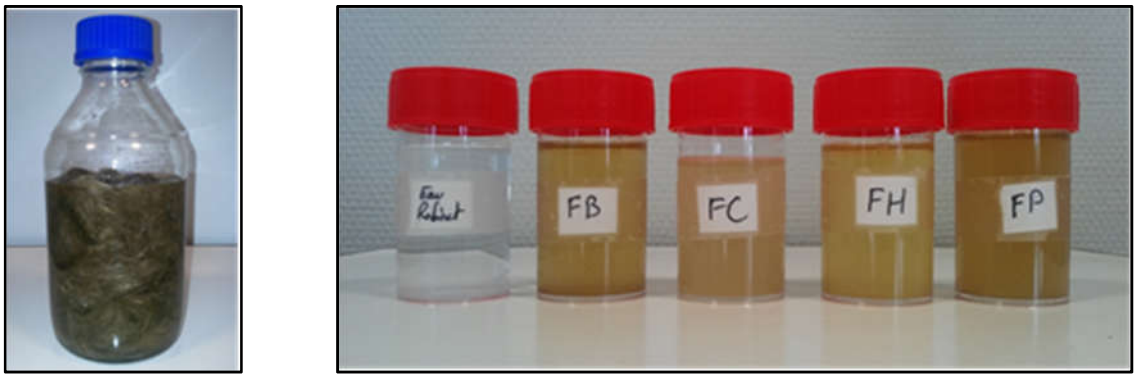


Figure 4-30 : Macération des fibres de lin (gauche) et solutions contenant les éluats des fibres (droite)

4.4.2.2 Consistances normalisées des pâtes de ciment

Les consistances normalisées des différentes pâtes de ciment ont d'abord été déterminées afin de pouvoir procéder à la mesure du temps de prise. Ces différentes pâtes de ciment ont été confectionnées à partir, soit de l'eau du robinet, soit des eaux contenant les éluats. Les résultats obtenus sont présentés dans la Figure 4-31.

Pour la pâte de ciment référence, utilisant uniquement de l'eau du robinet, la consistance normalisée (d = 6 mm) est obtenue pour un rapport E/C égal à 0,315. Ceci traduit une augmentation de la viscosité de la pâte de ciment. Cette augmentation de la viscosité peut être due à la présence de polysaccharides dans la pâte. En effet, les fibres végétales contiennent différents polysaccharides (Sedan, 2007). Les polysaccharides naturels ou leurs dérivés sont connus pour agir comme des agents viscosant qui modfie le comportement rhéologique des matériaux cimentaires (Ghio, Monteiro, et Demsetz 1994). Sedan a montré que des polysaccharides étaient présents en solution après lixiviation aqueuse des fibres de chanvre (Sedan, 2007). La présence de ces sucres dans l'eau d'extraction des fibres pourrait donc expliquer l'augmentation de viscosité constatée pour la pâte de ciment FB. En effet, la pâte de ciment obtenue à partir de l'eau d'extraction des fibres de lin brutes (FB) nécessite un rapport E/C plus élevé, égal à 0,325 pour atteindre la consistance normalisée. Les autres pâtes de ciment obtenues avec l'eau d'extraction des fibres traitées (FP, FC et FH) nécessitent également un rapport E/C plus important, respectivement 0,325, 0,33 et 0,32. Le traitement à l'huile de lin semble, au vu de cet essai, être plus efficace pour limiter la migration des extractibles des fibres vers la solution puisque la pâte de ciment réalisée avec cette eau possède le rapport E/C le plus proche de la pâte de ciment référence.

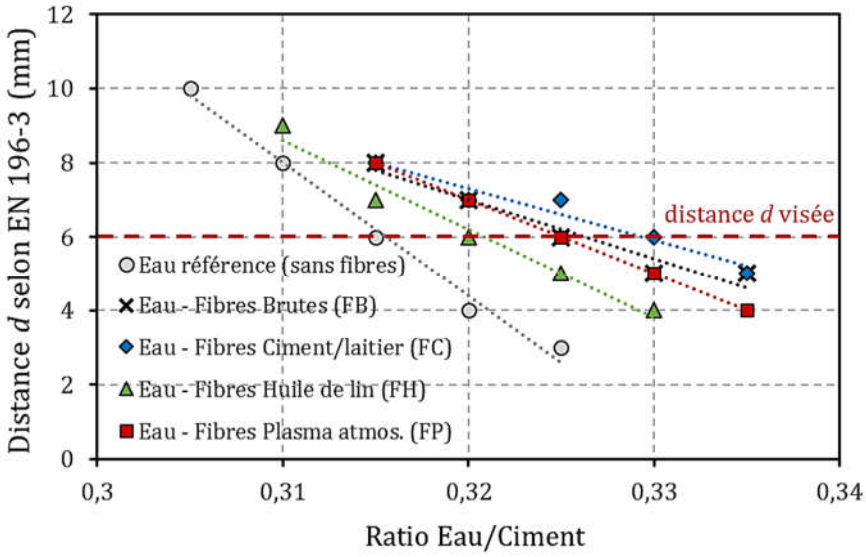


Figure 4-31 : Evolution de la consistance normalisée des pâtes de ciment en fonction du rapport E/C

4.4.2.3 Temps de début de prise des pâtes de ciment

L'essai Vicat a été mené sur les cinq pâtes de ciment étudiées précédemment. Les résultats obtenus sont présentés dans la Figure 4-32.

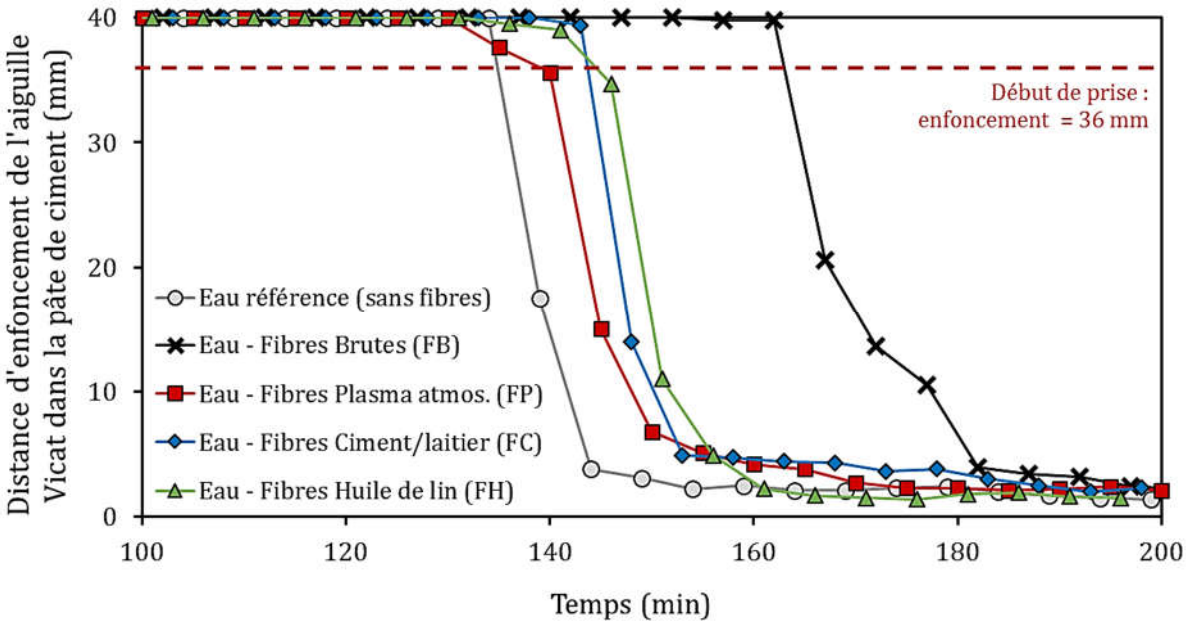


Figure 4-32 : Temps de début de prise mesurés avec l'appareil Vicat sur les pâtes de ciment

Comme attendu, c'est la pâte de ciment référence, fabriquée avec l'eau du robinet, qui a le temps de début de prise le plus faible, égal à 135 min. A l'inverse, c'est la pâte fabriquée avec l'eau contenant les éluats des fibres brutes qui obtient le temps de prise le plus long, égal à 163 min. L'écart relatif entre ces deux valeurs est de 21 %. Concernant les extractibles, un certain nombre de classes de molécules sont régulièrement désignées comme étant responsables de l'incompatibilité des résidus lignocellulosiques avec le ciment. C'est le cas des sucres simples, dont le glucose, qui présente un fort pouvoir inhibiteur (Miller et Moslemi, 1991). En effet, ces sucres ont un pouvoir inhibiteur de prise et ont donc pour conséquence de retarder la prise du ciment et de diminuer la quantité des hydrates formés dans le composite durci (Govin *et al.*, 2006). La présence de polysaccharides dans les eaux utilisés après lixiviation des fibres pourrait donc expliquer le retard de prise constaté sur la pâte FB.

Les autres pâtes de ciment obtenues à partir des solutions aqueuses de fibres traitées, à savoir FP, FC et FH, donnent respectivement des temps de début de prise de 139, 143 et 144 minutes. Ces valeurs sont relativement proches les unes des autres et se rapprochent de celles de la pâte de ciment référence à 135 min. Il semblerait donc que les traitements permettent de diminuer la migration des extractibles dans les solutions, ce qui engendre un retard de prise plus faible. En effet, même si le taux de fibres brutes contenues dans les fibres traitées est plus faible, le retard de prise semble tout de même diminuer significativement.

4.4.2.4 Analyse des éluats

4.4.2.4.1 Méthode de dosage colorimétrique des glucides

L'ensemble de ces dosages est réalisé par la méthode de spectrophotométrie UV. Le spectrophotomètre utilisé dans cette étude est de type Lambda 25 UV-Visible (Perkin Elmer). Cet appareil permet la mesure de l'absorbance d'une substance en solution limpide à une longueur

d'onde donnée. L'absorbance est proportionnelle à la concentration des substances en solution si l'on se place à la longueur d'onde à laquelle la substance absorbe les rayons lumineux. C'est pourquoi la longueur d'onde est réglée en fonction de la substance à doser.

La quantification des sucres est réalisée par la méthode au phénol sulfurique (Dubois *et al.*, 1956) pour les oses neutres et la méthode au méta-hydroxydiphényl (m-HDP) pour les acides uroniques (Blumenkrantz et Asboe-Hansen, 1973). En raison des interférences liées à la présence d'acides uroniques, il est nécessaire d'appliquer la méthode de correction proposée par Montreuil *et al.* qui permet d'établir les quantités relatives d'oses neutres et d'acides uroniques (Montreuil *et al.*, 1963). Les détails de la méthode utilisée selon rassemblés dans l'Annexe 11.

4.4.2.4.1.1 Dosages des oses neutres

Le dosage des oses neutres a été effectué selon la méthode au phénol (Dubois *et al.*, 1956). A 500 µl de solution à doser, on ajoute 500 µl d'une solution aqueuse de phénol à 5%. Le mélange est ensuite agité vigoureusement, puis 2,5 ml d'acide sulfurique concentré est rapidement introduit dans le milieu réactionnel. Après homogénéisation, le mélange est porté au bain-marie à 90°C durant 5 minutes. Les tubes sont refroidis et placés à l'obscurité pendant 30 minutes. Une coloration orange apparaît. La lecture des densités optiques est réalisée à 492 nm. Les quantités de sucres en solution peuvent être établies en comparaison avec une gamme étalon de glucose de concentration de 25, 50, 100 et 200 $mg.L^{-1}$.

4.4.2.4.1.2 Dosages des acides uroniques

Le dosage des sucres acides a été effectué selon la méthode à la m-HDP (Blumenkrantz et Asboe-Hansen, 1973). A 500 µl de solution à doser, on ajoute 3 ml d'une solution de tétraborate de sodium à 0,125M dans l'acide sulfurique concentré. Le mélange est ensuite agité vigoureusement. Les tubes sont ensuite portés à 90°C au bain-marie durant 5 minutes. Après refroidissement dans un bain de glace, on ajoute 50 µl d'une solution de m-HDP (métahydroxydiphényle) à 0,15% dans une solution de soude à 0,5%. Les tubes sont agités. Une coloration rose se développe alors pendant 5 minutes. La lecture des densités optiques est réalisée à 520 nm. Les quantités de sucres en solution peuvent être établies en comparaison avec une gamme étalon d'acide galacturonique de concentration 25, 50, 100 et 200 $mg.L^{-1}$.

4.4.2.4.2 Masses de produits lixiviés dans les solutions

Dans la Figure 4-33 sont présentées les masses de produits lixiviés mesurées au spectrophotomètre. Tout d'abord, la plus grande quantité d'oses neutres est mesurée pour les fibres brutes (FB), avec 25,6 $mg.g_{fibre}^{-1}$. Les fibres FP présentent une diminution d'environ 50 % de la quantité d'oses neutres. Les fibres FC et FH présentent quant à elles inférieures à 5 $mg.g_{fibre}^{-1}$. Une tendance similaire est observée avec les acides uroniques, excepté pour les fibres traitées à l'huile de lin (FH). La masse importante d'acides uroniques mesurée sur ces fibres peut être due à une lixiviation d'une partie de l'huile de lin polymérisée recouvrant les fibres. En effet, l'huile de lin est constituée d'acides gras, qui pourraient apparaître à la longueur d'onde de l'acide uronique au

spectrophotomètre et fausser les mesures de dosage des acides uroniques. Pour ces raisons, nous avons choisi ne pas tenir compte de cette mesure.

Les masses de produits lixiviés mesurées sur les éluats ont été comparé aux temps de début de prise mesurés avec l'appareil Vicat (Figure 4-32) sur les pâtes de ciment fabriquées avec les mêmes eaux contenant les produits lixiviés (Figure 4-34). A noter que le résultat de dosage des acides uroniques des fibres FH a été écarté de ce graphique, pour les raisons évoquées précédemment. Une relation entre la masse de produits lixiviés et le temps de début de prise des pâtes de ciment est mis en évidence. En effet, il apparait que plus la masse de produits lixiviés augmente (que ce soit les oses neutres ou les acides uroniques), plus le temps de début de prise est important. Nous avions fait précédemment l'hypothèse que ce retard de prise pouvait être dû à la présence de polysaccharides dans la pâte de ciment. Il semblerait donc au vu de ces résultats que des composés saccharidiques puissent être lixiviés et passer en solution, provoquant un retard de prise des composites cimentaires. Les retards d'hydratation constatés sur les mortiers par calorimétrie semi-adiabatique (Figure 4-27) semblent donc pouvoir s'expliquer par l'hypothèse émise précédemment.

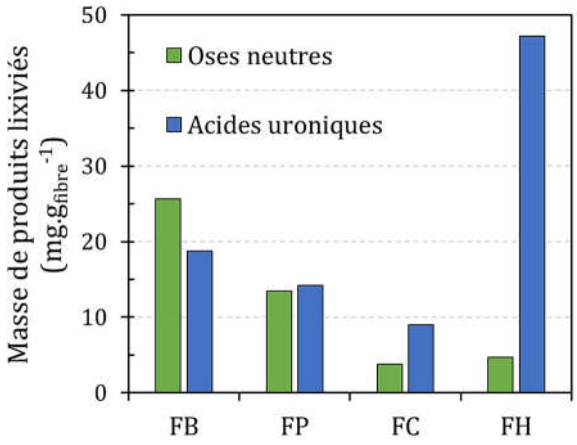


Figure 4-33 : Masse de produits lixiviés

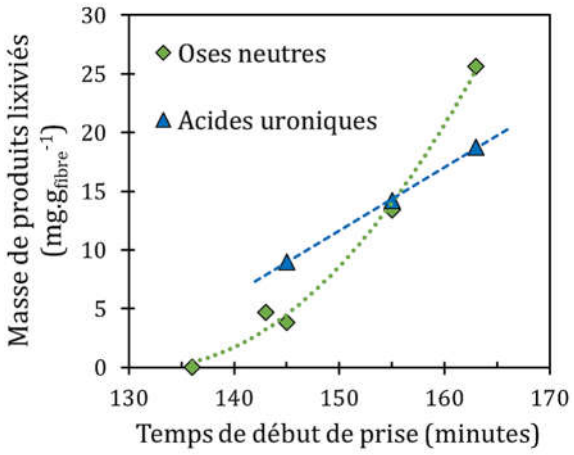


Figure 4-34 : Masse de produits lixiviés en fonction du temps de début de prise des pâtes

4.4.3 Analyses thermogravimétriques

Des analyses thermogravimétriques ont été menées sur les différents mortiers étudiés précédemment afin d'analyser plus en détails leur hydratation. Les courbes DTG sont présentées dans la Figure 4-35.

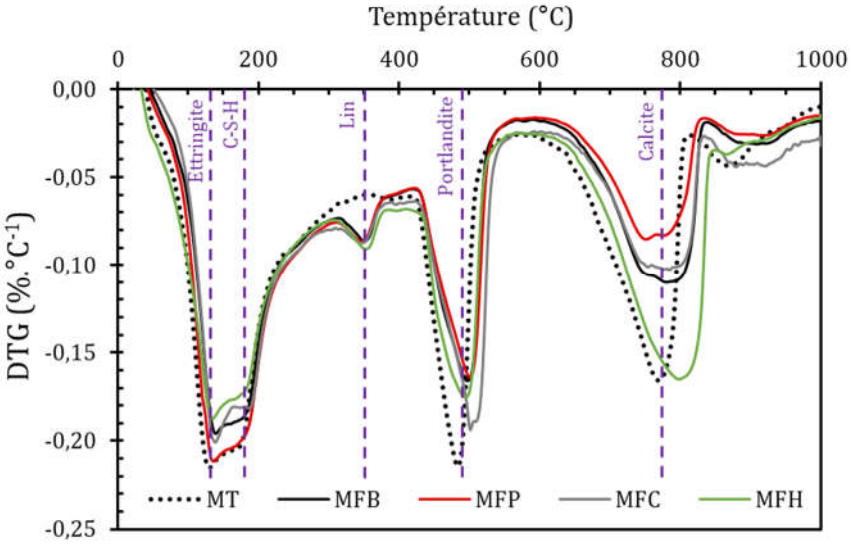


Figure 4-35 : Analyses DTG des mortiers après 90 jours de cure

Plusieurs zones sont identifiables sur ces courbes DTG :

- Entre 80 et 250 °C : le pic endothermique est en réalité composé de deux pics correspondant respectivement à la déshydratation de l'ettringite et à la déshydratation du gel de C-S-H.
- Entre 250 et 420 °C : le pic correspond à la combustion des fibres de lin présentes dans l'échantillon de mortier.
- Entre 420 et 550 °C : le pic est associé à la décomposition de la Portlandite $Ca(OH)_2$ en eau et chaux libre.
- Entre 550 et 1000 °C, il y a : décomposition du carbonate de calcium. La perte de masse correspond au départ du CO_2. Étant donné l'absence de carbonate de calcium dans le sable utilisé, sa présence dans les mortiers peut être due soit à la carbonatation partielle de la pâte de ciment après 3 mois de conservation, soit au calcaire utilisé comme constituant secondaire lors du broyage du clinker.

Concernant les pics correspondants aux différents hydrates des mortiers (ettringite, C-S-H et Portlandite), on observe des variations relativement faibles entre les différentes formulations. Le mortier MT semble toutefois être le composite qui a développé le plus d'hydrates puisqu'il possède les pics de C-S-H et de Portlandite les plus élevés. A l'inverse, ce sont les mortiers MFB et MFH qui semble développer le moins d'hydrates.

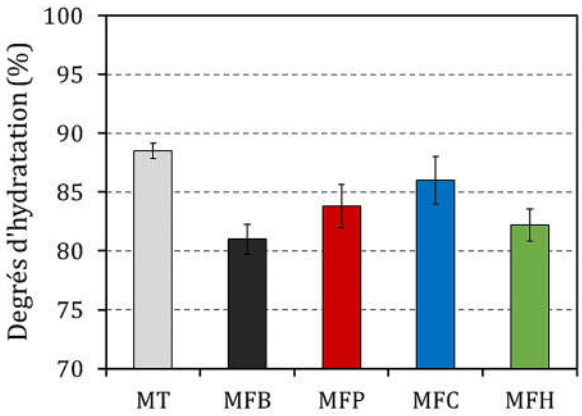


Figure 4-36 : Degrés d'hydratation des mortiers calculés à partir des courbes ATG

Ces observations sont confirmées par le calcul des degrés d'hydratation des mortiers à partir des courbes ATG (Figure 4-36). A noter que les degrés d'hydratation calculés ont été corrigés en prenant en compte la masse des fibres de lin (avec leur éventuel traitement). Le mortier référence (MT) possède effectivement le degré d'hydratation le plus élevé. L'incorporation de fibres de lin semble affecter de manière non négligeable l'hydratation du composite puisque tous les mortiers incorporant des fibres de lin ont un degré d'hydratation plus faible. Ce sont les mortiers à fibres brutes (MFB) et à fibres traitées à l'huile de lin (MFH) qui présentent les plus faibles degrés d'hydratation. Pour le premier, la présence de polysaccharides peut expliquer ce plus faible développement de l'hydratation. Pour les fibres traitées à l'huile de lin, il est tout d'abord possible que l'huile de lin ne permettent pas de limiter complètement le relargage des extractibles. En effet, sur la Figure 4-28, on note tout de même que MFH possède la quantité de chaleur cumulée la plus faible, avec MFB. Par ailleurs, il est possible que l'huile de lin, additif d'origine végétale, perturbe également le développement des hydrates du ciment au cours du temps. C'est le traitement au ciment/laitier (MFC) qui semble être le plus efficace pour retirer les résidus de polysaccharides des fibres, et pour isoler chimiquement la fibre de la matrice cimentaire puisque le degré d'hydratation de ce mortier est relativement proche du mortier témoin (sans fibres).

4.5 CONCLUSION

Plusieurs solutions de traitement des fibres de lin ont été étudiées dans ce chapitre. Cette nécessité de traitement s'explique par la forte capacité d'absorption d'eau des fibres de lin qui perturbe le comportement rhéologique des composites cimentaires à l'état frais mais aussi affecte les propriétés physiques et mécaniques à l'état durci. Trois solutions de traitements ont été explorées : au plasma atmosphérique, un enrobage minéral au ciment/laitier et un enrobage à l'huile de lin. Ces traitements ont fait l'objet d'optimisation avant l'incorporation des fibres dans les mortiers.

Les comportements hygroscopique et hydroscopique des fibres de lin ont été étudiés. Il est apparu que les fibres de lin absorbent effectivement de grandes quantités d'eau et ce de manière très rapide (jusqu'à 140 % en masse). Le traitement au plasma atmosphérique a permis de modifier

la cinétique d'absorption d'eau mais pas la capacité de rétention. A l'inverse, l'huile de lin est le seul traitement qui permet réellement de diminuer la capacité d'absorption d'eau tandis que le traitement d'enrobage au ciment/laitier ne la modifie pas. Il est apparu la nécessité de prendre en compte la présence du traitement dans l'interprétation des résultats et donc de rapporter les mesures à la masse de fibres brutes uniquement. La non prise en compte des produits du traitement pourrait conduire à des interprétations erronées.

Le traitement au plasma atmosphérique a permis de montrer que l'absorption n'est pas la cause majeure des comportements rhéologiques rencontrés dans les composites à l'état frais. C'est la morphologie et en particulier la grande surface spécifique des fibres qui explique principalement les pertes de maniabilité. A l'état durci, les fibres de lin brutes ou traitées ont permis d'augmenter plus ou moins significativement les résistances en flexion des composites. La présence des fibres de lin rehausse la ténacité du mortier qui devient comparable à celle du matériau incorporant les fibres de verre en début de cure. Toutefois, cette action des fibres de lin est affaiblie au cours du temps jusqu'à disparaitre à moyen terme (90 jours). Aucun traitement n'a permis d'améliorer la durabilité des fibres de lin au contact de l'environnement fortement alcalin de la matrice cimentaire. Il apparaît donc nécessaire d'utiliser des liants alternatifs, avec des quantités moindres de Portlandite. Pour finir, nous avons également noté une influence des fibres de lin sur la prise et l'hydratation des mortiers. Les polysaccharides présents dans les fibres peuvent passer en solution et provoquer des retards de prise et agir comme inhibiteur d'hydratation du ciment.

CHAPITRE 5

Durabilité des bétons biofibrés et amélioration du comportement à long terme

5.1 INTRODUCTION

L'étude de la durabilité et du comportement sur le long terme des composites à renfort de fibres de lin est un des objectifs essentiels de ce programme de recherche. Contrairement aux travaux sur la formulation et les traitements de fibres, il existe peu de données dans la littérature scientifique sur la durabilité de ces matériaux.

Les résultats des deux chapitres précédents ont mis en évidence des verrous scientifiques en termes de durabilité de ces composites cimentaires biofibrés. Il apparaît que les traitements expérimentés dans ce travail ne permettent pas d'améliorer leur comportement sur le long terme. Toutefois, les bétons élaborés dans ce travail de recherche sont prévus pour une production industrielle dans une usine de bétons préfabriqués. L'application visée est celle des panneaux de façade. Des voies d'amélioration du comportement sur le long terme sont proposées dans ce chapitre, en incluant l'exposition de ces matériaux en conditions extrêmes, telles les cycles gel-dégel, les températures élevées ou les environnements chimiquement agressifs. L'amélioration de la durabilité de ces composites est donc un point essentiel pour leur viabilité dans la stratégie industrielle de l'entreprise.

5.2 AMELIORATION DU COMPORTEMENT SUR LE LONG TERME DES MORTIERS BIOFIBRES

Les chapitres précédents nous avons mis en évidence des points importants d'amélioration du comportement mécanique des composites cimentaires incorporant des fibres de lin, à savoir une pseudo ductilité induisant une résistance croissante à la propagation de fissure (effet de courbe étudié ici en termes de l'indice de ténacité). Malgré ces résultats encourageants, il demeure un problème crucial quant à la durabilité des fibres végétales en contact avec une matrice cimentaire fortement alcaline. Après 12 mois de vieillissement naturel, Sedan a observé une modification significative du comportement en flexion quand bien même les propriétés mécaniques de la matrice cimentaire sont inchangées (Sedan, 2007). Des résultats similaires reportant cette fragilisation des bétons fibrés ont été obtenus par Mohr et al. sur des composites cimentaires incorporant de la pâte kraft (Mohr *et al.*, 2006). La plupart des auteurs ont également noté, en parallèle de la perte de ténacité, une augmentation de la résistance à la première fissuration (Akers et Studinka, 1989; Kriker *et al.*, 2008; Soroushian *et al.*, 1994). Des observations similaires ont été mentionnées dans le chapitre précédent, sur les mortiers à renfort de fibres de lin brutes et traitées. Ces pertes de ténacité sont constatées dès 28 jours de cure, avec l'apparition d'un comportement fragile après 90 jours de cure.

La perte de ténacité des composites cimentaires biofibrés a été expliquée par la dégradation des fibres végétales au contact de la matrice cimentaire. Cette dégradation est associée à une dissolution partielle ou totale de la cellulose, des hémicelluloses et de la lignine par une hydrolyse alcaline (Gram, 1983; Toledo Filho *et al.*, 2000). De plus, des auteurs ont souligné une dégradation intense des fibres végétales en contact avec de l'hydroxyde de calcium. La précipitation de la

Portlandite ou du carbonate de calcium à la surface ou dans les pores des fibres végétales conduit à la fragilisation de ces fibres (Bentur, 2007; Gram, 1983).

L'autre option pour améliorer le comportement sur le long terme des composites biofibrés pourrait consister à modifier la matrice afin de réduire son agressivité vis-à-vis des fibres de lin. En effet, comme la dégradation est due au pH extrêmement basique de la matrice cimentaire et à la présence d'hydroxyde de calcium (à l'interface fibre matrice, la Portlandite provoque une hydrolyse des constituants principaux des fibres tels la cellulose (Toledo Filho et al. 2000)), notre stratégie consiste à remplacer partiellement ou totalement le ciment Portland utilisé pour la confection des mortiers par des liants alternatifs comme le métakaolin, le laitier de hauts fourneaux, ou encore le ciment sulfo-alumineux. Nous détaillons ci-après les protocoles utilisés dans le cadre de cette stratégie, puis nous discutons les résultats obtenus en soulignant les progrès réalisés ainsi que les nouvelles pistes d'amélioration possibles en ce qui concerne la durabilité des composites cimentaires biosourcés.

5.2.1 Formulation et élaboration des mortiers

5.2.1.1 Liants alternatifs

Dans le but d'améliorer la durabilité des composites cimentaires biofibrés, trois liants alternatifs différents ont été utilisés. Le premier est un ciment sulfo-alumineux, abrégé CŠA (Š = SO_3). Les principaux produits d'hydratation du CŠA sont l'ettringite, le monosulfoaluminate de calcium hydraté, la gibbsite ($AL(OH)_3$), et les silicates de calcium hydratés (C-S-H) (Winnefeld et Lothenbach, 2010). Ce liant est composé de clinker sulfo-alumineux (77%), de sulfate de calcium anhydre (18%) et de filler calcaire (5 %). Le CŠA a été utilisé en replacement total du ciment Portland, comme préconisé par le fabricant.

Les deux autres liants alternatifs utilisés sont le métakaolin (MK) et le laitier de hauts fourneaux (LHF). Ces liants minéraux ne peuvent pas être utilisés en substitution totale du ciment, mais seulement en tant qu'addition minérale, du fait de son caractère pouzzolanique. La réaction pouzzolanique est largement connue des cimentiers comme une réaction secondaire de la prise cimentaire. Elle s'effectue dans ce cas entre la Portlandite formée pendant la prise hydraulique et les aluminosilicates présents dans le ciment Portland. Typiquement, les produits d'une réaction pouzzolanique qui s'effectue à température ambiante vont être majoritairement des silicates de calcium hydratés (C-S-H) ou des aluminates de calcium hydratés. Deux taux de substitution du ciment Portland par ces additions minérales ont été étudiées : 15% et 30% pour le métakaolin ; 30% et 60% pour le laitier de hauts fourneaux.

5.2.1.2 Formulation

La notion de liant équivalent a également été utilisée pour la formulation de ces mortiers. En effet, le métakaolin et le laitier de hauts fourneaux sont considérés comme des additions minérales par la norme NF EN 2016-1/CN. La valeur du coefficient 'k' attribué à ces liants est égale à 1,0 pour MK et 0,9 pour LHF. Le ciment Portland a été substitué avec une masse identique de CŠA.

L'approche pour la méthodologie de formulation est la même que celle des mortiers dans le chapitre précédent. Le ratio eau efficace / liant équivalent ($E_{eff}/L_{éq}$) constant a été fixé à 0,51. La longueur des fibres de lin, là encore, a été fixée à 12mm compte tenu des résultats précédents. Les fibres de lin n'ont subi aucun traitement de surface particulier. Leur dosage a été fixé comme précédemment à 1,0 % en volume absolu par rapport au volume total de la gâchée. Leur dosage a été fixé comme précédemment à 1,0 % en volume absolu par rapport au volume total de la gâchée. Les compositions finales théoriques des différents mortiers fabriqués sont données dans le Tableau 5-1. Par ailleurs, les dénominations suivantes seront utilisées pour les mortiers avec les liants alternatifs :

- MT Mortier Témoin (non fibré)
- CIM100 Mortier renforcé de fibres de lin (MFB) contenant 100 % de ciment Portland
- CŠA100 MFB contenant 100 % de ciment sulfo-alumineux
- MK15 MFB contenant 15 % de métakaolin (MK) et 85 % de ciment Portland
- MK30 MFB contenant 30 % de métakaolin (MK) et 70 % de ciment Portland
- LHF30 MFB contenant 30 % de laitier (LHF) et 85 % de ciment Portland
- LHF60 MFB contenant 60 % de laitier (LHF) et 85 % de ciment Portland

Tableau 5-1 : Composition des mortiers biofibrés avec liants alternatifs (kg.m^{-3})

	MT	**CIM100**	**CŠA100**	**MK15**	**MK30**	**LHF30**	**LHF60**
Ciment	508,6	508,6	-	432,3	356,0	356,0	203,4
Addition minérale	-	-	508,6	76,3	152,6	169,5	339,1
Superplastifiant	5,1	5,1	5,1	5,1	5,1	5,1	5,1
Agent viscosant	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Eau	258,9	278,2	278,2	278,2	278,2	278,2	278,2
Sable 0/4	1525,7	1446,7	1433,2	1424,9	1403,0	1423,6	1400,4
Fibres de lin	0	15,2	15,2	15,2	15,2	15,2	15,2
Masse volumique théorique (kg.m^{-3})	2300,8	2256,3	2242,8	2234,4	2212,5	2250,4	2244,3

5.2.1.3 Malaxage, confections d'éprouvettes et conditions de cure

Les méthodes utilisées pour le malaxage, la mise en œuvre et la cure des mortiers biofibrés incorporant des liants alternatifs sont identiques à celles pratiquées précédemment pour les mortiers à renfort de fibres de lin brutes ou traitées.

5.2.2 Propriétés à l'état frais

Les propriétés des mortiers à l'état frais sont présentées dans le Tableau 5-1. Comme noté précédemment, l'addition de fibres de lin augmente de manière significative la teneur en air des mortiers, ce qui entraîne donc une diminution de la masse volumique. Le mortier référence (MT) a une teneur en air égale à 1,81±0,63%, alors que les mortiers biofibrés ont des teneurs en air

comprises entre 5,95±0,81% et 8,14±1,29% ; soit une augmentation d'environ 250 à 350%. Cependant, les variations de teneur d'air occlus entre les formulations incorporant des fibres de lin brutes ne sont pas significatives.

Tableau 5-2 : Propriétés à l'état frais des mortiers avec liants alternatifs

	MT	**CIM100**	**CŠA100**	**MK15**	**MK30**	**LHF30**	**LHF60**
Masse volumique à l'état frais (kg.m^{-3})	2256 ± 15	2119 ± 18	2071 ± 14	2053 ± 29	2074 ± 17	2082 ± 11	2093 ± 29
Teneur en air (%)	1,81 ± 0,63	5,95 ± 0,81	7,67 ± 0,64	8,14 ± 1,29	6,28 ± 0,79	7,46 ± 0,49	6,76 ± 1,30
Temps d'écoulement au maniabilimètre (s)	1,4 ± 0,3	22,9 ± 1,6	18,3 ± 3,5	18,4 ± 1,2	23,8 ± 2,6	7,2 ± 1,3	8,6 ±2,3
Etalement relatif à la table à chocs (%)	174,5 ± 7,8	14,0 ±1,4	19,3 ± 0,4	17,5 ± 4,9	14,5 ± 4,9	38,3 ± 4,6	31,5 ± 2,1

Par ailleurs, l'addition de fibres de lin affecte également la maniabilité des mortiers. Le mortier témoin (MT) a une consistance très fluide, avec un très faible temps d'écoulement (1,4±0,3 secondes) et un étalement à la table à chocs élevé, égal à 174,5±7,8%. On note une modification radicale de l'ouvrabilité des mortiers lors de l'incorporation de fibres de lin puisque le temps d'écoulement est fortement augmenté et l'étalements à la table à chocs considérablement réduit. Les mortiers CIM, CŠA et MK présentent des résultats similaires en termes de maniabilité, avec une consistance très ferme. Cependant, la substitution du ciment par 30% et 60% de laitier de hauts fourneaux semble améliorer l'ouvrabilité des mortiers biofibrés. En effet, les mortiers LHF30 et LHF60 présentent des temps d'écoulement réduits de 69% et 62%, respectivement, par rapport au mortier CIM100. D'autres auteurs ont également observé une amélioration notable de l'ouvrabilité de mortiers et bétons lors de la substitution du ciment par du laitier de hauts fourneaux (LHF). Ceci est attribué à la plus lente hydratation du LHF et à sa demande en eau réduite (Ling et Poon, 2014; Tamilarasan *et al.*, 2012).

5.2.3 Propriétés à l'état durci

5.2.3.1 Porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente sèche

Les valeurs de porosité accessible à l'eau et les masses volumiques apparentes sèches des mortiers avec les liants alternatifs sont données dans la Figure 5-1. On note là encore une importante augmentation de la porosité accessible à l'eau avec les mortiers incorporant des fibres de lin. En effet, alors, que le mortier témoin (MT) a une porosité de 13,8±0,3, les autres mortiers biofibrés ont des porosités comprises entre 20,3±0,6 et 25,3±0,5, soit une augmentation relative de la porosité comprise entre 47 et 83 %. On note également une très bonne corrélation linéaire entre la masse volumique et la porosité accessible à l'eau. Plus cette dernière augmente, plus la masse volumique diminue. Par ailleurs, la substitution du ciment Portland par d'autres liants semble faire augmenter la porosité des mortiers. Ceci est plus marqué avec le laitier de hauts fourneaux et le

ciment sulfo-alumineux, dont les taux de substitution sont plus élevés. Pour le mortier CŠA100, la porosité mesurée est de 24,9±0,2, soit une augmentation de 23 % par rapport au mortier CIM100. D'autres auteurs ont également constaté une augmentation de la porosité accessible à l'eau sur mortier normalisé lors de l'utilisation de CŠA par rapport au ciment Portland (Janotka *et al.*, 2003). Ceci est attribuée à l'augmentation importante des micropores de tailles comprises entre 100 et 500 µm. En effet, selon cette étude, cette gamme représente plus de 50 % du volume du matériau dans le cas d'un ciment sulo-alumineux bélitique (semblable à celui de notre étude) tandis qu'elle ne représente que 5 à 10 % dans le cas d'un mortier avec ciment Portland. D'autre part, une étude récente a également montré que les bétons fabriqués à partir de laitier de hauts fourneaux peuvent présenter des porosités plus importantes que les bétons réalisés avec du ciment Portland, attribuée à une plus faible cohésion entre les grains de silice (Houzé, 2013).

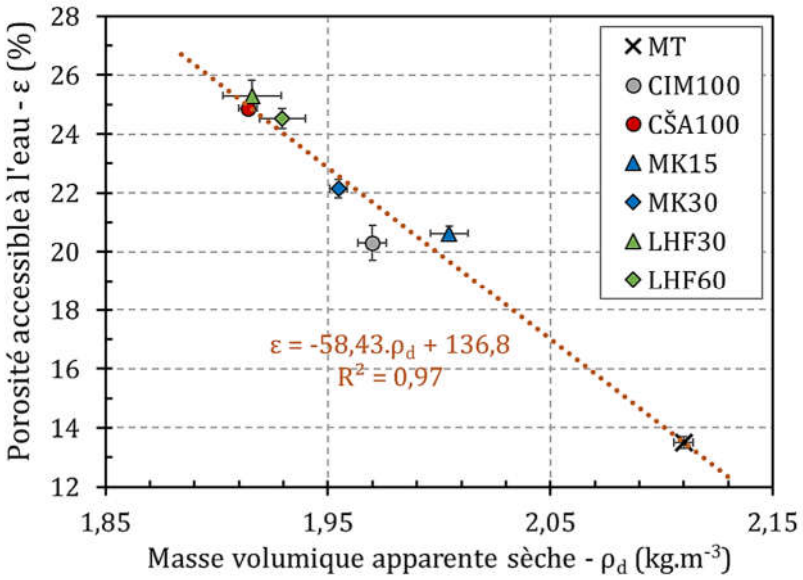


Figure 5-1 : Porosité accessible à l'eau des mortiers en fonction de la teneur en air

5.2.3.2 Résistance en compression

Les valeurs de résistance à la compression des mortiers après 7, 28, 90 et 320 jours de cure sont présentées dans la Figure 5-2. Tout d'abord, on observe un développement croissant des résistances en compression pour tous les mortiers en fonction du temps de cure. Les mortiers MT et CIM100 présentent des valeurs de résistance à la compression plus au moins similaires à chaque échéance, bien que les résistances à plus court terme (7 et 28 jours) soient plus faibles pour le mortier CIM100. La teneur en air plus élevée de ce mortier, par rapport à MT, induit une teneur en ciment réelle plus faible, ce qui peut expliquer ce développement légèrement plus lent des résistances. Le mortier incorporant 100 % de ciment sulfo-alumineux (CŠA100) en lieu et place du ciment Portland présente une résistance à la compression à 320 jours, similaire au mortier CIM100. Toutefois, le développement des résistances semble être plus lent qu'avec le ciment Portland. En effet, la résistance à 7 jours du CŠA100 est d'environ 20 MPa tandis qu'elle est supérieure à 35 MPa pour CIM100. Le ciment sulfo-alumineux est pourtant connu pour avoir un développement rapide

des résistances (Quillin, 2001). Les problèmes d'hydratation constatés lors de l'utilisation de fibres de lin dans un composite cimentaire pourraient avoir un effet encore plus prononcé dans le cas du ciment sulfo-alumineux. En effet, les sucres peuvent provoquer des retards voire inhiber l'hydratation des ciments alumineux (Michel, 2009). Nous avons vu précédemment que des saccharides présents dans les fibres de lin pouvaient passer en solution dans la pâte de ciment et perturber l'hydratation. Ces mêmes extractibles pourraient également perturber de manière plus prononcée l'hydratation du CŠA. Par ailleurs, il a été montré que les ciments à forte teneur en phases aluminates étaient sensibles face à certains retardateurs de prise (tel que le saccharose) ces derniers s'adsorbant de façon préférentielle sur les aluminates (Ramachandran et Lowery, 1992). Le ciment sulfo-alumineux possède en effet une forte teneur en aluminates (Figure 2-8).

Les mortiers biofibrés incorporant partiellement du métakaolin et du laitier de hauts fourneaux développent également des résistances à la compression plus lentement que CIM100. Ce constat est néanmoins logique pour ces liants. En effet, ces deux additions minérales possèdent des propriétés pouzzolaniques. Ces réactions sont connues pour se mettre en place sur le long terme contrairement lors de l'hydratation du ciment (Michel, 2009). En effet, la réaction pouzzolanique consomme de l'hydroxyde de calcium, $Ca(OH)_2$, contrairement à l'hydratation du ciment Portland qui en libère. On peut noter que les résistances à 320 jours des mortiers MK15 et LHF30 sont supérieures à celles du mortier CIM100. Les taux de 15% de MK et 30% de LHF correspondent aux quantités maximales de substitution autorisées par la norme NF EN 206/CN pour un béton C30/37, avec une classe d'exposition XF1 (cahier des charges du béton du chapitre 3). Les performances en compression des mortiers avec ces taux de substitution sont tout à fait satisfaisantes. Cependant, les mortiers biofibrés avec les taux de 30% de MK et 60% de LHF, équivalents au double de la teneur autorisée par la norme, ont des résistances à la compression inférieures. Il est probable que la quantité de ciment par rapport à l'addition minérale soit trop faible, ce qui limiterait le développement des propriétés pouzzolaniques. Ces deux additions minérales conduisent donc à des performances intéressantes en compression, dans la limite des dosages recommandés par la norme NF EN 206/CN.

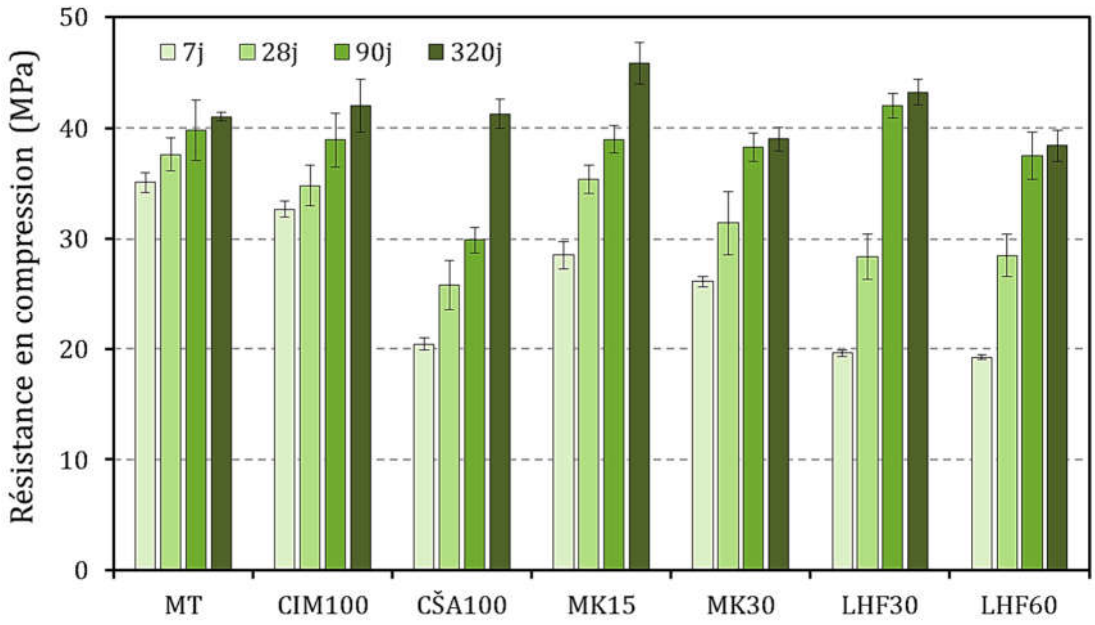


Figure 5-2 : Résistances à la compression des mortiers avec liants alternatifs

5.2.3.3 Comportement en flexion

Les résistances à la flexion des mortiers après 7, 28, 90 et 320 jours de cure sont présentées dans la Figure 5-3. Tout d'abord, le mortier incorporant du ciment sulfo-alumineux (CŠA100), les résistances à la flexion sont plus inféreieures au mortier biofibré à base de ciment Portland (CIM100), comme pour les résistances à la compression. On note toutefois que les résistances à 320 jours de ces deux mortiers sont proches puisque la résistance du mortier CŠA100 ne diminue pas entre 90 et 320 jours. Cela confirme l'intérêt du ciment sulfo-alumineux en remplacement du ciment Portland vis-à-vis des fibres végétales. Concernant la substitution du ciment par le métakaolin, comme pour les résistances à la compression, MK30 présente des résistances inférieures à celles de MK15. Pour ces deux mortiers, les résistances à la flexion sont relativement proches de celles du mortier CIM100 pour les échéances de 7 et 28 jours. Toutefois, pour les échéances de 90 et 320 jours, les résistances de MK15 et MK30 restent bien inférieures à celles de CIM100. On notera par ailleurs que pour les deux mortiers avec la métakaolin, la résistance à la flexion n'a pas augmenté entre 90 et 320 jours. Pour la substitution du ciment par le laitier de hauts fourneaux, là aussi le mortier à plus fort taux de substitution (LHF60) présente des résistances inférieures à celles de LHF30. Les résistances à la flexion du mortier MK15 augmentent avec le temps de cure, mais là encore dans des proportions inférieures aux résistances en compression. Le mortier LHF30 présente toutefois une résistance après 320 jours de cure supérieure à celle du mortier CIM100. Le mortier LHF60 est celui qui présente les plus faibles résistances à la flexion. D'une manière générale, concernant les additions minérales (MK et LHF), il semblerait que plus le taux de substitution augmente, plus la résistance maximale à la flexion diminue.

Par ailleurs, on observe pour les mortiers MK et LHF un écart entre les résistances à la flexion à 7 jours et à 320 jours largement plus faible que pour la compression. Il est probable que pour ces

mortiers, la dégradation des fibres ne permet pas d'améliorer davantage la résistance à la flexion pour des échéances plus longues (90 et 320 jours), à l'inverse des résistances à la compression.

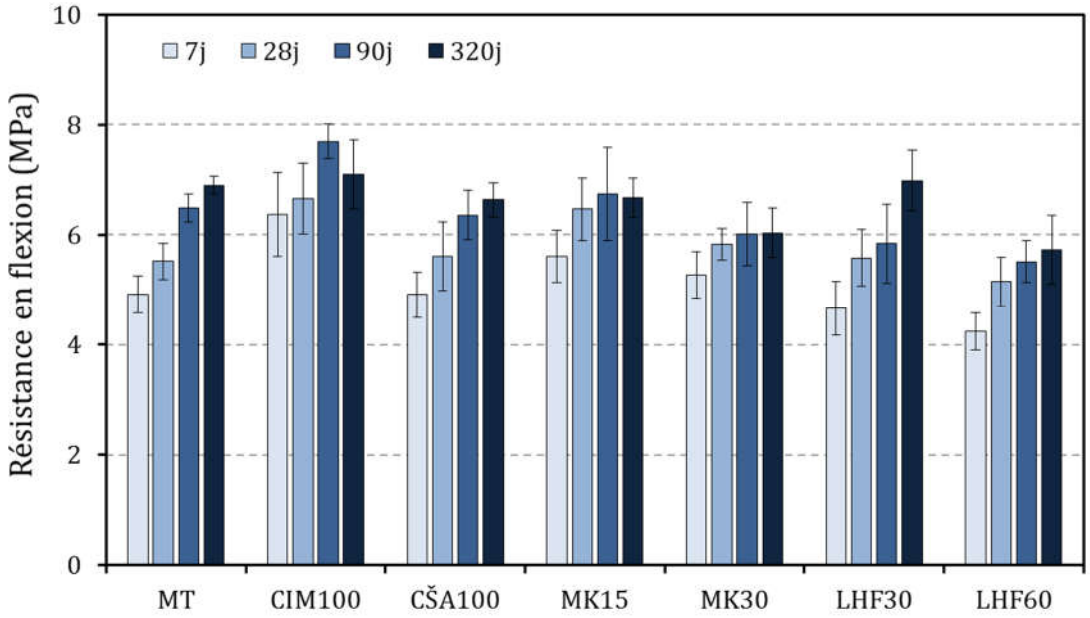


Figure 5-3 : Résistances à la flexion des mortiers avec liants alternatifs

L'étude des courbes contrainte-déplacement obtenues lors des essais de flexion 3 points permet d'évaluer l'effet des liants alternatifs sur le comportement des composites (Figure 5-6). Comme dans le chapitre précédent, l'addition de fibres de lin permet d'éviter la rupture fragile du composite (comme c'est le cas pour MT) et induit un caractère ductile. Après 28 jours de cure, on remarque sur les courbes contrainte-déplacement des mortiers contenant du ciment Portland (CIM100, MK et LHF) que la première fissure apparaît pour une déformation quasiment identique à celle du mortier témoin (MT), c'est à dire aux alentours 0,2%. Seul le mortier ne comportant pas de ciment Portland mais uniquement du ciment sulfo-alumineux (CSA-100) a une déformation de premier endommagement plus faible, aux alentours de 0,17%. C'est d'ailleurs avec ce mortier que les fibres ont l'effet le plus prononcé sur le comportement post-pic du composite. Ceci est une preuve supplémentaire que l'occurrence du premier endommagement est gouvernée par la nature (et la microstructure) de la matrice.

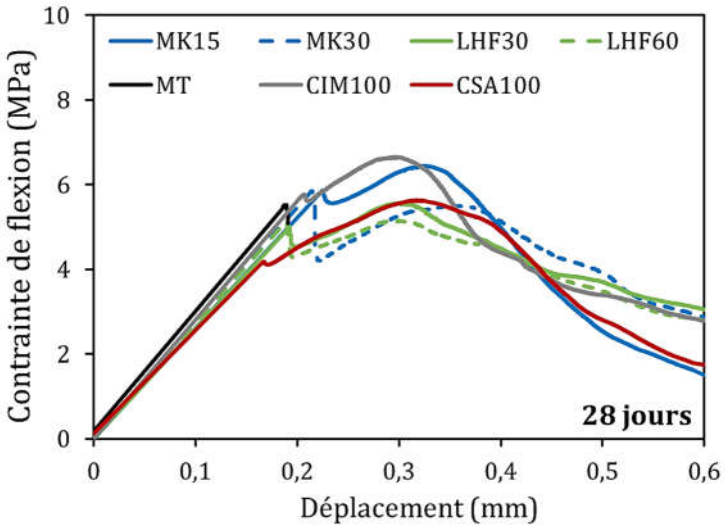


Figure 5-4 : Courbes contrainte-déplacement des mortiers après 28 jours de cure

Après 90 jours de cure, le mortier CIM100 a une résistance à la flexion élevée mais une rupture fragile (Figure 5-5). Le comportement ductile post-pic présent à 28 jours n'est plus perceptible sur les courbes de CIM100 après 90 jours de cure. Les fibres (et l'état de l'interface fibre/matrice) ne permettent donc plus d'apporter une ductilité au composite soumis à la flexion. L'hydrolyse alcaline des fibres de lin au sein de la matrice cimentaire et la minéralisation de celles-ci ainsi que le changement subséquent de l'état de l'interface fibre/matrice sont très probablement à l'origine de cette perte de ductilité (Ramakrishna *et al.*, 2010; Yaremko, 2012). La substitution de 30 % de ciment Portland par du laitier de hauts fourneaux (LHF30) ne permet pas de conserver une ténacité après 90 jours de cure. Concernant les mortiers avec 30 % ou 60 % de laitier de hauts fourneaux (LHF60), les courbes de flexion à 90 jours ne présentent pas de déformation post-pic notable. Le laitier de hauts fourneaux ne semble donc pas être un liant de substitution au ciment Portland suffisamment efficace pour limiter (sinon empêcher) la dégradation des fibres de lin. D'autres auteurs ont abouti aux mêmes conclusions concernant le remplacement du ciment par du laitier de hauts fourneaux sur des composites cimentaires à renfort de fibres de sisal ou de coco (Toledo Filho *et al.*, 2003). Ces auteurs attribuent ces résultats à la diminution insuffisante de l'alcalinité de la solution interstitielle. Cependant, après 90 jours de cure, le métakaolin semble plus efficace que le laitier de hauts fourneaux malgré des taux de substitution plus faibles. On note d'ailleurs que pour le métakaolin, plus le taux de substitution augmente, plus les courbes contrainte-déplacement présentent un comportement ductile important après l'apparition de la première fissure, et donc une ténacité plus élevée. L'utilisation de métakaolin semble donc permettre une amélioration de la durabilité des fibres de lin dans les composites par rapport au ciment Portland après 90 jours de cure. Pour finir, le mortier fabriqué avec 100% de ciment sulfo-alumineux (CŠA100) a un comportement post-pic après 90 jours de cure semblable à celui observé à 28 jours. Ce mortier est le seul pour lequel la résistance à la flexion post-pic dépasse la résistance à l'apparition de la première fissure. Ceci témoigne d'une bonne adhésion entre la fibre de lin et la matrice.

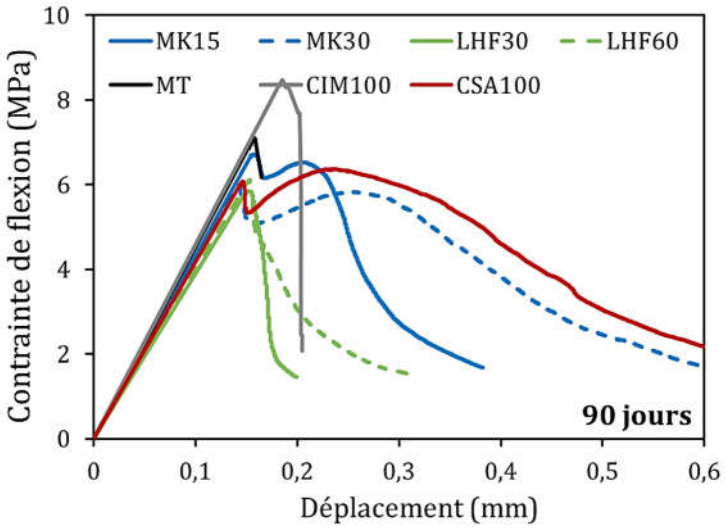


Figure 5-5 : Courbes contrainte-déplacement des mortiers après 90 jours de cure

Les courbes contrainte-déplacement des essais de flexion menés après 320 jours de cure confirment les observations faites sur les mortiers LHF (Figure 5-6). Les mortiers LHF30 et même LHF60 ont un comportement post-pic identique à CIM100, ce qui indique bien l'inefficacité du laitier de hauts fourneaux pour améliorer la durabilité des fibres végétales dans un environnement fortement alcalin. On note également que les mortiers fabriqués avec du métakaolin ont perdu en ductilité. En effet, le mortier MK15 a un comportement quasi-fragile à 320 jours. Le mortier MK30 semble conserver une ténacité significative, qui est cependant très inférieure à celle que l'on pourrait estimer sur les courbes à 90 jours. Il semblerait donc que la substitution partielle du métakaolin ne permet pas d'éviter la dégradation des fibres de lin. Toutefois, cette addition minérale permet de ralentir considérablement cette dégradation par rapport à une matrice composée exclusivement de ciment Portland. En revanche, le mortier CŠA100 conserve après 320 jours de cure une ductilité très importante, et une contrainte de flexion post-pic qui dépasse la résistance à l'apparition de la première fissure. Ceci reflète un bon état de l'interface fibre/matrice et augure une bonne durabilité du composite.

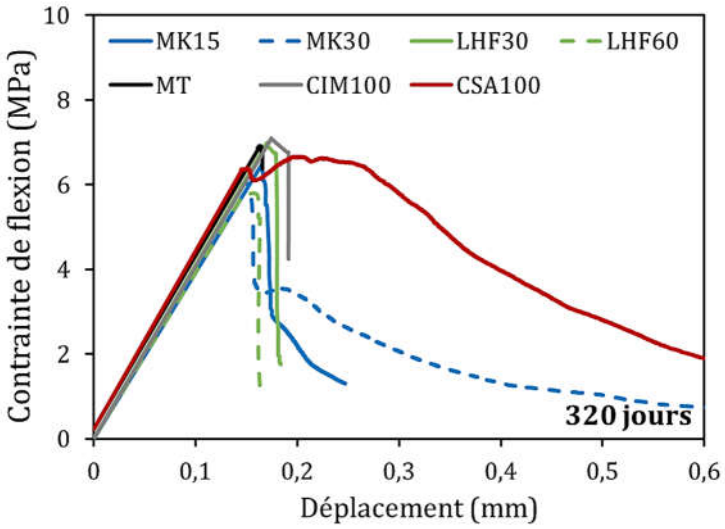


Figure 5-6 : Courbes contrainte-déplacement des mortiers après 320 jours de cure

5.2.3.4 Ténacité

Les indices de ténacité I_5 des mortiers incorporant des liants alternatifs ont également été calculés, à partir des courbes contrainte-déplacement des essais de flexion 3 points. Les valeurs de ces indices sont données dans la Figure 5-7.

Au bout de 7 jours de cure, à l'exception du mortier témoin (MT), tous les mortiers renforcés de fibres de lin ont des indices de ténacité équivalents, compris entre 4,73±0,24 (CŠA100) et 5,19±0,52 (MK15). La vitesse de décroissance de la ténacité est la même pour tous les matériaux sauf le CŠA100 qui a une meilleure tenue. Au bout de 7 jours les différences sont plus importantes entre les mortiers. C'est le mortier CŠA qui possède l'indice de ténacité le plus élevé, avec une valeur égale à 4,18±0,43, soit une diminution de 12 % par rapport à 7 jours. Les autres mortiers ont des valeurs relativement proches comprises entre 3,57±0,68 pour CEM100 et 3,84±0,39 pour MK15. Au-delà de 28 d'âge, les vitesses de décroissance (v) sont très différentes : v (CIM100) < v (LHF60) < v (LHF30) < v (MK30) < v (MT15) < v (CSA100). En particulier, on note qu'à partir de 90 jours de cure, le mortier fabriqué avec 100 % de ciment Portland affiche une ténacité nulle, ce qui témoigne d'une dégradation totale des fibres de lin par la matrice cimentaire. A cette même échéance, le mortier LHF30 affiche également une ténacité nulle. Ce taux de substitution du ciment est donc trop faible pour influer sur la durabilité du composite au-delà de 90 jours de cure. Avec 60 % de laitier de hauts fourneaux, le mortier LHF60 a une ténacité significativement réduite en comparaison avec celui à 28 jours, avec un indice I_5 égal à 2,19±0,27, soit une diminution relative de 39 % par rapport à l'échéance de 28 jours. Ces résultats confirment les observations faites sur les mortiers LHF au paragraphe 5.2.3.3. Concernant la substitution du ciment Portland par du métakaolin, on peut observer une diminution des valeurs de ténacité pour les mortiers MK15 et MK30, avec des indices I_5 respectivement égaux à 2,86±0,34 et 3,05±0,30. Ainsi, malgré une diminution non négligeable de la ténacité par rapport à l'échéance de 28 jours, la substitution du ciment par du métakaolin permet de conserver un caractère ductile pour les composites soumis à

la flexion. Le mortier CŠA affiche une ténacité encore très élevée à 90 jours, avec un indice de ténacité I_5 égal à 3,75±0,30. Ceci est cohérent avec les observations faites précédemment sur les courbes de flexion. Après 320 jours de cures les mortiers LHF30, LHF60 et MK15 ne possèdent plus de ténacité en flexion, tout comme le mortier CIM100. Le laitier de hauts fourneaux ne permet donc pas de conserver la ductilité des composites cimentaires biofibrés. Le mortier MK30 présente toujours une ténacité à 320 jours, malgré une diminution importante par rapport à l'échéance de 90 jours. Ainsi, le métakaolin ne permet pas de conserver une ductilité importante sur le long terme et d'améliorer la durabilité des fibres de lin. Toutefois, il permet de réduire considérablement la vitesse de dégradation des fibres de lin. Pour finir, seul le ciment sulfo-alumineux permet de conserver une ténacité importante sur le long terme pour les composites cimentaires renforcés de fibres de lin. En effet, le mortier CŠA possède un indice de ténacité de 3,59±0,39, soit une diminution de seulement 4 % par rapport à l'échéance de 90 jours. Le ciment sulfo-alumineux semble donc être le liant de substitution le plus intéressant pour les composites cimentaires biofibrés parmi le panel de produits expérimentés dans ce travail. Cependant ce résultat est loin d'être totalement satisfaisant puisque la durée de vie des ouvrages à construire est bien supérieure à 320 jours.

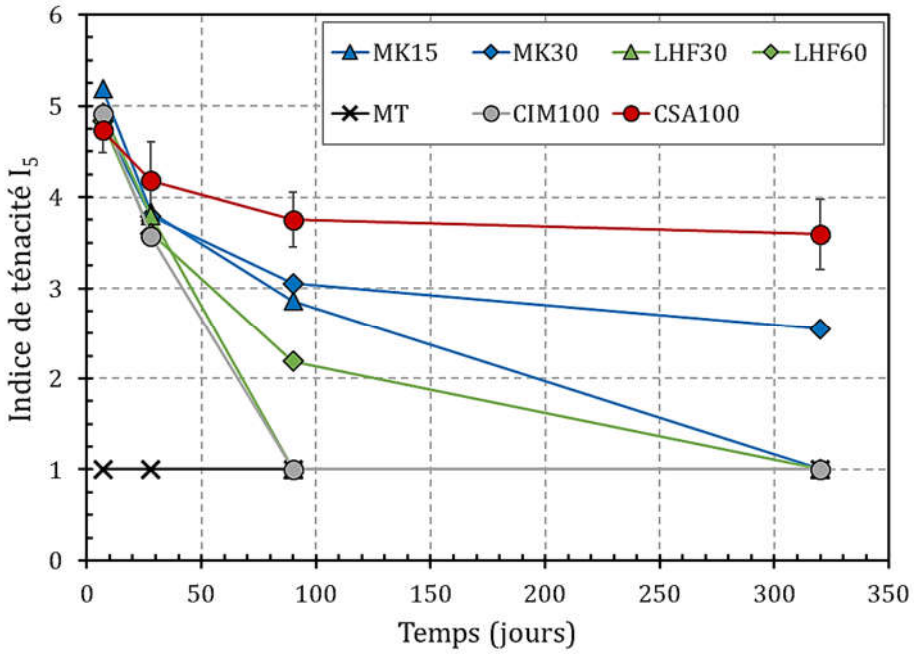


Figure 5-7 : Indices de ténacité I_5 des mortiers avec liants alternatifs en fonction du temps de cure

5.2.3.5 Analyses thermogravimétriques

Des analyses thermogravimétriques ont été faites sur ces mortiers après 90 jours de cure afin d'étudier l'hydratation des composites et de vérifier les résultats obtenus précédemment (Figure 5-8).

Pour le mortier CIM100, on peut distinguer différents pics sur la courbe DTG :

- vers 125-130 °C : perte de masse principale de l'ettringite ;
- vers 175-180 °C : déshydratation du gel de C-S-H ;
- vers 355 et 360 °C : décomposition de la cellulose et des hémicelluloses des fibres de lin ;

- vers 480 °C : décomposition de la Portlandite $Ca(OH)_2$ en chaux libre avec libération d'eau ;
- vers 700-800 °C : décomposition du carbonate de calcium.

Pour les mortiers incorporant partiellement du laitier de hauts fourneaux ou du métakaolin, on observe des pics endothermiques aux mêmes températures que pour le mortier CIM100. Les mortiers MK15, MK30, LHF30 présentent les pics de l'ettringite et des C-S-H semblables à ceux du ciment CIM100. La substitution du ciment Portland jusqu'à 30% n'a donc pas atténuer fortement les quantités d'ettringite et de C-S-H formées. Toutefois, les quantités d'ettringite et de C-S-H plus sont faibles pour le mortier LHF60, qui présente le taux de substitution très élevé. Il est probable que ce taux de substitution soit trop élevé, la quantité de ciment Portland n'étant plus suffisante pour permettre l'activation du laitier et permettre la réaction pouzzolanique de ce dernier (Berger, 2009). On note également pour ces deux additions minérales (MK et LHF) que plus le taux de substitution augmente, plus la quantité de Portlandite formée est faible. Ce résultat paraît logique puisque seul le ciment Portland va former le $CA(OH)_2$. Ainsi, plus la quantité de ciment présente est faible, moins la Portlandite pourra se former. De plus, la réaction pouzzolanique du métakaolin et du laitier consomme de l'hydroxyde de calcium, ce qui tend à faire diminuer la quantité de Portlandite formée (Garcia-Diaz, 1995). Concernant le ciment sulfo-alumineux, la courbe DTG du mortier CŠA présente un pic très important aux alentours de 130 °C, ce qui correspond à l'ettringite, hydrate principal du clinker sulfo-alumineux. Sont également présents dans ce même diagramme, la déshydratation du gypse vers 140°C et la perte de masse principale du monosulfoaluminate de calcium hydraté vers 180°C (Berger, 2009). On notera également vers 265 °C, la décomposition de la gibbsite (AH_3), hydrate spécifique du ciment sulfo-alumineux. Le pic de la Portlandite, plus ou moins intense pour les autres mortiers, est totalement absent pour le mortier CŠA puisque l'hydratation du ciment sulfo-alumineux n'entraîne pas de formation d'hydroxyde de calcium.

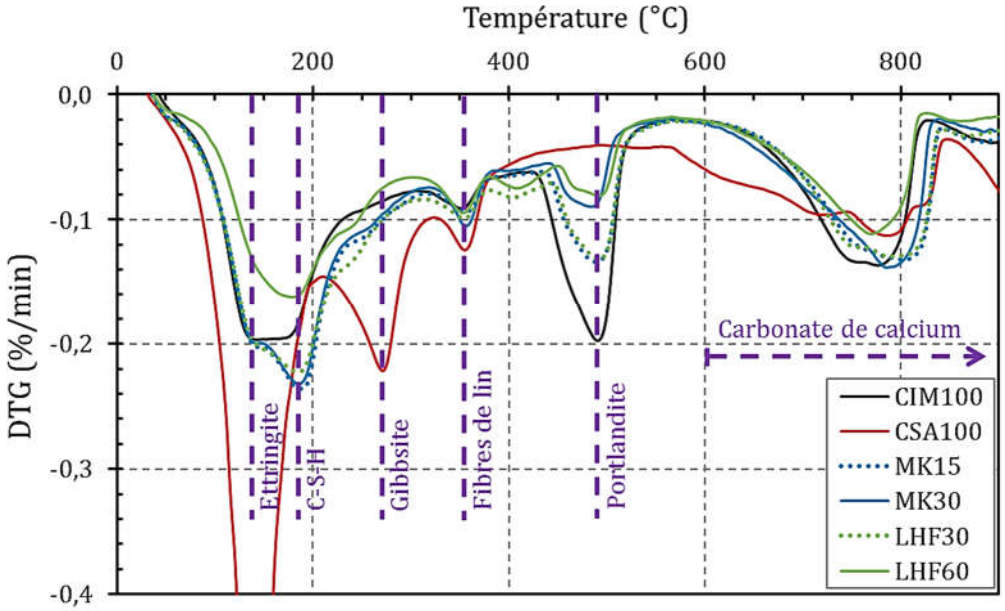


Figure 5-8 : Analyses thermogravimétriques (DTG) des mortiers avec liants alternatifs

La Figure 5-9 correspond à un zoom sur les pics associés aux fibres de lin dans les courbes DTG des différents mortiers. Ces pics se situent à environ 350-360 °C (Figure 5-8). Sur la Figure 5-9 on

relève des différences significatives d'intensité du pic endothermique des fibres de lin suivant les formulations de mortiers qui pourtant contiennent la même proportion volumique de fibres brutes, à savoir 1,0 %. Les pics sont plus faibles dans les mortiers CIM100, LHF30, LHF60 et MK15 ce qui signifie une quantité de cellulose (fibres de lin) présente plus faible. Le pic endothermique le plus intense est associé au mortier CŠA, vient ensuite le mortier MK30. Ceci traduit une dégradation des fibres de lin moins avancée dans CŠA que dans MK30. Ces résultats sont en accord avec les valeurs de ténacité présentées dans la Figure 5-7. C'est en effet le mortier CŠA qui présentait la meilleure ténacité à 90 jours, puis le mortier MK30. Les résultats des analyses thermogravimétriques confirment donc que les meilleures performances mécaniques en flexion de ces deux mortiers sont dues à une dégradation moins prononcée des fibres de lin. Par ailleurs, ils recoupent les intensités de la Portlandite dans ces mortiers (Figure 5-8). En effet, le mortier CŠA, qui présente les meilleures performances sur le long terme, ne contient pas de Portlandite ; la teneur en Portlandite a été considérablement réduite pour MK30, malgré un taux de substitution peu élevé. Des auteurs ont rapporté que l'hydrolyse alcaline des fibres de lin était provoquée par l'hydroxyde de calcium (Savastano *et al.*, 2002; Toledo Filho *et al.*, 2000). Les résultats obtenus expérimentalement ici semblent confirmer ces conclusions.

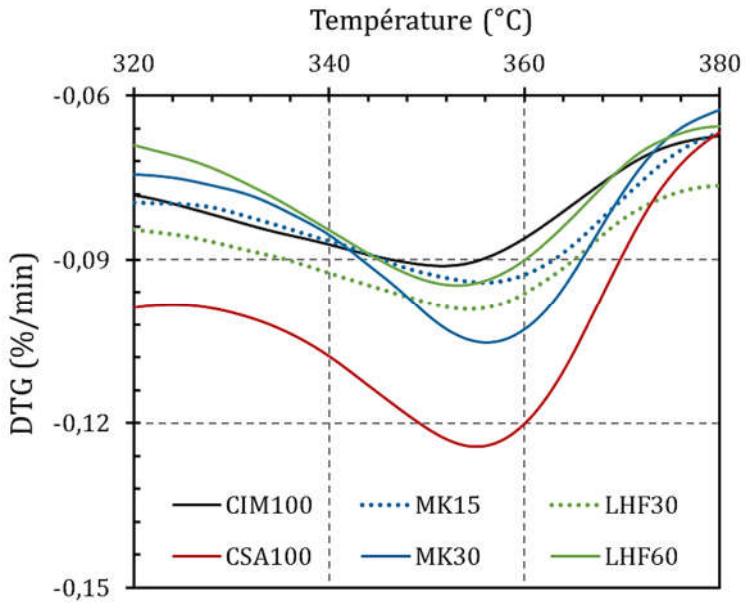


Figure 5-9 : Courbes DTG des mortiers avec liants alternatifs

5.2.3.6 Mesure du pH

Le pH des mortiers après 320 jours de cure a été mesuré ; les valeurs sont données dans le Tableau 5-3. Le mortier CIM100, utilisant uniquement du ciment Portland comme liant a un pH de 12,36 ± 0,06. La substitution du ciment par du métakaolin (MK) ou du laitier de hauts fourneaux (LHF) ne permet pas une réduction significative du pH du mortier. Toutefois, le mortier CŠA100 a un pH beaucoup plus faible, égal à 10,32 ± 0,07.

Tableau 5-3 : pH des mortiers après 320 jours de vieillissement

	CIM100	CŠA100	MK15	MK30	LHF30	LHF60
Valeur du pH	12,36 ± 0,06	10,32 ±0,07	12,26 ±0,05	12,20 ±0,05	12,26 ±0,06	12,17 ±0,04

Nous avions expliqué précédemment que le principal mécanisme à l'origine de la perte de ductilité des composites à renfort de fibres végétales est leur dégradation dans le milieu fortement alcalin de la matrice. Des études antérieures avaient montré que c'est en particulier en présence de l'hydroxyde de calcium (Portlandite) que la dégradation des fibres est la plus rapide et la plus importante (Juarez *et al.*, 2007; Toledo Filho *et al.*, 2000). La cristallisation de la chaux dans les pores des fibres immergées dans la solution d'hydroxyde de calcium affecte leur résistance en traction (Gram, 1983). D'après une autre étude, l'environnement le plus agressif pour les fibres semble être une solution d'hydroxyde de calcium (Ramakrishna et Sundararajan, 2005), ce qui est le cas pour le ciment Portland. Par ailleurs, le pH très élevé provoque une hydrolyse alcaline des constituants des fibres végétales (dissolution de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine) qui entraîne des divisions des chaînes moléculaires et la diminution du degré de polymérisation (Gram, 1983).

Ainsi, il semblerait, au vu des résultats précédents, que l'utilisation d'un ciment alternatif comme le ciment sulfo-alumineux (CŠA), permettrait de supprimer les causes de la dégradation des fibres de lin via la diminution du pH du milieu granulaire et la protection des fibres vis-à-vis de l'hydroxyde de calcium (Portlandite).

5.2.4 Synthèse

Plusieurs solutions de substitution du ciment Portland par des liants alternatifs ont été étudiées dans ce chapitre. Cette nécessité d'utiliser un nouveau liant résulte de la forte alcalinité de la matrice cimentaire qui engendre une dégradation importante des fibres de lin. Trois solutions préconisant des liants alternatifs ont été explorées : le laitier de hauts fourneaux, le métakaolin et le ciment sulfo-alumineux.

A l'état frais, l'utilisation des liants alternatifs n'affecte pas de manière significative la rhéologie des mortiers. Toutefois, le laitier de hauts fourneaux participe à améliorer la maniabilité des mortiers. A l'état durci, ces liants ont une influence sa la résistance à la compression des mortiers. Globalement, l'emploi de ces liants ralentit le développement de la résistance à la compression. En effet, les composites avec les liants alternatifs ont des résistances sur le court terme (7 et 28 jours) plus faibles que le mortier biofibré fabriqué avec 100 % de ciment Portland. Toutefois, après 90 jours de cure, les liants alternatifs permettent d'atteindre des résistances quasi-équivalentes au ciment Portland. Les résistances peuvent même dépasser celles de ce dernier. Par ailleurs, les liants alternatifs permettent de retarder la dégradation des fibres entre 28 et 90 jours. Sur le long terme, le CŠA et le métakaolin (30 %) permettent de conserver une ténacité significative. Cependant, le

laitier de hauts fourneaux ne semble pas être efficace pour limiter la dégradation des fibres de lin. L'efficacité du métakaolin et du ciment sulfo-alumineux pour améliorer le comportement sur le long terme des composites biofibrés a été confirmée par des analyses thermogravimétriques.

5.3 COMPORTEMENT DES BETONS BIOFIBRES EN CONDITIONS EXTREMES

5.3.1 Formulation et élaboration des bétons

5.3.1.1 Cahier des charges et formulations

Dans ce chapitre, le comportement des bétons incorporant des fibres de lin en conditions extrêmes est étudié. Quatre formulations différentes ont été réalisées :

- BT Béton Témoin (sans fibres)
- BFV Béton à Fibres de Verre
- BFLB Béton à Fibres de Lin Brutes
- BFLH Béton à Fibres de Lin Huilées (traitées à l'huile de lin)

Les quantités massiques de matériaux sont données dans le Tableau 5-4. Les dosages en fibres, en volume de pâte, en $E_{eff}/L_{éq}$, en ciment, etc… sont différents pour chaque béton, l'objectif étant de respecter le cahier des charges.

Tableau 5-4 : Composition des bétons (kg.m^{-3})

	BT	**BFV**	**BFLB**	**BFLH**
Ciment	340,0	340,0	470,0	470,0
Filler calcaire	95,0	95,0	156,0	156,0
Superplastifiant	3,40	3,40	4,70	4,70
Agent viscosant	1,70	1,70	2,35	2,35
Eau	185,6	185,6	240,1	241,1
Sable 0/4	758,4	756,4	615,9	611,4
Gravier 4/10	985,9	983,2	800,7	794,8
Fibres	-	5,0	4,6	8,4
Masse volumique théorique (kg.m^{-3})	2370,2	2370,0	2294,3	2288,7
Volume de pâte (L.m^{-3})	320	320	440	440
Taux de fibres (%vol.)	-	0,19	0,30	0,60
Type de fibres	-	Fibres de verre AR (36 mm)	Fibres de lin brutes (12 mm)	Fibres de lin huilées (12 mm)
A/(A+C)	0,22	0,22	0,25	0,25
$E_{eff}/L_{éq}$	0,480	0,480	0,447	0,447
$E_{tot}/L_{éq}$	0,521	0,521	0,482	0,484

Les bétons formulés pour cette étude n'ont pas le même taux volumique de fibres prédéterminé. En effet, ils doivent répondre au cahier des charges suivant :

- Résistance en compression à 28 jours > 30 MPa (Classe de résistance C30/37) ;
- Etalement au cône d'Abrams > 55 cm (autoplaçant).

Toutefois, on note des similitudes entre certaines formulations : les rapports $E_{eff}/L_{éq}$ ainsi que les volumes de pâte sont identiques pour BT et BFV avec des valeurs respectivement égales à 0,480 et 320 L.m^{-3}. C'est également le cas entre les bétons BFLB et BFLH, avec un ratio $E_{eff}/L_{éq}$ de 0,447 et un volume de pâte représentant 44,0 % du volume total. Les différences les plus importantes sont donc observées entre les bétons non-biofibrés et ceux biofibrés. Ceci découle des conclusions des chapitres précédents. La baisse considérable de la maniabilité des bétons à l'état frais du fait de la présence des fibres de lin contraint à une augmentation du volume de pâte, et donc de la quantité des fines (ciment et filler calcaire).

5.3.1.2 Propriétés à l'état frais des bétons

A l'état frais, les deux bétons non-biofibrés (BT et BFV) présentent des teneurs en air relativement faibles, respectivement égales à 1,30 ± 0,26 % et 1,40 ± 0,31 (Tableau 5-5). Concernant les bétons incorporant des fibres de lin, on peut observer la même tendance que précédemment, c'est-à-dire une diminution de la masse volumique et par conséquent une augmentation significative de la teneur en air, jusqu'à environ 4 % pour BFLH.

Tableau 5-5 : Propriétés des bétons à l'état frais

	BT	**BFV**	**BFLB**	**BFLH**
Air occlus (%)	1,30 ± 0,26	1,40 ± 0,31	2,49 ± 0,27	3,80 ± 0,43
Masse volumique à l'état frais (kg.m^{-3})	2339 ± 6	2337 ±7	2237 ± 6	2202 ± 10
Etalement (cm)	70,0 ± 2,1	66,0 ± 1,4	55,8 ± 0,4	57,0 ± 1,4

Les bétons BT et BFV sont également les plus fluides puisque des étalements importants ont pu être mesurés (Tableau 5-5). L'ajout de fibres de verre entraîne toutefois une légère baisse de maniabilité (Figure 5-10). Comme vu dans les chapitres précédents, l'incorporation des fibres de lin dans les bétons influence significativement la rhéologie du matériau. Les bétons BFLB et BFLH présentent des étalements légèrement supérieurs à la valeur à atteindre pour pouvoir être qualifiés de béton autoplaçant, à savoir 55 cm. Les étalements de ces bétons restent tout de même faibles étant donné la quantité importante de pâte qui les compose (440 L.m^{-3}). Toutefois, à partir des études menées dans le Chapitre 3, il a été possible de formuler des bétons biofibrés autoplaçants, avec des taux volumiques de fibres de lin comparables à BFV : 0,3 %vol. pour BFLB et 0,6 %vol. pour BFLH.

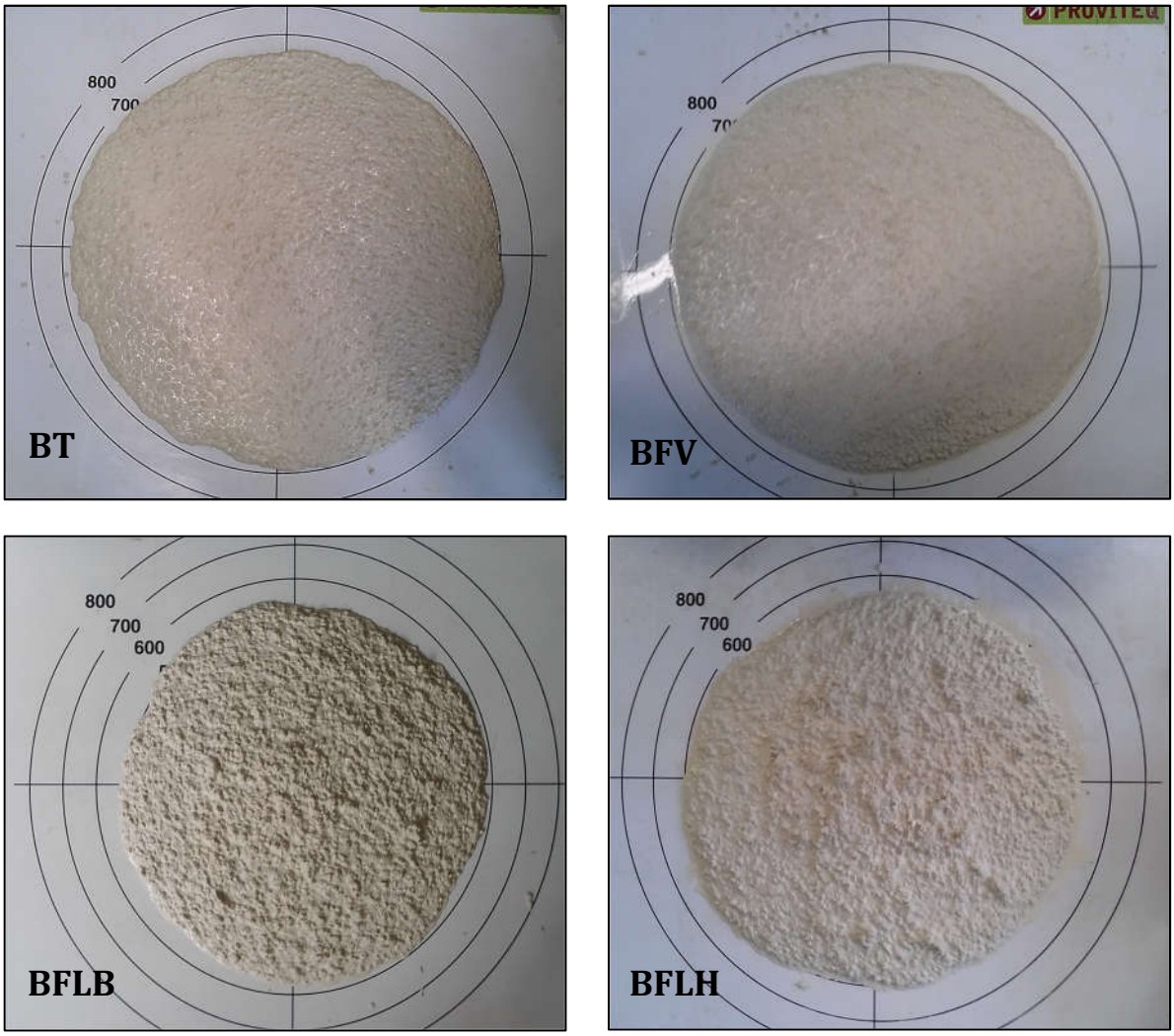


Figure 5-10 : Photographies d'essais d'étalement réalisés sur les bétons autoplaçants formulés

5.3.1.3 Propriétés à l'état durci des bétons

Le Tableau 5-6 présente les propriétés physiques à l'état durci des bétons testés dans cette étude. Pour les essais au gel-dégel, les échantillons testés étant des éprouvettes prismatiques de dimension 7×7×28 cm, la résistance à la compression des bétons est mesurée selon le même principe utilisé pour les éprouvettes de mortiers 4×4×16 cm. Après l'essai de flexion sur prismes 7×7×28 cm, les deux morceaux d'éprouvettes sont récupérés et testés par compression sous la forme de cube 7×7×7 cm. Pour les essais sous hautes températures, la résistance à la compression a été évaluée sur des éprouvettes cylindriques Ø11×22ht cm.

Les résistances à la compression des bétons sont relativement comparables entre les différentes formulations. Après 28 jours de cure, elles sont comprises entre 39,9±2,5 et 41,0±4,3 MPa, tandis qu'après 90 jours de cure, les résistances varient entre 45,2±1,7 et 51,2±1,2 MPa, soit des variations respectives de 13% et 25%. Les bétons répondent donc tous au cahier des charges fixé. Toutefois, ces deux bétons ont été testés en utilisant des éprouvettes de tailles et géométrie différentes. Des résistances plus élevées auraient été obtenus sur des éprouvettes cylindriques (Gonnerman, 1925).

L'ajout de 0,2% de fibres verre (BFV) permet d'augmenter la résistance à la flexion du béton d'environ 9% par rapport à BT. Avec une teneur de 0,3% en volume de fibres de lin brutes (BFLB), l'amélioration de la résistance à la flexion est de 19%, ce qui est en accord avec les résultats reportés dans les chapitres précédents. Toutefois, même à la teneur de 0,6%, de fibres de lin traitées à l'huile de lin (BFLH), les performances mécaniques sont en deçà de celles des bétons incorporant 0,3% de fibres brutes (augmentation de 10% par rapport à BT). Pour finir, les valeurs de porosité accessible à l'eau mesurées sont en accord avec les résultats obtenus dans le Chapitre 3. Alors que les bétons BT et BFV ont une porosité proche de 13%, les bétons biofibrés présentent des porosités aux alentours de 16-17%, soit une augmentation relative de l'ordre de 25-30 %. Cette porosité accrue est due à la présence des fibres de lin qui induit une plus faible compacité du matériau, et aussi à une teneur en pâte plus importante dans ces bétons.

Tableau 5-6 : Propriétés des bétons à l'état durci après la période de cure

	BT	**BFV**	**BFLB**	**BFLH**
Résistance en compression (MPa) Sur cubes 7×7×7 cm (28 j)	39,9 ± 2,5	38,4 ± 2,8	41,0 ± 4,3	40,4 ± 3,1
Résistance en compression (MPa) sur cylindres Ø11×22 cm (90 j)	51,2 ± 1,2	49,4 ± 0,1	48,5 ± 1,4	45,2 ± 1,7
Résistance en flexion (MPa) sur prismes 7×7×28 cm (28 j)	5,02 ± 0,06	5,45 ± 0,10	5,96 ± 0,11	5,55 ± 0,27
Porosité accessible à l'eau (%) après 90 jours de cure	12,77 ± 0,24	13,40 ± 0,21	16,28 ± 0,30	17,05 ± 0,27

5.3.2 Comportement des bétons biofibrés soumis aux cycles de gel-dégel

Un des défis de la recherche appliquée en génie civil est l'optimisation de la durée de vie des matériaux et structures. Dans ce contexte, la politique de surveillance des ouvrages d'art instaurée en France dans les années 1980 a mis en évidence les dégradations des bétons dues à l'action du froid (CIMbéton, 2004; LCPC, 2003). Le comportement au gel des bétons est donc un élément clé pour leur durabilité.

Les objectifs de cette étude sont d'étudier l'évolution des propriétés des bétons incorporant des fibres de lin soumis à des cycles de gel-dégel, et de comparer leur comportement avec un béton non fibré et un béton renforcé de fibres de verre. Nous présenterons d'abord l'essai de gel-dégel, puis nous décrirons l'évolution de l'endommagement au cours de cet essai. L'influence de la répétition des cycles sur les propriétés physiques et mécaniques des bétons sera également étudiée.

5.3.2.1 Résistance au gel des bétons : approche expérimentale

Il est généralement admis que l'accroissement de volume, de l'ordre de 9 %, accompagnant la transformation de l'eau en glace n'est pas la seule cause de la dégradation du béton. Dans la zone atteinte par le gel, des cristaux de glace se forment dans les plus gros capillaires, créant un déséquilibre thermodynamique qui va déclencher une migration de l'eau des pores les plus petits

vers les pores contenant de l'eau gelée. C'est l'accroissement des pressions hydrauliques dans les capillaires, engendré par ces mouvements de l'eau interne qui est considéré aujourd'hui comme la cause principale des dégradations du béton exposé au gel. Ces pressions peuvent localement fissurer la pâte cimentaire, si elles sont supérieures à la résistance en traction du matériau. Ce sont les modifications répétées et alternées de température qui, après un certain nombre de cycles, peuvent dégrader le béton. Les dégradations sont donc le résultat d'un endommagement progressif.

5.3.2.1.1 Normalisation des essais de cycles gel-dégel

En France, il existe deux normes relatives à la résistance au gel des bétons. La première est la norme NF P 18-424, aussi appelée « essai de gel sévère ». Il s'agit d'un essai de gel dans l'eau et de dégel dans l'eau. La deuxième, couramment appelée « essai de gel modéré », est décrite dans la norme NF P 18-425. Il s'agit là d'un essai de gel dans l'air et de dégel dans l'eau. Dans les deux cas, les essais comprennent 300 cycles de gel-dégel, au cours desquels la température varie entre 9±3 °C et -18±2 °C. Les durées d'essais et les pentes de chauffe et de refroidissement des éprouvettes sont décrites dans ces normes.

L'essai choisi pour déterminer la résistance au gel des bétons dans le cadre de travail de recherche est l'essai de gel sévère. En effet, comme précisé dans le Chapitre 3, les bétons formulés doivent répondre à un cahier des charges et doivent satisfaire la classe d'exposition XF1 selon la norme NF EN 206. C'est donc la résistance au gel-dégel des bétons qui est dimensionnante.

5.3.2.1.2 Fabrication et conservation des éprouvettes

Pour chaque formulation, 6 éprouvettes prismatiques de dimension 7×7×28 cm ont été fabriquées, à l'aide de moules métalliques. Toutes les éprouvettes possèdent des inserts en laiton permettant de mesurer le retrait/gonflement du béton. Les compositions massiques des bétons testés aux cycles gel-dégel sont données dans le Tableau 5-4. Le protocole de malaxage est identique à celui présenté dans le paragraphe 2.3.1.2.

Après fabrication, les éprouvettes sont conservées dans les moules pendant 24 heures. La norme NF P 18-424 préconise une conservation des éprouvettes dans une eau à 20±2°C pendant 28 jours avant de procéder aux cycles de gel-dégel. Cependant, il est connu qu'une conservation prolongée des fibres végétales dans de l'eau accélère leur détérioration mécanique (Thuault *et al.*, 2014; Toledo Filho *et al.*, 2000). Ainsi, afin de limiter le risque d'une détérioration avancée des fibres de lin avant les essais au gel-dégel, les éprouvettes de bétons ont été stockées jusqu'à leur 28 jours dans une chambre de conservation à 20±2 °C et >90 %HR. Afin que les éprouvettes soient tout de même saturées en eau avant le début des essais au gel-dégel, les éprouvettes ont été mise dans l'eau pendant 48 heures, tout en faisant le vide, afin de les pré-saturer.

5.3.2.1.3 Description des essais expérimentaux de gel-dégel

Les tests ont été menés dans une enceinte climatique WEISS Technik WK11-180 de dimensions intérieures de 75×58×45 cm. Cette enceinte permet de reproduire de manière continue des cycles

de refroidissement-chauffage préprogrammés (Figure 5-11). Elle est pilotée à l'aide d'un régulateur connecté à un thermocouple placé à l'intérieur, et est équipée d'un dispositif de brassage d'air permettant une bonne homogénéisation de l'air dans l'espace. La température varie de 9°C à -18°C, avec une vitesse de gel d'environ 9°C.h^{-1}. Un cycle de gel-dégel s'effectue en 4 heures et 30 minutes.

Figure 5-11 : Enceinte climatique WEISS Technik

Afin de vérifier que les températures désirées étaient bien atteintes dans les éprouvettes, nous avons placé deux thermocouples reliés à une centrale d'acquisition au centre de deux éprouvettes placées dans les parties haute et basse de l'enceinte. La Figure 5-12 présente l'évolution de la température au cœur des deux échantillons au cours d'un cycle de gel-dégel. On constate sur ce graphique que la température dans l'éprouvette respecte bien les consignes de température préconisées par la norme NF P 18-424. Par ailleurs, on note que les deux échantillons placés dans des zones différentes dans l'enceinte ont des évolutions de températures très similaires, ce qui traduit une bonne homogénéité de la température dans l'enceinte.

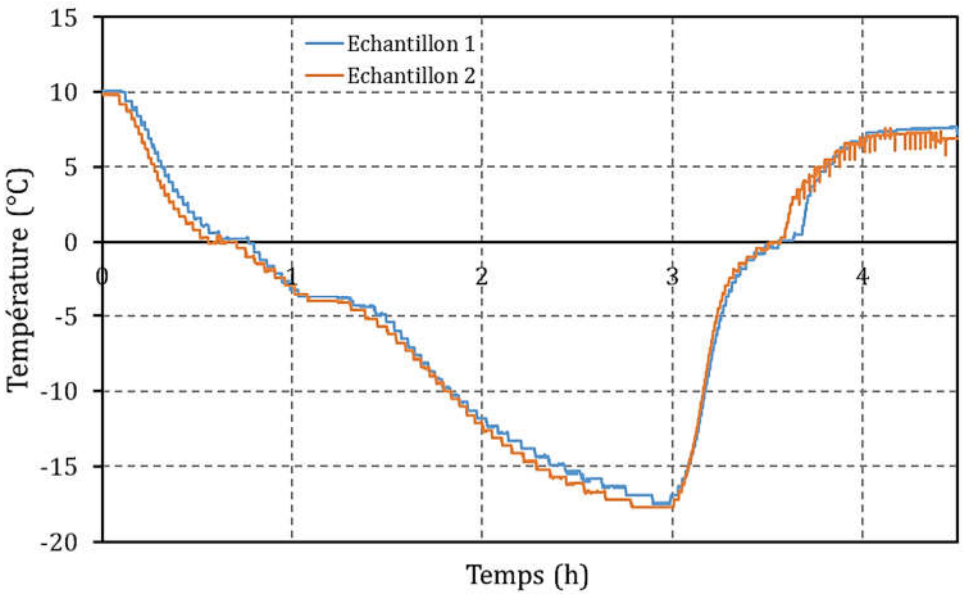


Figure 5-12 : Evolution des températures au cœur des éprouvettes au cours d'un cycle de gel-dégel

5.3.2.1.4 Suivi de la détérioration et détermination des propriétés résiduelles

Afin de suivre l'endommagement au cours des 300 cycles de gel-dégel auxquels seront soumis les bétons, plusieurs essais non destructifs ont été faits, tous les 30 à 60 cycles :

- Suivi dimensionnel : la longueur des éprouvettes de bétons a été mesurée avec l'appareil de mesure du retrait sur éprouvettes 7×7×28 cm. Si l'allongement médian obtenu sur la série de trois prismes est supérieur à 500 µm.m^{-1}, le béton ne peut être validé comme résistant aux cycles de gel-dégel au sens de la norme NF P18-424.
- Suivi massique : la masse des éprouvettes a également été mesurée régulièrement. La norme NF P18-424 ne définit pas de critère d'arrêt sur le suivi de masse.
- Suivi mécanique : ce suivi mécanique a été fait par mesure des fréquences de résonance fondamentales longitudinales des éprouvettes prismatiques. L'endommagement peut être évalué par l'Eq. 29, selon la norme NF P 18-424. Le béton est considéré comme invalide si l'endommagement est inférieur à 60.

$$\text{Endommagement} = \left(\frac{F_n}{F_0}\right)^2 * 100 \qquad \textit{Eq. 29}$$

Avec :

F_n est la fréquence de résonance fondamentale mesurée à l'échéance n ;

F_0 est la fréquence de résonance fondamentale mesurée initialement.

Ces essais non destructifs permettent de suivre l'endommagement des éprouvettes. Toutefois, afin d'observer l'effet réel des cycles de gel-dégel sur le comportement des bétons, les propriétés mécaniques et physiques ont été déterminées avant le début des cycles et après les 300 cycles préconisés. Ainsi, les résistances à la flexion et compression et la porosité ont été mesurées par des essais classiques, donc destructifs.

5.3.2.2 Evaluation de l'endommagement au cours des cycles de gel-dégel par essais non destructifs

5.3.2.2.1 Suivi massique

Le suivi de la perte de masse est davantage utilisé pour les essais au gel sur les bétons poreux, sur les revêtement drainants (Nguyen, 2014), ou les granulats pour bétons (NF EN 1367-1). Cette méthode d'évaluation est simple et objective mais elle qualifie l'étape ultime de détérioration du matériau (décohésion totale d'un fragment de matériau). Elle ne permet pas de qualifier la genèse des microfissurations dans le béton.

Nous avons toutefois choisi de retenir cette méthode de suivi de détérioration du matériau comme significative dans notre étude. En effet, les bétons étudiés dans le cadre de notre travail étant destinés à être utilisés en façade des bâtiments, il est important de qualifier l'écaillage subit au cours de cycles de gel-dégel, et la dégradation associée (ici quantifiée en perte de masse relative). La Figure 5-15 présente la perte de masse des éprouvettes de béton au cours des cycles de gel-dégel. Jusqu'à 90 cycles, on observe des pertes de masse relativement faibles pour les quatre bétons, inférieures à 1%. Cette dégradation est associée à un écaillage en surface des matériaux. Toutefois, après 90 cycles, les matériaux se rangent en deux groupes : le premier comprend les bétons BT et BFV (non biofibrés) et le second les bétons BFLB et BFLH (biofibrés). Le premier groupe se caractérise par une perte de masse continuelle au cours du cyclage entre 90 et 300 cycles, avec un gradient de 4,05 10^{-2} % par cycle jusqu'à atteindre 9,5%. Le second groupe avec BT et BFV présente une dégradation bien plus lente après 90 cycles. En première approximation elle croît quasi-linéairement au cours des cycles de gel-dégel ; le gradient de perte de masse est d'environ 4,05 10^{-3} % par cycle soit dix fois moins que la valeur associée à la première phase de la dégradation (entre 0 et 90 cycles de gel-dégel).

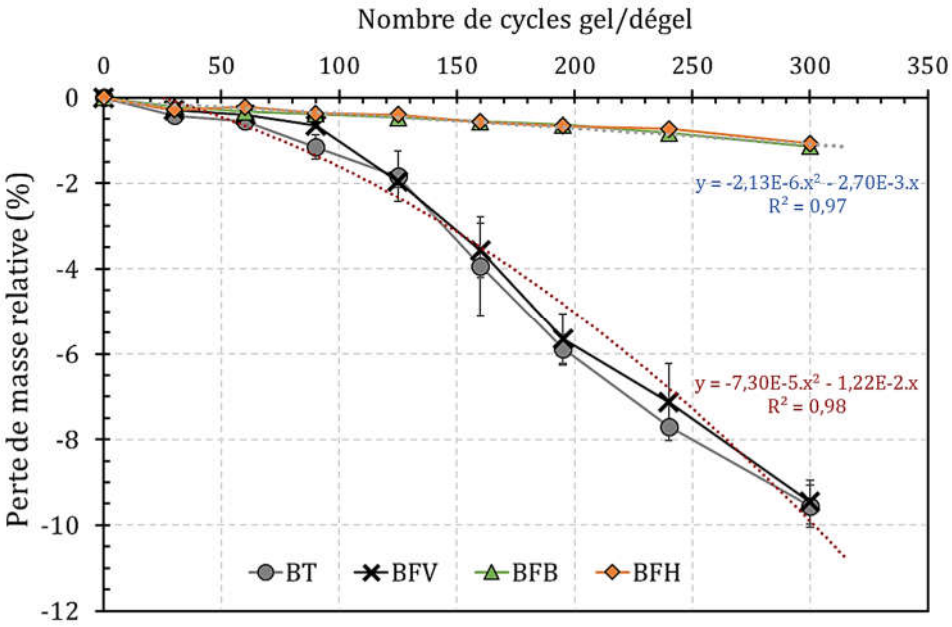


Figure 5-13 : Perte de masse des éprouvettes au cours des cycles de gel-dégel

Dans le souci d'une analyse plus simple des données expérimentales, les pertes de masse pour les deux groupes de bétons peuvent être décrites par des lois paraboliques dans tout le domaine de cyclage exploré.

- Pour le premier groupe (BT et BFV) :

Perte de masse (%) = $A.x^2+B.x$ avec $A = 2,13.10^{-6}$ et $B = 2,70.10^{-3}$

- Pour le second groupe (BFLB et BFLH) :

Perte de masse (%) = $C.x^2+D.x$ avec $C = 7,30.10^{-6}$ et $D = 1,22.10^{-2}$

Au vu de ces premiers résultats, il semblerait que les bétons biofibrés résistent mieux aux cycles de gel-dégel que les bétons classiques (non biofibrés). Remarquons que le paramètre dénommé ici « perte de masse » est en fait un taux de perte de masse, puisque la diminution de la masse est rapportée à la masse initiale avant le cycle gel-dégel.

5.3.2.2.2 Suivi dimensionnel

Les mesures de variation dimensionnelle ont été effectuées à l'aide de l'appareil de mesure du retrait/gonflement sur éprouvettes bétons, tel que décrit dans la norme NF P15-433. Les éprouvettes étaient sorties de l'enceinte climatique une heure avant la mesure (après une phase de dégel) et les mesures ont été effectuées dans une pièce à température ambiante. Pour chaque formulation, les mesures ont été effectuées sur trois éprouvettes et les résultats présentés proviennent de la moyenne des valeurs obtenues.

La Figure 5-15 présente les valeurs du taux de gonflement mesurées sur les éprouvettes de béton au cours des cycles de gel-dégel. On remarque une forte poussée dimensionnelle dans les tout premiers cycles (< 50 cycles) pour les bétons biofibrés (BFB et BFH), alors que le taux de gonflement est bien plus réduit en début de cyclage pour les bétons BFB et BFV. Au-delà de 60 cycles, le taux de gonflement augmente régulièrement pour les matériaux biofibrés (450 et 520 $\mu m.m^{-1}$ respectivement pour BFB et BFH au 300ème cycle), et de façon moins régulière pour les bétons BFB et BFV (315 et 250 $\mu m.m^{-1}$ respectivement pour BFB et BFV au 300ème cycle). Ce dernier comportement a été reporté dans le cas d'un béton autoplaçant (Mohamed, 2011). Le gonflement de ces bétons après 60 cycles correspondrait à l'amorce de la microfissuration interne. Cet auteur avait d'ailleurs constaté que la perméabilité des bétons avait également augmenté après 60 cycles. On notera que l'augmentation volumique après 60 cycles coïncide bien avec l'augmentation importante de la perte de masse dans la Figure 5-13, reflet d'un écaillage et d'une détérioration plus avancée du matériau. Nous constatons également un ralentissement du gonflement après 160 cycles. La stabilisation des déformations après un certain nombre de cycles peut s'expliquer par le fait que, sans apport d'eau externe, la répétition des cycles de gel-dégel n'a plus d'effet significatif sur la fissuration induite par la formation de glace (Bejaoui, 2001).

Le gonflement important observé sur les bétons biofibrés est probablement dû au caractère hydrophile des fibres. La saturation complète des fibres de lin demande un temps long comme l'indiquent les essais d'absorption dans le paragraphe 4.2.4.2 (environ 24 heures). Selon plusieurs auteurs (Beaudoin et MacInnis, 1972; Bejaoui, 2001), l'étape de gel favorise le phénomène d'adsorption de l'eau et celui de dégel la désorption. Les fibres végétales étant très sensibles aux

phénomènes de sorption/désorption, ces essais de gel-dégel vont s'accompagner de phénomènes de retrait/gonflement des fibres de lin. Or il a été démontré que de l'eau résiduelle restait dans la fibre, suite aux cycles de sorption/désorption (Rouch, 2017). Ces cyclages vont donc engendrer un gonflement plus important du béton. On notera par ailleurs que le béton BFLH ne répond plus au critère de gonflement fixé à 500 µm.m^{-1} par la norme NF P18-424.

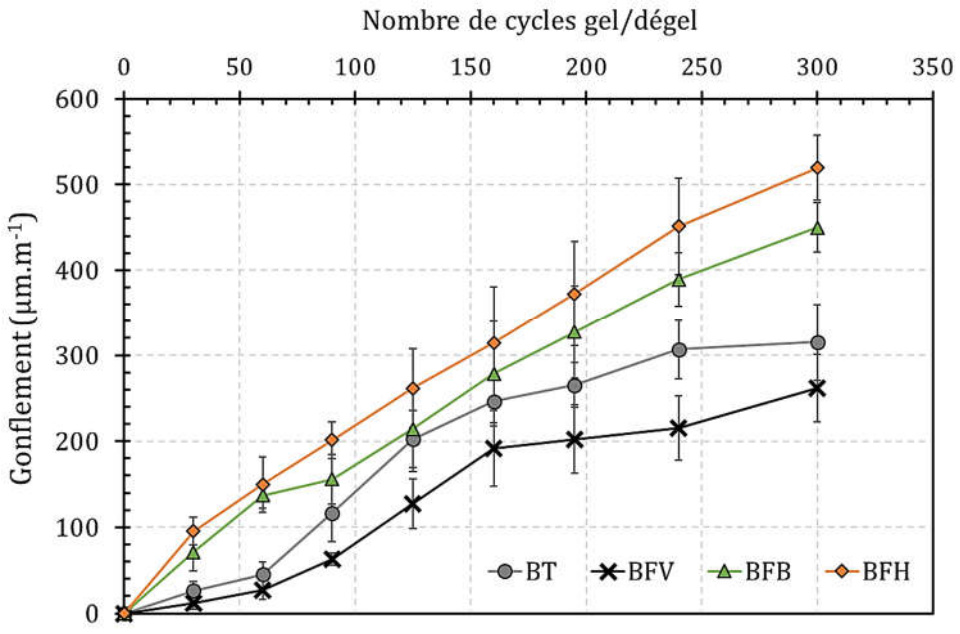


Figure 5-14 : Gonflement des éprouvettes au cours des cycles de gel-dégel

5.3.2.2.3 Suivi de la fréquence fondamentale de résonance

La mesure de la fréquence de résonnance est généralement utilisée en génie civil pour déterminer le module d'élasticité dynamique (E_{dyn}) des bétons. La fréquence de résonnance est renseigne sur la cohésion du matériau : une fréquence de résonance élevée est reliée aux contacts entre des phases rigides et à une faible porosité (Neville, 2000).

La Figure 5-15 présente les endommagements, proportionnels au carré des fréquences de résonance, au cours de cycles de gel-dégel pour les différents bétons. Là encore, on constate deux groupes de matériaux avec un comportement bien différent : les bétons non biofibrés (BT et BFV) et les bétons biofibrés (BFLB et BFLH). La fréquence de résonance de BFLB et BFLH augmente légèrement au cours des cycles de gel-dégel pour atteindre un facteur d'endommagement de 112 % après 300 cycles. Ce résultat signifie que la rigidité du béton a augmenté au cours des cycles de gel-dégel. Les bétons n'étant âgés que de 28 jours au début des essais menés en immersion complète dans l'eau, l'hydratation du béton a pu se poursuivre, ce qui expliquerait cette légère augmentation. En revanche, l'endommagement des bétons BT et BFV diminue de manière importante tout au long des cycles. La diminution du facteur d'endommagement semble être plus importante après 90 cycles, ce qui est en accord avec les résultats précédents. La perte de masse constatée pour ces bétons dans la Figure 5-13 supposait déjà une détérioration avancée du matériau. Les mesures de fréquence de résonance semblent montrer des résultats similaires. Cela

traduit une diminution importante du module d'élasticité dynamique. Par ailleurs, la résistance à la compression est directement reliée au module d'élasticité des bétons. Il est donc probable que la résistance à la compression des bétons BT et BFV soit plus faible qu'initialement, avant les essais de gel-dégel.

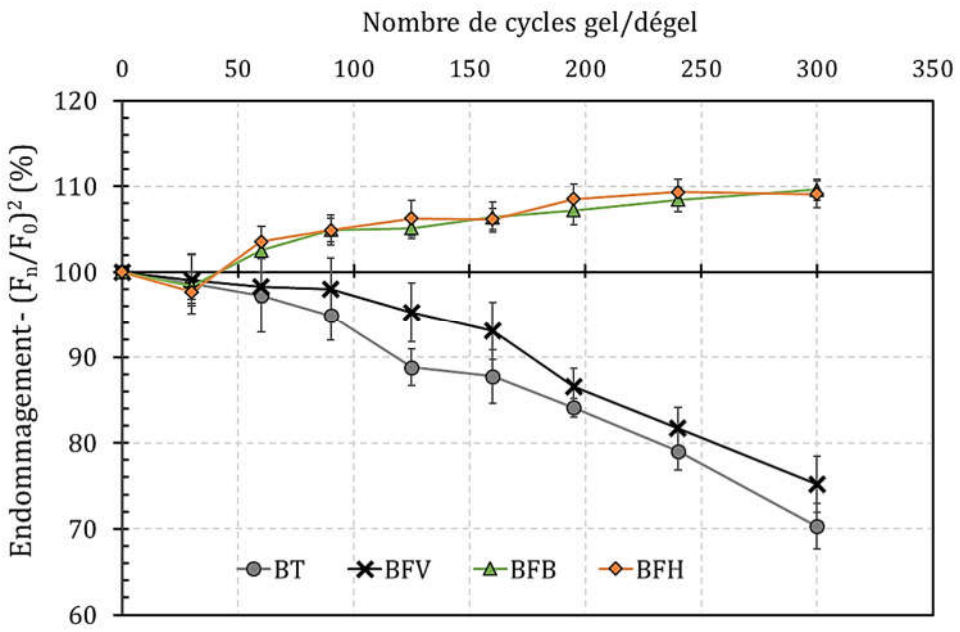


Figure 5-15 : Fréquences de résonance des bétons au cours des cycles de gel-dégel

5.3.2.2.4 Synthèse des essais non destructifs

Les mécanismes de dégradation du béton sont liés à l'alternance de cycles répétés de phases de gel et de dégel. Le risque de désordres est d'autant plus élevé que le degré de saturation en eau du béton est important. L'accroissement des pressions hydrauliques dans les capillaires, engendré par des mouvements de l'eau interne sont considérés aujourd'hui comme la cause principale des dégradations du béton exposé au gel. Pour empêcher l'apparition de ces pressions dans le béton, il est possible de créer, grâce à un agent entraîneur d'air, un réseau de bulles qui doivent être nombreuses, de petites dimensions, bien réparties et suffisamment rapprochées (CIMbéton, 2008).

Les résultats reportés ci-dessus indiquent que les bétons biofibrés présentent une meilleure résistance aux cycles gel-dégel. En effet, les bétons BT et BFV ont des pertes de masse beaucoup plus importantes et une baisse notable de la fréquence de résonance au cours des cycles. Ce résultat peut paraître étonnant puisque nous aurions pu nous attendre à une moins bonne résistance aux cycles de gel-dégel pour les bétons biofibrés, étant donné la mauvaise durabilité connue pour ces matériaux (Savastano *et al.*, 2001; Tonoli *et al.*, 2011). Ces résultats pourraient être expliqués par la plus forte teneur en air et la plus forte porosité des bétons biofibrés. En effet, tandis que les bétons BT et BFV ont des teneurs en air de l'ordre de 1-1,5 %, les bétons BFLB et BFLH ont des teneurs en air d'environ 3-4 %. Comme nous l'avions vu précédemment, les fibres de lin, même en faible proportion, augmentent significativement la quantité d'air occlus dans les composites cimentaires. Du fait de leur morphologie et leurs dimensions, les fibres de lin peuvent stopper la

remontée de l'air entraîné durant le malaxage, et donc augmenter la teneur en air des bétons. De plus les fibres possèdent elles-mêmes une structure poreuse. L'enchevêtrement des fibres de lin au sein du matériau peut créer un réseau capillaire qui permet de limiter les pressions hydrauliques lors du gel -dégel qui conduisent à la détérioration du béton.

5.3.2.3 Observations macroscopiques

Sur la Figure 5-16 sont présentées des photographies d'éprouvettes avant et après les 300 cycles de gel-dégel. Les éprouvettes à 28 jours ont toutes un aspect de surface net et uniforme. Il n'y a pas de bullage important, ce qui signifie qu'il n'y a pas eu de compactage du béton lors de la mise en œuvre.

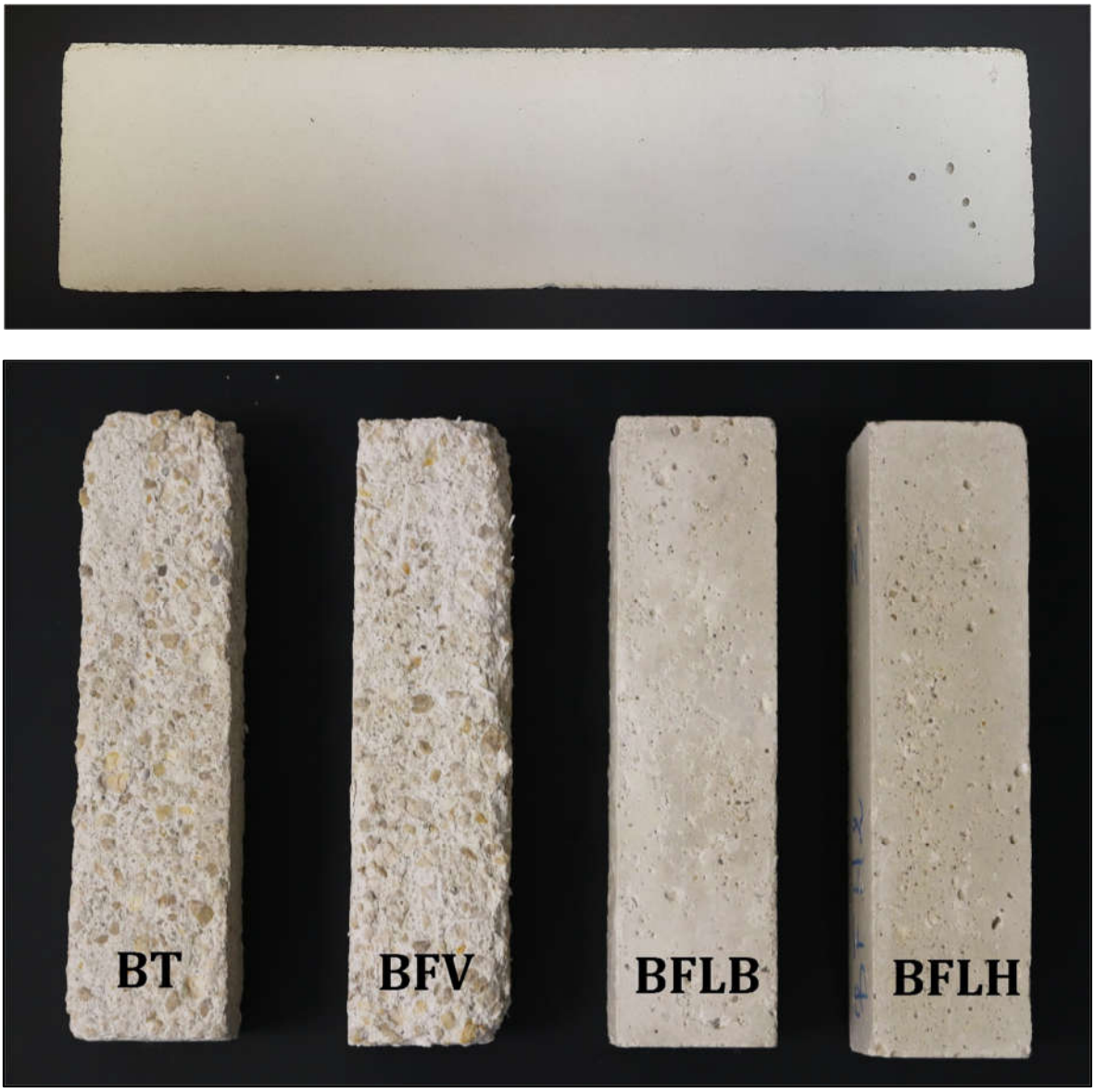


Figure 5-16 : Photographies des éprouvettes des bétons avant les essais au gel (photo du haut) et après les 300 cycles de gel-dégel (photo du bas)

On peut voir qu'après les 300 cycles de gel-dégel, des différences sont observables entre les différentes formulations. Nous avions vu sur la Figure 5-13 que la perte de masse des éprouvettes

BT et BFV était importante. Ceci est confirmé par les illustrations de la Figure 5-16, où l'on voit une détérioration importante des matériaux en surface. La couche de pâte externe n'est plus présente et les granulats apparaissent maintenant en surface. La rugosité de surface est très importante. Concernant les bétons biofibrés (BFLB et BFLH), la détérioration semble beaucoup moins prononcée, ce qui est cohérent avec les résultats précédents. On peut toutefois observer un léger écaillage de surface. Ce type d'écaillage apparaît sur les bétons BT et BFV après seulement une centaine de cycles gel-dégel. Ces observations macroscopiques confirment bien la meilleure résistance au gel-dégel des bétons biofibrés.

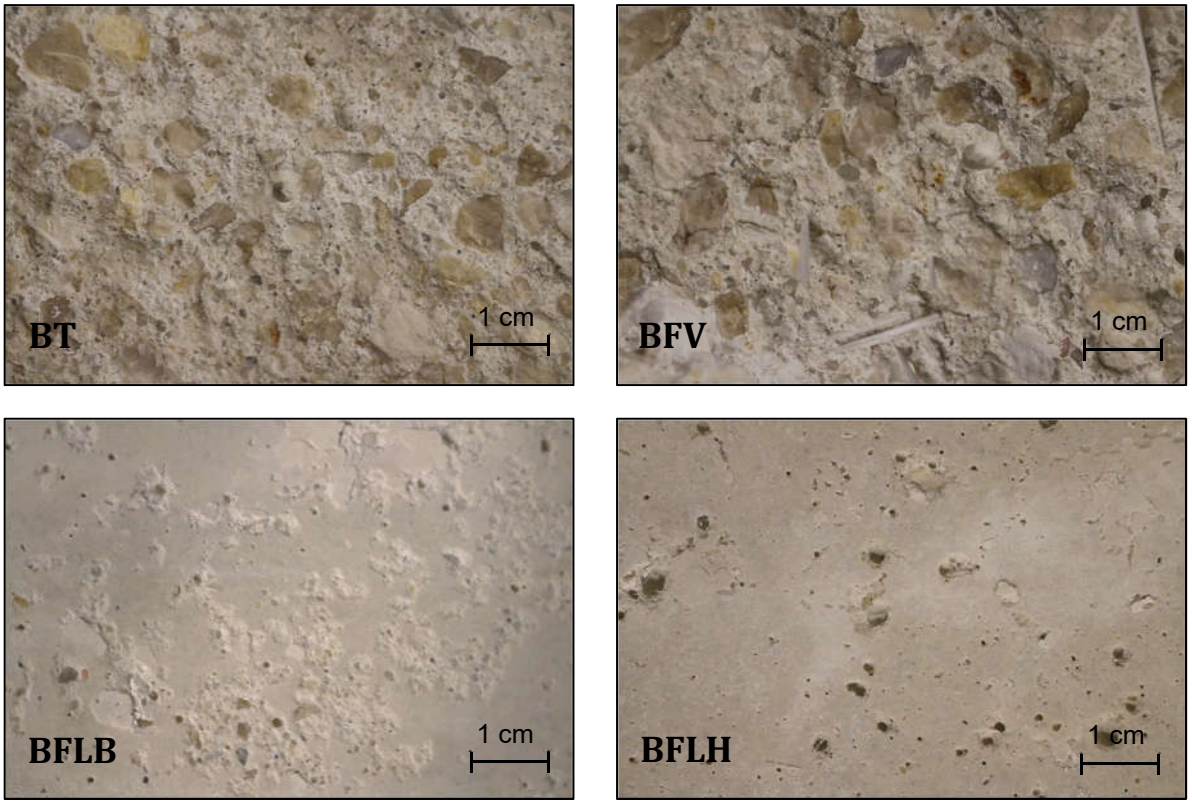


Figure 5-17 : Etat de surface des bétons après 300 cycles de gel-dégel

Des images optiques des surfaces des différents bétons après les 300 cycles de gel-dégel sont présentées sur la Figure 5-17.. Pour BT et BFV, la couche de pâte externe a bien disparu ; elle s'est détériorée au fur et à mesure des cycles. Toutefois, on ne note pas de rupture des granulats. C'est la pâte cimentaire qui s'est détériorée et qui s'est détachée progressivement, emmenant avec elle des granulats de la couche externe des bétons. En effet, comme nous l'avions noté dans le paragraphe 5.3.2.2.4, ce sont les différences de pression entre les capillaires qui engendrent des efforts de traction dans la pâte cimentaire. Pour les bétons BT et BFV, la fissuration se développant dans la pâte sous l'action de ces pressions a engendré une rupture de la matrice et donc la détérioration du béton. En comparaison, les surfaces des bétons biofibrés sont beaucoup moins altérées par les essais au gel. On peut y observer un léger écaillage en surface. La forte teneur en air de ces bétons a pu permettre une diminution des pressions capillaires lors des essais au gel, ce qui a permis à la matrice cimentaire de ne pas être soumise à des efforts de traction trop importants.

5.3.2.4 Propriétés résiduelles

5.3.2.4.1 Résistance à la flexion

La Figure 5-18 présente les résultats de résistance à la flexion des différents bétons après 28 jours de cure (0 cycle de gel-dégel) et après 300 cycles de gel-dégel. On note tout d'abord que le béton témoin (BT) a la résistance à la flexion la plus faible à 28 jours. Le béton BFLB possède la résistance la plus élevée, environ 6 MPa soit 20% de plus que BT. On constate par ailleurs que BFLH a une résistance à la flexion inférieure à BFB malgré un taux de fibre deux fois supérieur. Ceci est cohérent avec les résultats du Chapitre 4, dans lequel les mortiers incorporant des fibres traitées à l'huile de lin avaient des propriétés mécaniques plus faibles que le mortier renforcé avec des fibres brutes.

Après 300 cycles de gel-dégel, nous pouvons distinguer, comme précédemment, deux groupes de bétons avec des résultats différents : les bétons bio fibrés et les bétons « classiques » (BT et BFV). Les résistances à la flexion de ces derniers bétons après les essais au gel sont à peu près équivalentes à celles à 28 jours : + 0,3% et – 0,4%. Pour les bétons BFB et BFH, on peut constater une augmentation de la résistance à la flexion d'environ 5,4% et 6,5%, respectivement. L'augmentation de la résistance à la flexion des bétons biofibrés par rapport à BT non cyclé est probablement due à la poursuite de l'hydratation des bétons durant les essais au gel. En effet, les bétons étaient alors âgés d'environ 100 jours après les 300 cycles. Nous avons vu précédemment dans le paragraphe 5.3.2.2.4 que l'endommagement des bétons BT et BFV avec les essais au gel était plus important que les autres bétons. Il est donc probable que la résistance de flexion de ces bétons aurait été plus importante s'ils n'avaient pas subi ces cycles de gel-dégel (avec un temps d'immersion équivalent à la durée des essais).

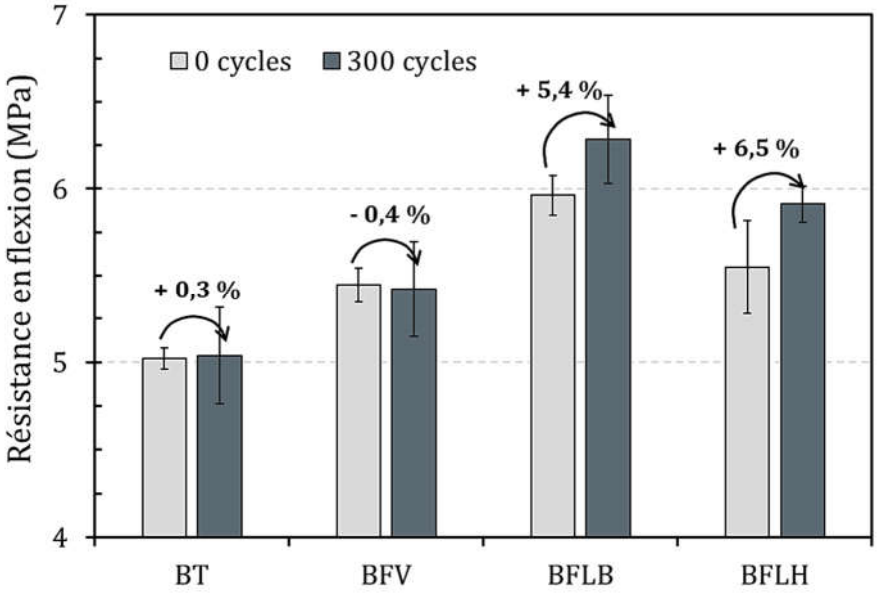


Figure 5-18 : Résistances en flexion des bétons avant et après les 300 cycles de gel-dégel

5.3.2.4.2 Résistance à la compression

Les résultats des résistances à la compression des bétons étudiés sont présentés dans la Figure 5-19. Nous rappelons que ces résistances ont été obtenues par compression des demi-éprouvettes 7×7×28 cm récupérées après les essais de flexion 4 points. Tout d'abord, nous pouvons noter que les résistances à 28 jours des quatre bétons sont très proches, comprises entre 39 et 41 MPa. Ces bétons respectent donc bien le cahier des charges prescrit. Là encore, on peut distinguer les deux mêmes groupes de bétons. Après les 300 cycles de gel-dégel, les bétons BT et BFV présentent des résistances à la compression beaucoup plus faibles, avec des diminutions respectivement de -35,4% et -38,4%. À l'inverse, les bétons biofibrés ont de meilleures résistances après les 300 cycles de gel-dégel : +30,3% pour BFLB et + 32,3% pour BFLH.

L'augmentation de résistance après les essais au gel constatée sur ces deux derniers bétons est là aussi probablement due à la poursuite de l'hydratation des bétons, qui étaient immergés tout au long des essais au gel. La forte diminution des propriétés mécaniques sur les bétons BT et BFV est en accord avec les résultats des essais précédents : une forte perte de masse (Figure 5-13) et une importante baisse de la fréquence de résonance (Figure 5-15) avaient été remarquées pour ces bétons. Ces résultats confirment ceux obtenus pendant les cycles gel-dégel. Alors que les bétons BT et BFV se détériorent de façon importante après les 300 cycles, les matériaux biofibrés présentent un comportement bien meilleur, avec une dégradation très faible voire négligeable.

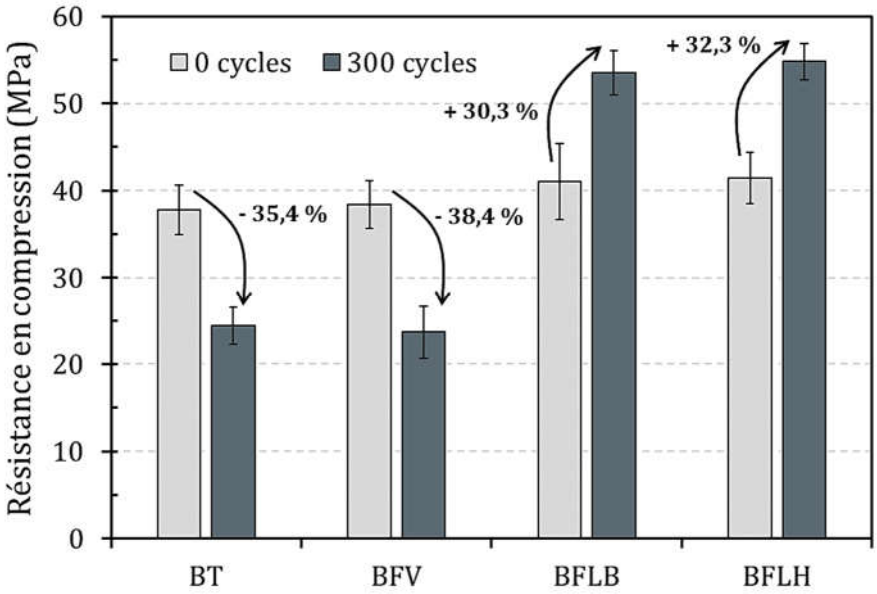


Figure 5-19 : Résistances en compression des bétons avant et après les 300 cycles de gel-dégel

5.3.2.4.3 Porosité accessible à l'eau

La Figure 5-20 présente les résultats de la porosité accessible à l'eau, mesurée sur les quatre bétons après 28 jours de cure et après les 300 cycles de gel-dégel. Avant même le début des essais au gel, nous pouvons noter que les bétons biofibrés ont une porosité supérieure d'environ 3% aux bétons BT et BFV. La porosité supérieure des bétons BFLB et BFLH est due à leur teneur en air plus élevée et à la quantité de pâte cimentaire également plus importante. Après les 300 cycles de gel-

dégel, on constate une augmentation de la porosité pour tous les bétons. Celle des bétons BT et BFV a augmenté d'environ 1,3-1,5 % tandis que celle des bétons biofibrés a augmenté de 3,1-3,5 %. L'augmentation importante de porosité pour ces derniers bétons peut être mise en rapport avec les résultats obtenus précédemment sur le gonflement des bétons. Les phénomènes d'absorption-désorption d'eau des fibres entraînant des changements dimensionnels des fibres dans le matériau, ont pu provoquer le gonflement des bétons associés et une augmentation de leur porosité. Toutefois, la plus forte porosité de ces bétons ne semble pas engendrer une baisse des propriétés mécaniques.

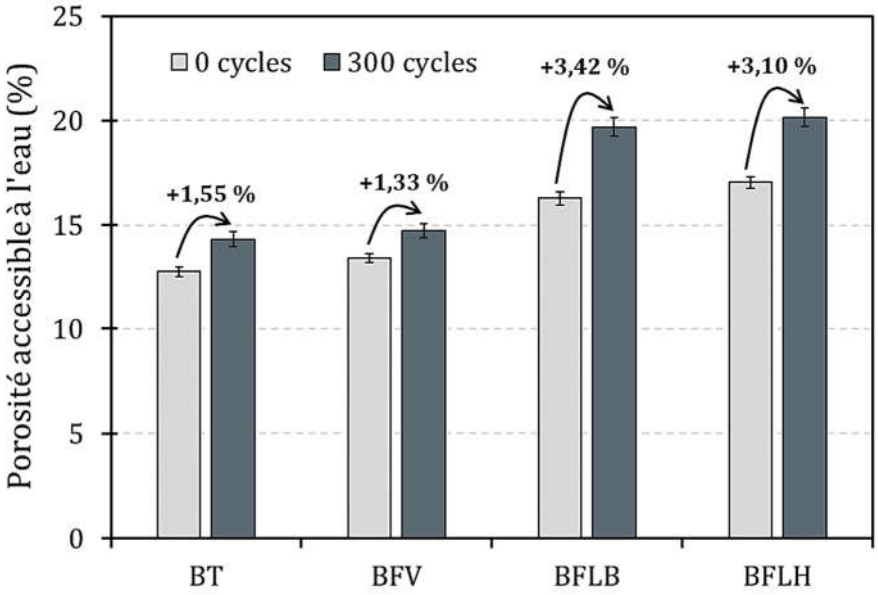


Figure 5-20 : Porosité accessible à l'eau des bétons avant et après les 300 cycles de gel-dégel

5.3.2.5 Observations microscopiques

Des images des bétons prises à l'aide d'un microscope vidéo après 300 cycles de gel-dégel sont données dans la Figure 5-21. On peut noter que BFV a une très faible porosité apparente (matrice bien compacte), ce qui est en accord avec les valeurs expérimentales de porosité accessible à l'eau (Figure 5-20). En revanche, les deux bétons biofibrés (BFB et BFH) semblent avoir une porosité beaucoup plus importante du fait de la présence de fibres de lin. On perçoit de nombreuses petites bulles dans la pâte cimentaire, et une forte porosité à l'interface fibre/matrice. Ces observations semblent confirmer l'hypothèse selon laquelle les fibres de lin participent à l'amélioration de la durabilité au gel des bétons, par l'apport d'un air occlus plus important.

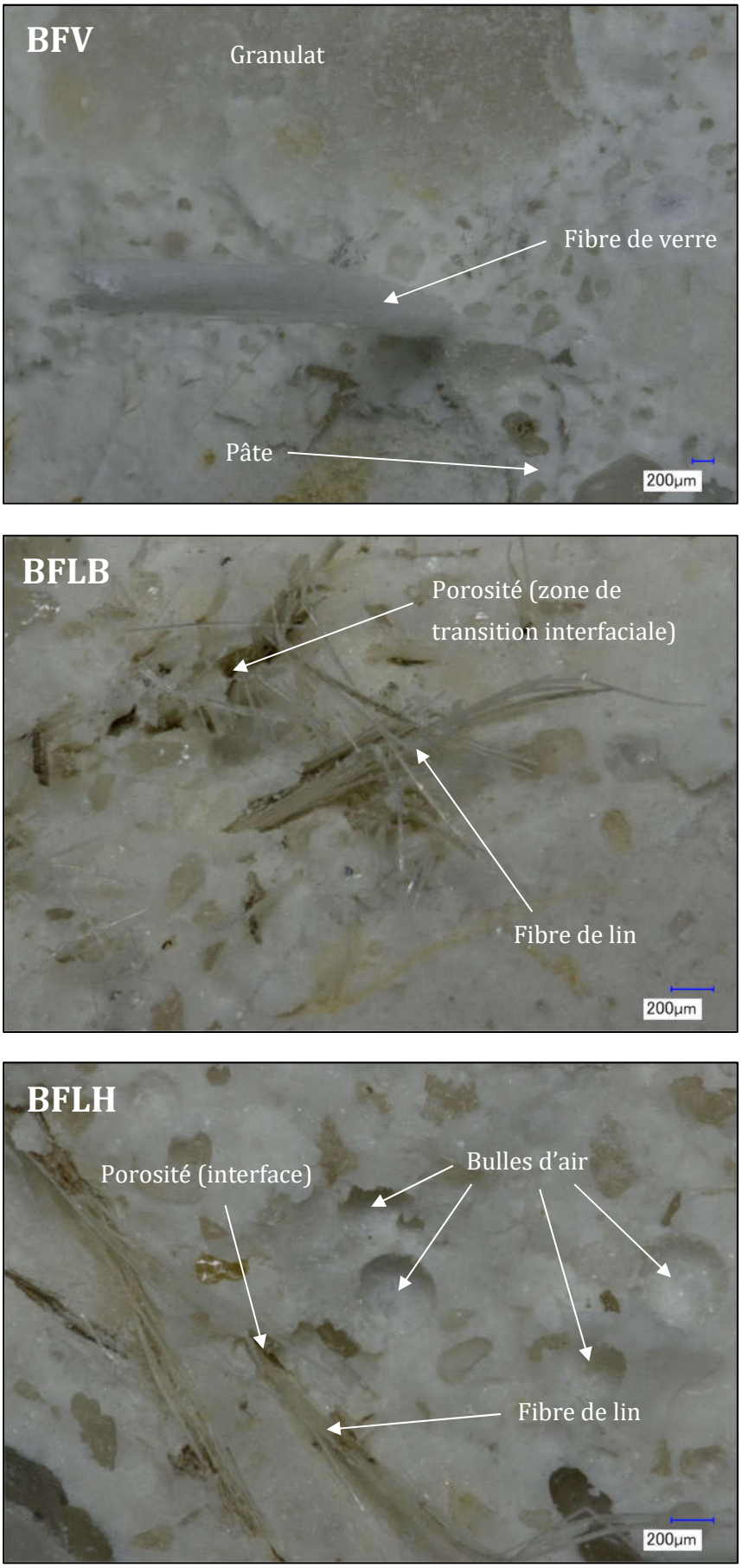


Figure 5-21 : Observations microscopiques des bétons après 300 cycles de gel-dégel

5.3.2.6 Synthèse

Les essais de gel-dégel ont montré que les bétons biofibrés ont une meilleure résistance au gel que les bétons « classiques ». Leur perte de masse et l'évolution de la fréquence fondamentale sont négligeables par rapport aux bétons non biofibrés (BT et BFV). Les résultats des essais mécaniques après le cyclage gel-dégel indiquent que la résistance des bétons biofibrés n'est pas diminuée par les essais au gel ; les résistances sont même plus élevées après 300 cycles, du fait de la poursuite de l'hydratation des bétons. En revanche, les bétons non biofibrés ont subi une détérioration significative après les 300 cycles, ce qui a résulté en une baisse importante des propriétés mécaniques. Les bonnes performances des bétons biofibrés exposés au gel sont attribuées à la forte teneur en air et à la plus grande porosité de ceux-ci. En effet, nous avons vu dans le chapitre 3 que l'incorporation de fibres et de lin augmentait significativement la quantité d'air occlus dans les composites. Les fibres de lin semblent jouer un rôle similaire à un agent entraîneur d'air.

5.3.3 Comportement des bétons biofibrés sous hautes températures

Un autre paramètre important en termes de durabilité des bétons est leur comportement sous haute température. C'est une propriété qui est à l'heure actuelle très peu étudiée dans le cas des bétons incorporant des matières végétales. Or, il est connu que les matériaux biosourcés ont une dégradation thermique importante, même à faible température.

Dans le cadre de notre étude, étant donné la destination finale des bétons (panneaux de façade), il nous est apparu essentiel d'étudier l'évolution des propriétés de ces bétons après exposition à des températures élevées. Ainsi, nous avons exposé les quatre bétons étudiés précédemment à des températures de 300°C et 600°C. L'exposition aux températures élevées et les essais mécaniques ont été menés à l'université d'Édimbourg, dans le laboratoire « BRE Fire Safety Engineering », sous l'encadrement du Pr. Luke Bisby. Les propriétés résiduelles en compression ont été déterminées, ainsi que les propriétés physiques. Par ailleurs, des analyses thermogravimétriques ont été faites sur ces bétons afin d'appréhender les processus de perte de masse.

5.3.3.1 Programme expérimental des essais à hautes températures

5.3.3.1.1 Fabrication et conservation des éprouvettes

Pour chaque formulation, 9 éprouvettes cylindriques de dimension 11×22 cm ont été fabriquées, à l'aide de moules en carton. Les compositions massiques des bétons testés aux cycles gel-dégel sont données dans le Tableau 5-4. Le protocole de malaxage est identique à celui présenté dans le paragraphe 2.3.1.2.

Après fabrication, les éprouvettes ont été conservées dans les moules pendant 24 heures. Après démoulage, les éprouvettes ont été stockées pendant 90 jours dans une chambre de conservation à 20±2 °C et >90 %HR. Après cette cure de trois mois dans cet environnement, les éprouvettes ont été expédiées au laboratoire à Edimbourg, puis testées dans les 4 semaines suivantes. Pendant leur séjour à Edimbourg, les éprouvettes ont été conservées dans une salle de laboratoire à température

ambiante, sans contrôle d'humidité. Toutefois, des mesures ponctuelles du taux d'humidité ont été effectuées, montrant une variation comprise entre 35 et 50 %HR environ.

5.3.3.1.2 Description des essais sous hautes températures

Cette partie vise à étudier le comportement résiduel des éprouvettes de bétons biofibrés et non-biofibrés, via des essais de compression axiale sur des cylindres 11×22 cm, après exposition à des températures élevées (300 °C et 600 °C).

Le chauffage des échantillons de béton a été réalisé à l'aide d'un four de recuit (Figure 5-23). Afin d'éviter tout risque d'éclatement du béton, une faible vitesse de chauffe a été utilisée (2 °C.min^{-1}) et les cylindres ont été placés dans une cage de protection (afin de protéger le four en cas d'éclatement). Les dimensions de la cage de protection (contenant 2 éprouvettes de béton) sont d'environ 15×15×50 cm (Figure 5-22).

La température de consigne du four est contrôlée numériquement par un thermocouple intégré à l'arrière. Celui-ci mesure la température de l'air à l'intérieur du four. Par ailleurs un second thermocouple, placé à la surface des éprouvettes permet de mesurer la température de ceux-ci. Une fois que la température désirée est atteinte à la surface de l'échantillon (300 °C ou 600 °C), celle-ci est maintenue pendant deux heures afin d'assurer son homogénéité dans l'éprouvette.

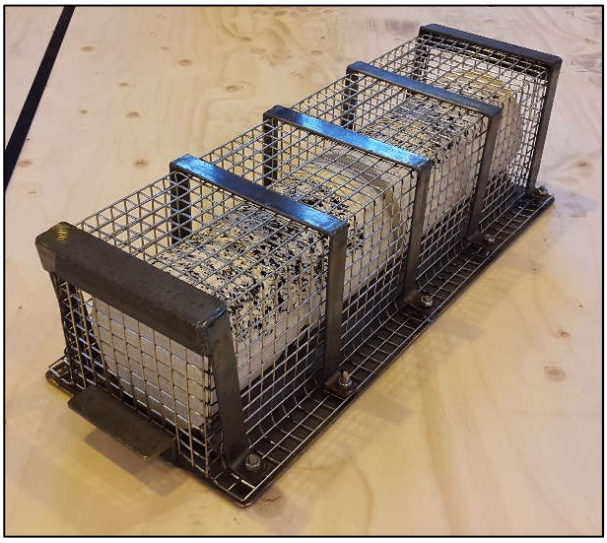


Figure 5-22 : Cage de protection des éprouvettes en cas d'éclatement

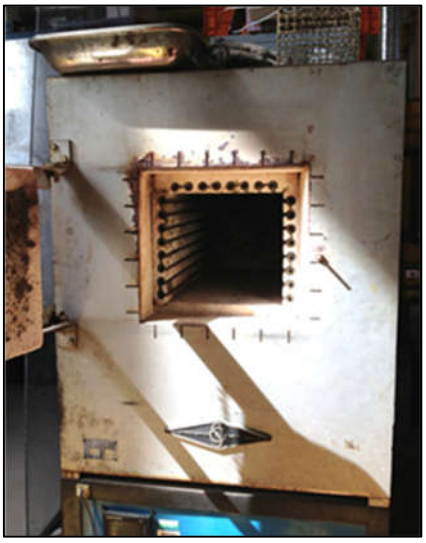


Figure 5-23 : Four utilisé pour le chauffage des bétons

5.3.3.2 Propriétés résiduelles des bétons après exposition à des températures élevées

5.3.3.2.1 Evaluation macroscopique de l'endommagement

Les dommages subis par les éprouvettes de bétons après avoir été exposées à des températures élevées peuvent être tout d'abord évalués, de manière approximative, par observation macroscopique de la surface des éprouvettes. Ainsi, l'évaluation du béton endommagé par la température commence généralement par une observation visuelle du changement de couleur, de la fissuration et de l'écaillage de la surface (Georgali et Tsakiridis, 2005). La Figure 5-24 illustre les

surfaces des différents bétons après exposition à des températures élevées (300 °C et 600 °C). Tout d'abord, nous pouvons noter une différence nette de couleur entre 20 °C, 300 °C et 600 °C. A température ambiante, la surface du béton a une couleur très blanche, comme sur la Figure 5-16. Après une exposition à 300 °C, la surface des éprouvettes tend à devenir rougeâtre, tandis qu'elle tend vers la couleur grise après une exposition à 600 °C. Ces changements de couleurs sont dus à la décomposition des hydrates et aux changements minéralogiques durant le chauffage des éprouvettes (Hager 2014).

Pour les bétons BT et BFV, que ce soit à 300 °C ou 600 °C, il n'apparaît pas de fissuration ou d'écaillage significatifs. Cependant, pour les bétons biofibrés (BFLB et BFLH), des fissures se forment en surface lors du maintien à 300 °C. Toutefois, celles-ci restent peu nombreuses. La fissuration devient plus dense après exposition à une température de 600 °C. Par ailleurs, les éprouvettes ne sont pas détruites et l'éprouvette reste d'un seul tenant. Selon Sakr, l'écaillage de la surface du béton exposé à une température élevée se produit principalement par la formation de fissures sur la surface, suite à la dégradation des hydrates de la pâte cimentaire et l'augmentation de la pression dans les pores du béton (Sakr et EL-Hakim, 2005).

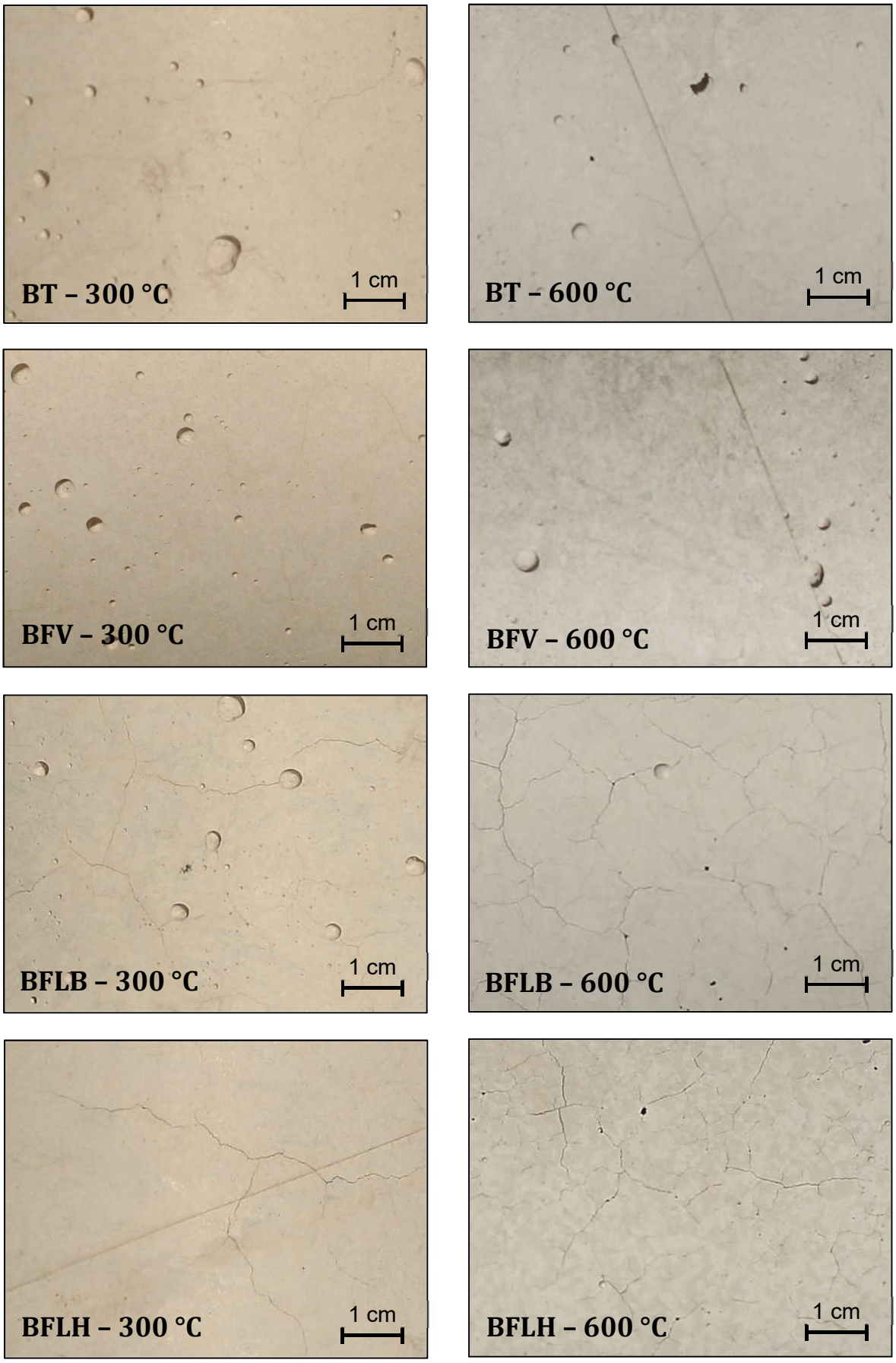


Figure 5-24 : Etat de surface des bétons après exposition à des températures élevées

5.3.3.2.2 Perte de masse et analyses thermogravimétriques

L'effet de l'élévation de température sur la perte de masse des éprouvettes de béton est représenté sur la Figure 5-25. Tout d'abord, nous pouvons constater que la perte de masse des éprouvettes augmente de façon monotone avec la température. Les pertes de masses sont de l'ordre de 2-3 % à 300 °C et d'environ 5-7% pour une température de 600°C. On distingue d'ailleurs deux sous-groupes de résultats. Entre 20°C et 300°C, les bétons BT et BFV subissent des pertes de masse d'environ 2,3%. Ceci correspond à la déshydratation des C-S-H (Kodur, 2014). Pour BFLB et BFLH, les pertes de masse sont également équivalentes d'environ 3,3%. Les pertes de masse plus importantes observées pour ces bétons sont dues à leur plus grande teneur en pâte. La quantité de C-S-H déshydraté est donc plus grande. Il ne semble pas que la dégradation thermique des fibres de lin apparaisse à 300°C. A 600°C, les bétons BT et BFV ont des pertes de masse d'environ 4,8%, ce qui correspond à la déshydratation des C-S-H et de la Portlandite. Pour les bétons biofibrés, les pertes de masse sont là encore plus importantes : 5,9 % pour BFLB et de 6,8% pour BFLH. Ces pertes de masse ont pour origine la décomposition des hydrates du ciment, mais également la dégradation partielle des fibres de lin (Figure 4-11). BFLH présente une perte de masse plus élevée, du fait de sa plus forte teneur en fibres.

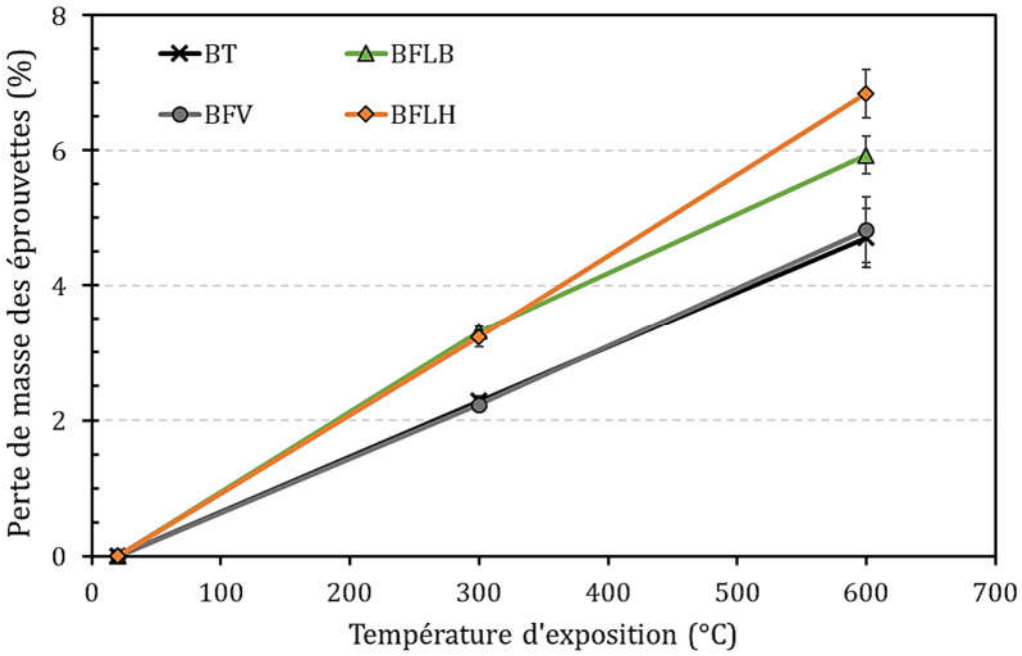


Figure 5-25 : Pertes de masse des éprouvettes en fonction de la température d'exposition

Les résultats des analyses thermogravimétriques réalisées sur les bétons sont donnés dans la Figure 5-26. Sur le thermogramme correspondant aux bétons testés à la température ambiante (20 °C), on relève plusieurs pics endothermiques. Le premier se situant aux alentours de 170-180 °C correspond à la déshydratation des C-S-H par évaporation de l'eau chimiquement liée. Un deuxième pic, de faible intensité, est associé aux bétons BFLB et BFLH à une température voisine de 350°C. Celui-ci correspond à la dégradation thermique des fibres de lin. Ce pic semble plus élevé pour

BFLH, ce qui est logique puisque ce béton contient deux fois plus de fibres de lin (en volume) que BFLB. Enfin un troisième pic, situé entre 500°C-550°C, correspond à la décomposition de la Portlandite.

Sur le thermogramme des bétons exposés à une température de 300°C, le pic endothermique correspondant à la déshydratation des C-S-H a quasiment disparu. Celui des fibres de lin semble par contre toujours présent. Ainsi, la perte de masse observée pour les bétons sur la Figure 5-25 entre 20 °C et 300 °C correspond bien à la disparition de ce pic. Les pics correspondants à la Portlandite sont toujours présents, avec la même intensité que dans le thermogramme des bétons testés à 20°C. Ce thermogramme confirme bien que les éprouvettes ont été correctement chauffées à 300°C.

Le troisième et dernier thermogramme présente les analyses des bétons exposés à une température de 600°C. Sur celui-ci, l'ensemble des pics endothermiques ont disparu. Seul subsiste un très léger pic à environ 480°C, correspondant à la Portlandite, en particulier pour les bétons biofibrés. Ce thermogramme confirme que les éprouvettes ont bien été exposées à une température de 600°C. Le très léger pic de Portlandite toujours perceptible indique probablement que cet hydrate ne s'est pas déshydraté totalement pendant la chauffe, du fait de la courte durée d'exposition à la température.

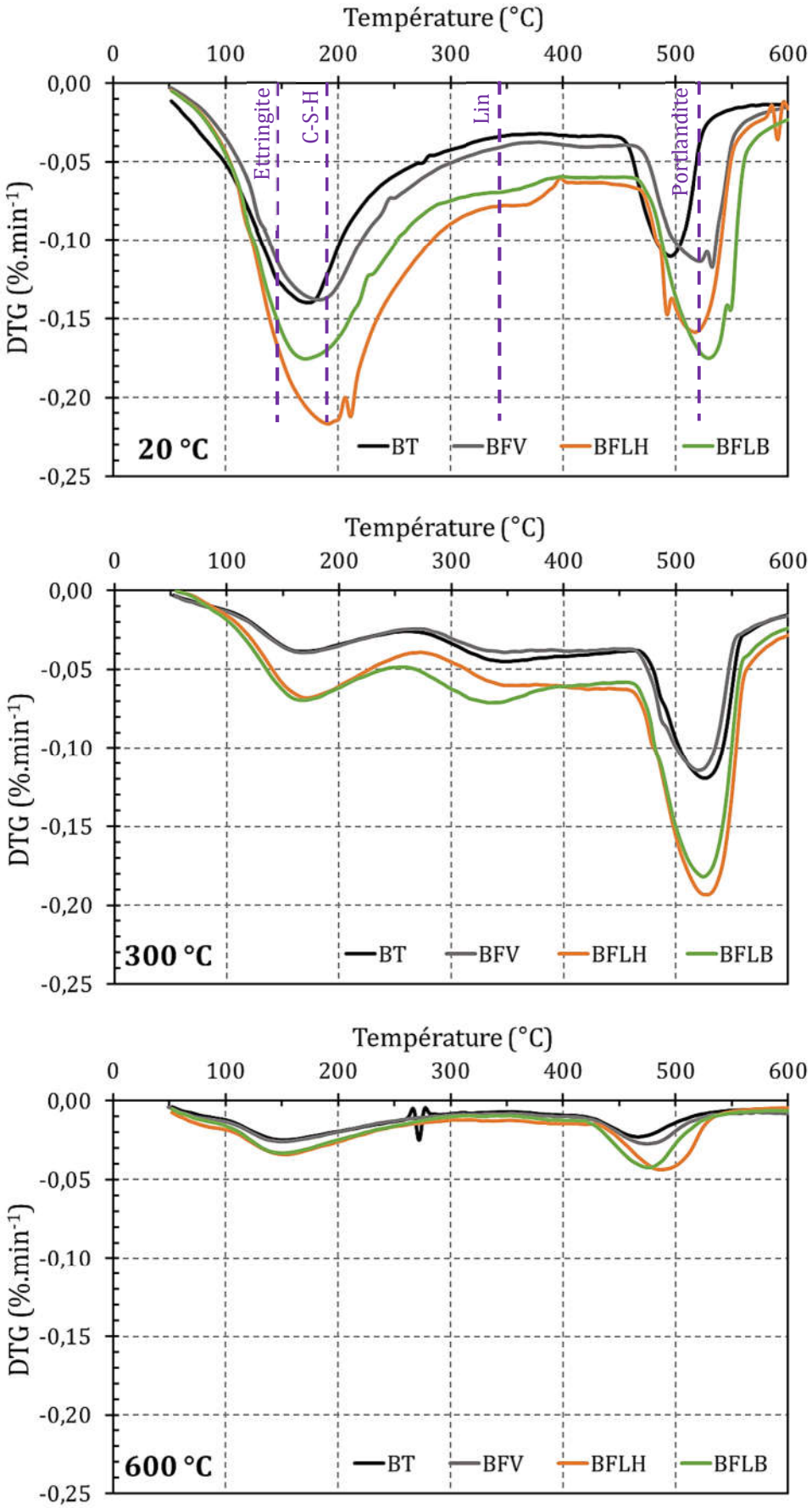


Figure 5-26 : Analyses thermogravimétriques (DTG) des bétons après exposition à des températures élevées

5.3.3.2.3 Evolution de la porosité accessible à l'eau

Sur la Figure 5-27 sont présentées les porosités accessibles à l'eau, mesurées sur ces bétons pour différentes températures d'exposition. Concernant les porosités des bétons testées à température ambiante (20 °C), elle est d'environ 13-14 % pour les bétons non biofibrés (BT et BFV), alors que la porosité des bétons biofibrés est plus importante, aux alentours de 17-18 %. Comme vu précédemment, la présence des fibres de lin entraîne une augmentation significative de la porosité du béton, ce qui explique cette hausse par rapports aux bétons BT et BFV. On constate une augmentation relative de la porosité de l'ordre de 10 % à 15 % pour les quatre bétons après exposition à une température de 300 °C. Cette légère augmentation de la porosité est due à l'évaporation de l'eau dans la structure des C-S-H. Après exposition à 600 °C, on peut constater des résultats différents. Pour les bétons biofibrés l'augmentation relative de la porosité par rapport à 20 °C est de l'ordre de 20 %, tandis qu'elle est bien plus importante pour les bétons BT et BFV : 32 % et 31 %, Respectivement. Toutefois, la porosité des bétons biofibrés reste la plus élevée, avec des porosités accessibles à l'eau d'environ 23-24 %. D'autres auteurs ont également constaté des augmentations plus faibles de porosité sur les bétons légers par rapport aux bétons standards. Il est connu que durant la phase de chauffe du béton, le retrait thermique de la pâte cimentaire et le gonflement des granulats induisent des incompatibilités, ce qui peut engendrer une microfissuration interne et donc une augmentation de la porosité du béton (Kodur, 2014). Les fibres de lin étant très souples, cela pourrait réduire les incompatibilités de variation dimensionnelles sous la chaleur entre la pâte et les fibres.

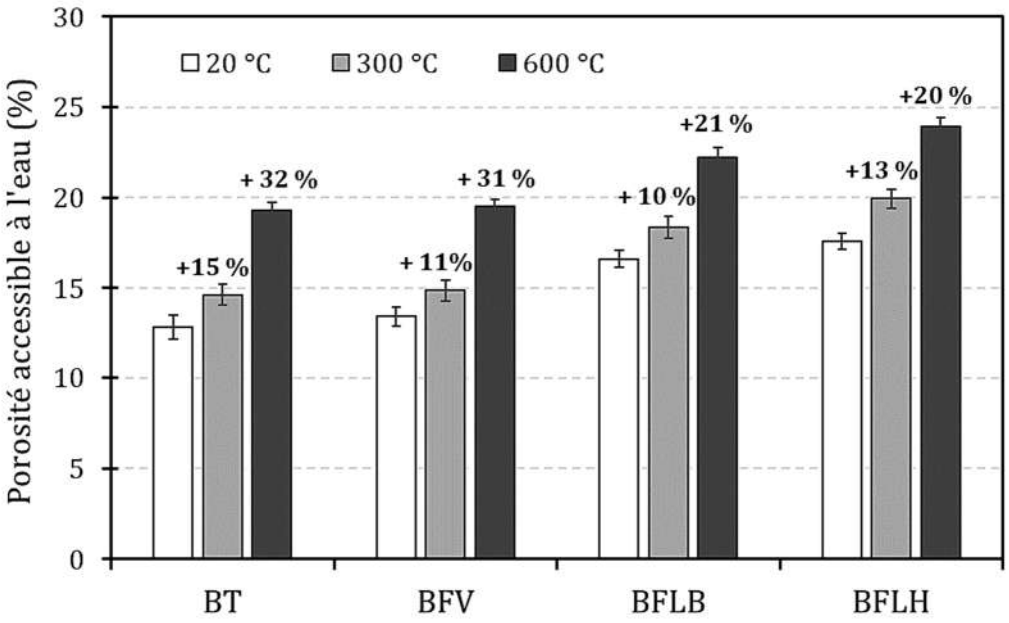


Figure 5-27 : Porosité accessible à l'eau des bétons en fonction de la température d'exposition

5.3.3.2.4 Evolution de la résistance en compression

Les valeurs de résistance résiduelle à la compression des bétons étudiés, après avoir été soumis à des températures élevées, sont représentées dans la Figure 5-28.

Les bétons testés à température ambiante sur des cylindres 11x22 cm étaient âgés d'un peu plus de 90 jours lors des essais. Leurs résistances à la compression étaient globalement similaires, comprises entre 45 MPa et 50 MPa. Les bétons biofibrés présentent toutefois des résistances à la compression légèrement inférieures de 5% à 10%. Ce n'était pas le cas lors des tests en compression menés sur les éprouvettes prismatiques, où les résistances étaient toutes plus ou moins équivalentes (Tableau 5-6). Ceci peut être dû à une différence de compactage du béton dans les éprouvettes cylindriques, ou encore à une moins bonne hydratation des bétons biofibrés entre 28 et 90 jours.

Après exposition à une température de 300%C, BT et BFV ont des résistances équivalentes aux éprouvettes testées à la température ambiante. Cependant, on observe déjà à 300°C une légère diminution de la résistance à la compression : - 5,4% pour BFLB, et -12,9% pour BFLH. La dégradation thermique des fibres de lin débute dès 250°C, comme l'ont montré les analyses thermogravimétriques faites sur ces fibres (Figure 4-11). Une partie des fibres de lin a donc pu commencer à se consumer lors de l'exposition des éprouvettes de béton à une température de 300°C, ce qui peut expliquer les légères baisses de résistance constatées.

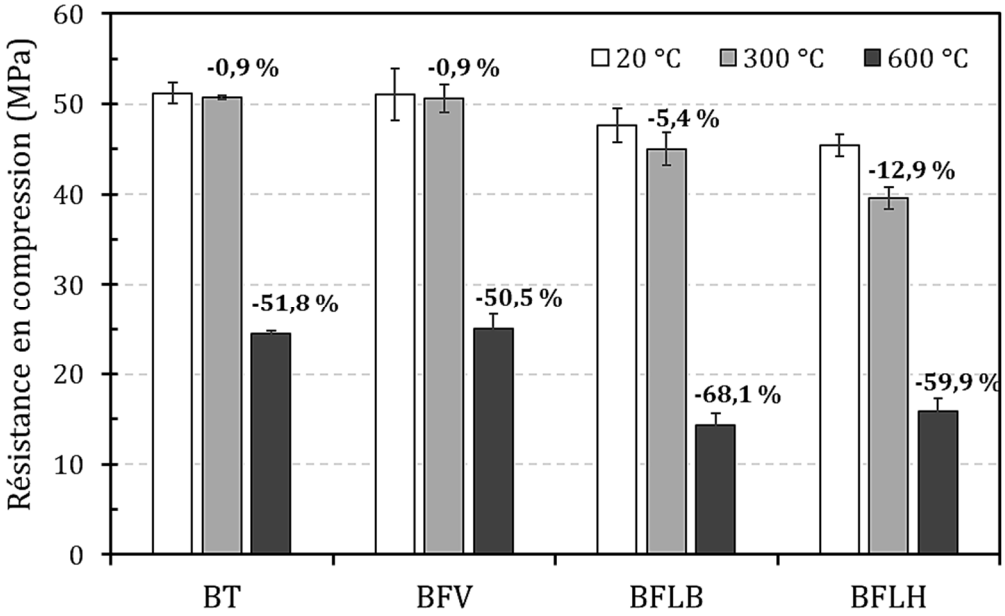


Figure 5-28 : Résistance à la compression des bétons en fonction de la température d'exposition

Pour les éprouvettes exposées à une température de 600 °C, on constate des baisses de résistance plus importantes. En premier lieu, les bétons BT et BFV ont des résistances moyennes de 24,4±0,4 MPa et 25,0±1,6 MPa respectivement ; soit des diminutions de 51,8 % et 50,5 % par rapport aux bétons testés à la température ambiante. Ces baisses de résistance sont dues à la décomposition de tous les hydrates du ciment et à l'augmentation importante de la porosité des bétons. Elles sont dans l'ordre de grandeur généralement constaté pour les bétons compacts (Arioz, 2007; Kodur, 2014). Les pertes de résistance des bétons biofibrés sont plus importantes, - 68,1 % pour BFLB et -59,9 % pour BFLH. A cette température, les fibres de lin sont complètement dégradées, ce qui augmente de manière significative la porosité des bétons, et entraîne donc ces

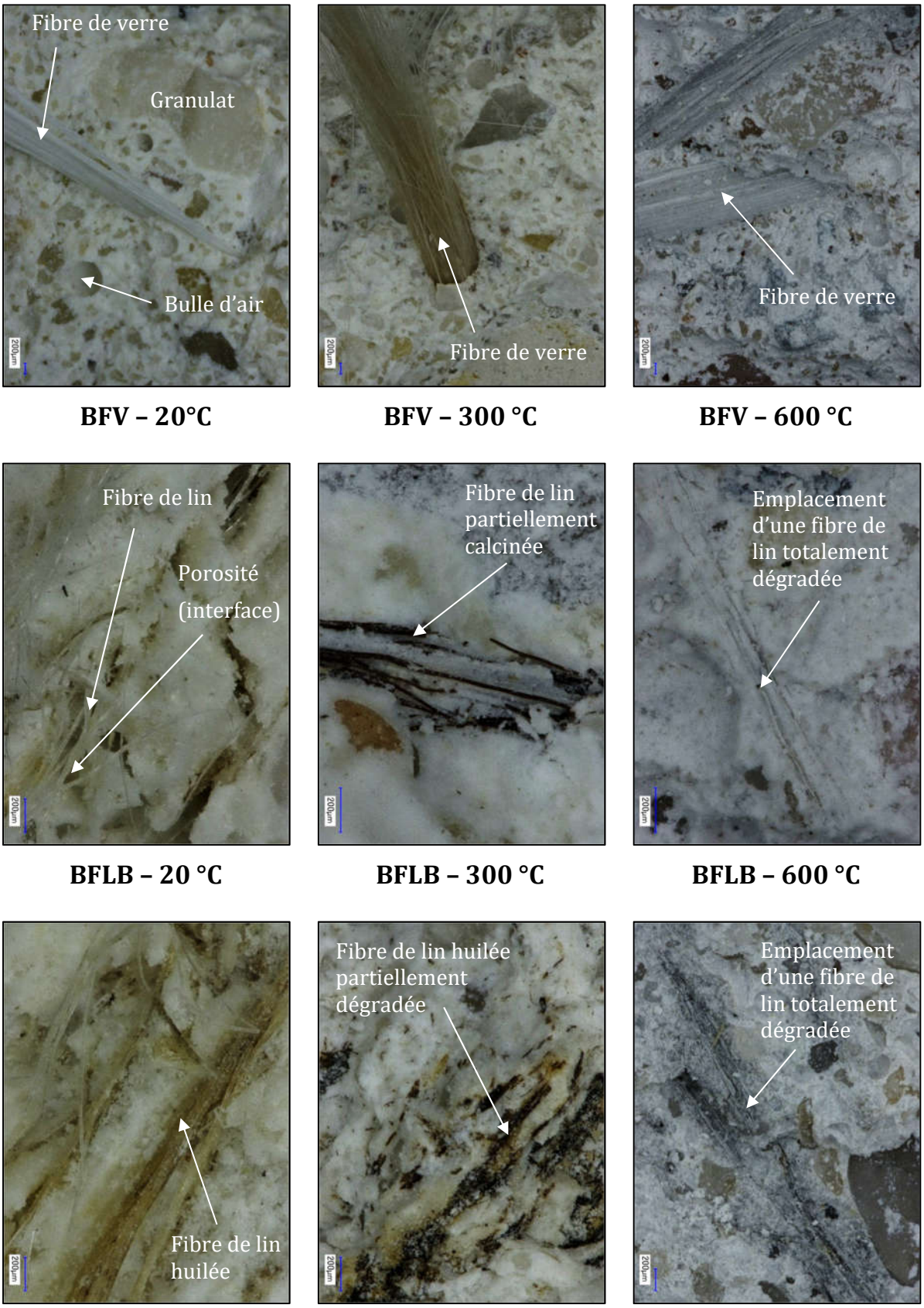
pertes plus grandes. La baisse de résistance de BFLH est moins importante que celle de BFLB, alors qu'il a une plus grande porosité. Ceci peut être dû à la mauvaise combustion de l'huile de lin polymérisée à cette température. En effet, l'huile de lin n'est pas totalement dégradée à 600 °C. On peut d'ailleurs observer sur la Figure 4-11 qu'il reste des résidus de fibres traitées à l'huile de lin dans les éprouvettes de béton chauffées à 600 °C. Une combustion seulement partielle des fibres de lin huilées a pu limiter la perte de résistance des bétons.

5.3.3.2.5 Observations microscopiques

Des images des bétons après exposition à des températures élevées, prises à l'aide d'un microscope vidéo, sont présentées dans la Figure 5-29. On peut tout d'abord noter que pour BFV les fibres de verre sont intactes, même après une exposition à 600 °C. Ce constat paraît logique puisque la température de transition vitreuse des fibres de verre AR est de 860 °C (Annexe 9). L'adhérence entre la fibre et la matrice paraît toujours très bonne. Une légère coloration brune des fibres est observée à 300 °C, mais celle-ci disparaît à 600 °C.

Concernant les bétons biofibrés, on observe une décoloration, et un amincissement des fibres. Ce retrait est dû à la déshydratation totale des fibres de lin. En effet, nous avions vu précédemment que la teneur en eau des fibres végétales avait une influence non négligeable sur leur morphologie et est à l'origine des phénomènes de retrait/gonflement. Une partie des fibres a déjà commencé à se dégrader à cette température, mais celles-ci sont toujours présentes.

Après une exposition des bétons à 600°C, les fibres de lin brutes (BFLB) ont complètement disparu. On peut encore apercevoir leurs traces dans le béton, semblable à un moulage de ces fibres de lin brutes. Toutefois, pour BFLH, il est possible de discerner encore des fibres de lin huilées partiellement dégradées. Celles-ci apparaissent en noir sur l'image, puisque leur combustion est fortement avancée. Nous avions vu dans le chapitre 4 que la combustion de l'huile de lin survenait à des températures plus élevées que les fibres de lin. Il est probable que le temps d'exposition des bétons à une température de 600°C était trop faible pour dégrader totalement les fibres enrobées d'huile de lin, ce qui pourrait expliquer la présence de quelques-unes de ces fibres dans le béton BFLH.



BFV – 20°C **BFV – 300 °C** **BFV – 600 °C**

BFLB – 20 °C **BFLB – 300 °C** **BFLB – 600 °C**

BFLH – 20 °C **BFLH – 300 °C** **BFLH – 600 °C**

Figure 5-29 : Observations microscopiques des bétons après exposition à des hautes températures

5.3.3.3 Synthèse

Nous avons étudié dans cette partie le comportement des bétons biofibrés après une exposition à des températures élevées. Ces bétons ont été comparés à des bétons « classiques », fibrés (fibres de verre) et non fibrés. Les résultats expérimentaux ont montré que les bétons biofibrés présentaient une perte de résistance plus importante que les bétons « classiques », que ce soit à 300°C ou à 600°C. Ces pertes de résistance sont principalement dues à la dégradation des fibres à « basse » température (dès 250°C). La dégradation thermique des fibres entraîne une augmentation de la porosité, ce qui engendre des résistances mécaniques plus faibles.

5.4 CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons étudié la durabilité des bétons biofibrés. Cette étude est essentielle dans le cadre du développement d'un béton pour l'industrie, d'autant plus qu'elle aborde une facette souvent peu étudiée pour les bétons biosourcés.

5.4.1 Amélioration du comportement sur le long terme

Nous avions révélé dans le Chapitre 4 que les fibres de lin présentaient un mauvais comportement sur le long terme au sein d'une matrice cimentaire, avec une perte très rapide de ténacité pour les composites, dès 90 jours. Le traitement des fibres de lin ne permettant pas d'améliorer leur durabilité dans les matériaux cimentaires, nous avons choisi de modifier la matrice cimentaire dans le but de diminuer son agressivité vis-à-vis des fibres de lin. Trois liants alternatifs ont donc été étudié, avec différents taux de substitution par rapport au ciment Portland : le métakaolin (15 % et 30 %), le laitier de hauts fourneaux (30 % et 60 %) et le ciment sulfo-alumineux (100 %).

En premier lieu, ces liants alternatifs n'ont pas affecté de manière significative les propriétés à l'état frais des mortiers. L'air occlus des mortiers n'est que peu impacté par l'utilisation des liants alternatifs, tout comme la masse volumique. Toutefois, on notera que le laitier de hauts fourneaux a permis d'améliorer l'ouvrabilité des mortiers.

Dans un second temps, il ressort que ces liants alternatifs impactent les propriétés des mortiers à l'état durci. La cinétique de développement des résistances en compression a été modifiée. En effet, les composites fabriqués avec les liants alternatifs présentent globalement des résistances sur le court terme (7 et 28 jours) plus faibles que le mortier biofibré fabriqué avec 100% de ciment Portland, quand bien même ces liants permettent d'atteindre des résistances quasi-équivalentes, voire supérieures au ciment Portland après 90 jours de cure. C'est sur le comportement en flexion que les liants alternatifs ont un impact important. En effet, une importante baisse de ténacité était observée sur les mortiers biofibrés composés de ciment Portland, et ce même à moyen-terme (90 jours). Les liants alternatifs ont permis de limiter plus ou moins la dégradation des fibres entre 28 et 90 jours. Sur le long terme (320 jours), le ciment sulfo-alumineux, et le métakaolin (au taux de 30%) dans une moindre mesure, permettent au composite de conserver une ténacité importante.

Cependant, le laitier de hauts fourneaux ne semble pas être efficace pour limiter la dégradation des fibres de lin. L'efficacité du ciment sulfo-alumineux pour améliorer le comportement sur le long terme des composites biofibrés a pu être confirmée par des analyses thermogravimétriques et par des mesures du pH. En effet, d'après la littérature, la dégradation des fibres végétales est principalement due à deux phénomènes : la présence d'hydroxyde de calcium qui entraîne une minéralisation importante des fibres dégradant fortement leurs performances mécaniques (Ramakrishna et Sundararajan, 2005), et l'environ fortement alcalin qui provoque une hydrolyse alcaline des constituants des fibres végétales (Gram, 1983). Le ciment sulfo-alumineux a permis de diminuer considérablement le pH des mortiers. De plus, l'hydratation de ce liant n'entraîne pas la formation d'hydroxyde de calcium. Le ciment sulfo-alumineux s'avère donc être un liant compatible avec les composites biosourcés.

5.4.2 Comportement des bétons biofibrés en conditions extrêmes

L'étude du comportement des bétons en environnements extrêmes a été conduite sur deux bétons biofibrés, un béton non-fibré et un béton renforcé de fibres de verre. Par rapport aux besoins industriels de CMEG, ces bétons devaient présenter un étalement supérieur à 55 cm et une résistance minimale en compression à 28 jours de 30 MPa. Ces bétons ont ensuite été testés dans des conditions extrêmes, à savoir : sous cyclage de gel-dégel et après exposition à des températures élevées (300 °C et 600 °C).

Tout d'abord, les essais de gel-dégel ont souligné une dégradation progressive des bétons « classiques » tout au long des cycles. Cependant, les bétons biofibrés se caractérisent par une bien meilleure résistance à ces cycles de gel-dégel. Les essais non destructifs ont permis de constater une faible perte de masse par rapport aux bétons BT et BFV. Par ailleurs, les essais de résistance mécanique menés à l'issue des 300 cycles de gel-dégel ont confirmé ces résultats : la résistance des bétons biofibrés n'est pas amoindrie par les essais au gel. Les résistances à la compression sont même supérieures après 300 cycles, du fait de la poursuite de l'hydratation des bétons. La forte teneur en air et la plus grande porosité des bétons expliquent ce meilleur comportement au gel-dégel. Cet air occlus supplémentaire est apporté par les fibres de lin qui jouent un rôle d'agent entraineur d'air dans les bétons.

Les essais sous hautes températures ont conduit à des résultats différents. En effet, du fait de leur nature chimique, les fibres de lin se dégradent thermiquement à des faibles températures (à partir de 250 °C). Ceci résulte en une diminution des propriétés mécaniques par rapport à des bétons non-biosourcés : une fois les fibres de lin dégradées thermiquement, la porosité des bétons est fortement augmentée ce qui engendre des baisses importantes de résistance mécanique. La fissuration de ces bétons est également beaucoup plus prononcée.

Conclusion générale et perspectives

L'ensemble des travaux présentés dans ce manuscrit a été réalisé dans le cadre du projet BTONLIN au sein des laboratoires de recherche de l'ESITC Caen et du CRISMAT. L'objectif de ce travail de thèse consistait à étudier la formulation, le comportement mécanique, physique, rhéologique et la durabilité de bétons et mortiers incorporant des fibres de lin.

Les recherches précédentes sur l'incorporation de fibres de lin dans les matériaux cimentaires ont montré la faisabilité de cette voie de valorisation (Chafei, 2014; Le Hoang, 2013). Cependant, les connaissances vis-à-vis des perturbations constatées nécessitent d'être approfondies. En outre, la durabilité et le comportement sur le long terme sont des aspects essentiels pour le développement de matériaux de constructions innovants, et en particulier en vue d'une industrialisation. C'est pourquoi plusieurs travaux expérimentaux ont été menés dans le cadre de cette thèse :

- Etude de l'influence de plusieurs paramètres, tels que la longueur, le taux de fibres ou encore la teneur en pâte, sur la formulation et les propriétés des bétons ;
- Traitement des fibres de lin et étude de leur influence sur les propriétés de mortiers biofibrés ;
- Caractérisation de la durabilité des bétons en environnements extrêmes et amélioration du comportement sur le long terme des composites biofibrés.

Dans un premier temps, l'étude bibliographique a mis en évidence l'intérêt grandissant pour le développement de matériaux de construction biosourcés. Toutefois, la plupart des études s'intéresse aux isolants végétaux ou écomatériaux non porteurs (comme le béton de chanvre). Les recherches portant sur les composites cimentaires biosourcés pour des applications structurelles sont davantage limitées. La fibre de lin est une ressource naturelle d'origine végétale renouvelable, abondante et locale en région Normandie. Cette fibre présente l'avantage d'avoir des propriétés mécaniques proches de celles de la fibre de verre, d'être recyclable et plus légère. Elle présente

toutefois quelques points spécifiques tels qu'une mauvaise tenue à la chaleur, une forte sensibilité à l'humidité et une forte dispersion de ses caractéristiques. L'incorporation de fibres dans une matrice cimentaire a pour but d'améliorer le comportement du matériau en flexion et de lui apporter un comportement mécanique davantage ductile plutôt que fragile. Les caractéristiques du composite fibré sont fonction de la quantité, de la nature et de la résistance des fibres utilisées. Par ailleurs, une modification significative de la rhéologie des composites biofibrés est constatée. La bibliographie a mis également en évidence une diminution importante de la résistance en traction des fibres végétales en milieu alcalin. Différentes méthodes ont été utilisées à travers le monde pour améliorer les propriétés des composites cimentaires biofibrés. Nous avons pu distinguer deux principales techniques : un traitement des fibres avant incorporation dans le composite, et une modification du liant utilisé pour améliorer sa compatibilité avec les fibres végétales.

Les fibres de lin utilisées dans ces recherches proviennent du teillage puis peignage de fibres longues. Les essais de caractérisation de ces fibres révèlent :

- une composition chimique à base de cellulose (78 %), d'hémicelluloses (6 %) et de lignine (5 %) ;
- une masse volumique absolue proche de celle du bois (ρ_{abs} = 1,52 g.cm^{-3})
- une teneur en matières organiques élevée par rapport à d'autres fibres végétales (99,34 %) ;
- des propriétés mécaniques intéressantes avec une contrainte et un allongement à la rupture élevés (σ_{rup} = 1254 ± 456 MPa) ;
- un faible diamètre moyen (14,66 ± 2,95 µm) et une morphologie variable le long de la fibre ;
- une très forte sensibilité à l'eau, avec une absorption très rapide et très élevée (jusqu'à 140 % en masse).

Au vu des caractéristiques des fibres de lin, l'incorporation de celles-ci dans la composition des mortiers et bétons peut impliquer des modifications de l'arrangement granulaire, de la cohésion de la matrice, de la rhéologie du matériau et par conséquent, des propriétés physiques, mécaniques, et de durabilité du matériau.

La modélisation de la compacité granulaire avec le logiciel René-LCPC, couplée avec des mesures expérimentales, ont permis d'optimiser le squelette granulaire des bétons. Toutefois, ce logiciel ne permet pas de prendre en compte la présence de fibres dans le mélange. Les essais à la table à secousses ont montré une modification significative de la compacité granulaire en présence des fibres de lin. La longueur ne semble toutefois pas avoir un impact significatif. Cette diminution de la compacité pourra engendrer une baisse des propriétés mécaniques, en compression notamment.

Par ailleurs, l'incorporation de fibres de lin dans le béton a pour effet de réduire considérablement la maniabilité du matériau à l'état frais. La forte capacité d'absorption et la très grande surface spécifique des fibres de lin semblent être responsables de ces perturbations rhéologiques. L'utilisation de fibres plus courtes, 12 mm dans le cas présent, semble diminuer

l'influence néfaste des fibres sur l'ouvrabilité du béton. Par ailleurs, une teneur en pâte plus élevée dans les formulations permet de compenser cette perte d'ouvrabilité.

La teneur en air des bétons à l'état frais et la porosité augmentent lors de l'addition de fibres de lin dans les mélanges. Les fibres peuvent agir comme des obstacles à la remontée des bulles d'air, entrainées lors du malaxage, à la surface du béton, rendant ainsi le processus de vibration moins efficace. La plus faible compacité granulaire peut également expliquer cette augmentation de teneur en air et de porosité. Par ailleurs, avec l'augmentation de la teneur en fibres, une augmentation de la résistance à la flexion (R_f) a pu être observée, accompagnée d'une diminution de la résistance à la compression (R_c). Ainsi, le ratio R_f/R_c augmente avec le taux d'incorporation des fibres de lin. Par ailleurs, ce même ratio est plus élevé pour les fibres plus courtes.

L'impact élevé des fibres de lin sur l'ouvrabilité des bétons nous a conduit à chercher un traitement. Cette nécessité de traitement résultait de la forte capacité d'absorption d'eau des fibres de lin qui engendrait des désordres rhéologiques pour les composites cimentaires à l'état frais mais aussi des désordres physiques et mécaniques à l'état durci. Trois solutions de traitements ont été explorées : au plasma atmosphérique, un enrobage minéral au ciment/laitier et un enrobage à l'huile de lin. Le traitement au plasma atmosphérique a permis de modifier la cinétique d'absorption d'eau mais pas la capacité de rétention. A l'inverse, l'huile de lin est le seul traitement qui permet réellement de diminuer la capacité d'absorption d'eau tandis que le traitement d'enrobage au ciment/laitier ne la modifie pas. Il est important de souligner la nécessité de prendre en compte la présence du traitement dans l'interprétation des résultats. Une non prise en compte du traitement pourrait conduire à des interprétations erronées. Le traitement au plasma atmosphérique a permis de montrer que l'absorption n'est pas la cause majeure des désordres rhéologiques rencontrés dans les composites à l'état frais. C'est la morphologie et en particulier la grande surface spécifique des fibres qui est principalement responsable des pertes de maniabilité.

A l'état durci, l'ajout de fibres de lin apporte une ténacité importante aux mortiers, comparable à celle apportée par les fibres de verre. Toutefois, cet apport de ténacité par les fibres de lin diminue au cours du temps jusqu'à disparaitre à moyen terme (90 jours). Aucun traitement n'a permis d'améliorer la durabilité des fibres de lin au contact de l'environnement fortement alcalin de la matrice cimentaire. Il apparait donc nécessaire d'utiliser des liants alternatifs, avec des quantités moindres de Portlandite.

Nous avons également noté une influence des fibres de lin sur la prise et l'hydratation des mortiers. Un retard d'hydratation d'environ 1h30 a été constaté par calorimétrie semi-adiabatique, lors de l'ajout de 1 % de fibres de lin brutes dans un mortier. Une nouvelle méthode alternative de mesure du temps de prise a été développée pour des matériaux fibrés. La lixiviation des fibres de lin, suivie de l'incorporation des éluats filtrés dans une pâte de ciment ont permis de mesurer un retard de prise à partir de l'essai Vicat traditionnel. Des matières organiques solubles présentes dans les fibres de lin peuvent être adsorbées à la surface des grains de ciment. Celles-ci peuvent

diminuer l'échange ionique avec la pâte cimentaire fraîche et par conséquent interférer avec la croissance des hydrates. Des analyses par spectrophotométrie ont permis de confirmer la présence d'éléments saccharidiques dans les éluats. En revanche, le degré d'hydratation sur le long terme des mortiers incorporant des fibres de lin semble similaire à celui du mortier non fibré.

Le traitement des fibres de lin ne permettant pas d'améliorer la durabilité de celles-ci dans les matériaux cimentaires, nous avons choisi de modifier la matrice cimentaire dans le but de diminuer son agressivité vis-à-vis des fibres de lin. Trois liants alternatifs ont donc été étudiés, avec différents taux de substitution par rapport au ciment Portland : le métakaolin (15 et 30 %), le laitier de hauts fourneaux (30 et 60 %) et le ciment sulfo-alumineux (100 %). Tout d'abord, l'utilisation de ces liants a modifié la cinétique de développement des résistances à la compression. Toutefois, après 90 jours de cure, les liants alternatifs permettent d'atteindre des résistances quasi-équivalentes à celles obtenues avec le ciment Portland. Ces liants alternatifs permettent de limiter plus ou moins la dégradation des fibres entre 28 et 90 jours. A long terme (320 jours), le ciment sulfo-alumineux, et le métakaolin (30 %) dans une moindre mesure, permettent au composite de conserver une ténacité importante en flexion. Cependant, le laitier de hauts fourneaux ne semble pas être efficace pour limiter la dégradation des fibres de lin. L'efficacité du ciment sulfo-alumineux pour améliorer le comportement sur le long terme des composites biofibrés a pu être confirmée par analyses thermogravimétriques et par mesure du pH. En effet, ce liant ne contient pas de Portlandite et est caractérisé par un faible pH (environ 10,3). D'après la littérature, ce sont ces deux éléments qui sont responsables de la dégradation des fibres végétales dans les matériaux cimentaires.

Les essais de gel-dégel sur bétons ont souligné une dégradation progressive des bétons non-biofibrés tout au long des cycles. Cependant, les bétons biofibrés ont montré une bien meilleure résistance à ces cycles de gel-dégel. Les essais non destructifs ont permis de constater une faible perte de masse des bétons biofibrés comparés aux bétons « classiques ». Les essais de compression réalisés à l'issue des 300 cycles ont confirmé que la résistance des bétons biofibrés n'était pas diminuée par les essais au gel. La forte teneur en air et la plus grande porosité de ces bétons sont responsables de ce meilleur comportement au gel-dégel. Cet air occlus supplémentaire est apporté par les fibres de lin qui jouent un rôle d'agent entraineur d'air dans les bétons.

Concernant les essais sous hautes températures, une diminution significative des propriétés mécaniques des bétons biosourcés a pu être constaté. En effet, du fait de leur nature chimique, les fibres de lin se dégradent thermiquement à des faibles températures (à partir de 250 °C). Ceci résulte en une diminution des propriétés mécaniques par rapport à des bétons non-biosourcés. En effet, une fois les fibres de lin dégradées thermiquement, la porosité des bétons est fortement augmentée ce qui engendre des baisses importantes de résistances mécaniques.

Cette thèse constitue un pas supplémentaire pour la conception de bétons biosourcés à usage structurel. Des connaissances provenant de différents domaines scientifiques sont nécessaires de nos jours pour répondre aux nouveaux cahiers des charges. Les résultats et analyses effectuées

confirment le potentiel de valorisation des fibres de lin pour la conception de matériaux de construction biosourcés. Cette thèse a également permis dans le cadre du projet BTONLIN de réaliser différentes formules bétons pour l'entreprise CMEG, avec des cahiers des charges différents. Par ailleurs, une analyse de cycle de vie comparative est actuellement en cours et permettra d'évaluer l'impact environnemental de ces nouveaux composites ciment-lin.

La liste ci-dessous permet de mettre en lumière une série de propositions pour des futures recherches qui serviront comme complément et amélioration aux apports déjà réalisés lors de ce travail :

- Il serait intéressant d'étudier plus en détail la rhéologie de ces composites afin d'obtenir des informations plus précises sur la dispersion des fibres dans le mélange, pour faire un lien avec les propriétés mécaniques.
- Il semble important de développer une méthode de formulation de bétons fibrés en tenant compte des caractéristiques spécifiques des fibres.
- Une caractérisation précise de la fissuration serait nécessaire pour la compréhension de ces matériaux. En effet, les fibres de lin pourraient s'avérer intéressantes pour la fissuration d'un composite durci soumis à un effort de flexion mais également pour une fissuration de retrait du béton. Une corrélation d'images numériques couplée avec des essais spécifiques permettrait d'observer et de quantifier l'apport mécanique des fibres de lin dans les composites cimentaires.
- Une observation adaptée de l'interface fibres/matrice par microscopie électronique à balayage couplée à une analyse EDX serait intéressante pour mieux comprendre le transfert des efforts de traction à ce niveau, et observer l'évolution de la composition chimique de la matrice à proximité des fibres.
- Nous avons pu noter avec les essais réalisés et l'analyse de la littérature que des transferts d'eau liquide avaient lieu pendant le malaxage du béton. Il en résulte des variations volumiques des fibres de lin via des phénomènes de retrait et de gonflement. Il serait donc intéressant d'observer ces transferts hydriques dans le composite cimentaire par tomographie à rayons X.
- D'autres études (Santos *et al.*, 2015; Tonoli *et al.*, 2010) ont montré un intérêt à l'exposition à une carbonatation supercritique de composites biofibrés. Il serait intéressant d'étudier cette méthode d'amélioration de l'interface fibres/matrice sur les composites renforcés de fibres de lin.
- La durabilité étant une caractéristique essentielle des bétons et mortiers renforcés de fibres naturelles, il semble nécessaire d'approfondir les recherches sur les liants alternatifs et en particulier le ciment sulfo-alumineux. Par ailleurs, d'autres liants comme le ciment phospho-magnésien peuvent s'avérer intéressants pour ce type de composites.
- Nous avons vu dans la littérature que les fibres de polypropylène permettent d'améliorer le comportement au feu des bétons, du fait de leur faible température de dégradation. Elles

permettent d'éviter un éclatement du béton en évacuant les pressions de vapeurs internes. Il serait donc intéressant de tester des composites cimentaires biofibrés exposés au feu afin de vérifier l'apport des fibres de lin vis-à-vis de l'éclatement du béton.

- Enfin, du fait de leur légèreté et de leurs propriétés hygroscopiques, les fibres de lin peuvent améliorer les performances thermiques et le comportement hygrothermique des composites. Une caractérisation des composites ciment-lin vis-à-vis de ces propriétés s'avère nécessaire dans la démarche de la conception d'un matériau pour l'écoconstruction.

Références

ABQ. (2005). Guide de bonnes pratiques pour l'utilisation des fibres dans le béton. Montréal: Association Béton Québec.

Abraham, C. J. (1996). A solution to spontaneous combustion in linseed oil formulations. Polymer Degradation and Stability 54, 157-166.

ACI. (1989). Measurement of Properties of Fiber Reinforced Concrete (Reappoved 2009). American Concrete Institute.

ACI. (1996). Report on Fiber Reinforced Concrete (Reapproved 2009). American Concrete Institute.

Agopyan, V., H. Savastano, V. M. John, et M. A. Cincotto. (2005). Developments on vegetable fibre–cement based materials in São Paulo, Brazil: an overview. Cement and Concrete Composites 27, 527-536.

Akers, S. A. S. et J. B. Studinka. (1989). Ageing behaviour of cellulose fibre cement composites in natural weathering and accelerated tests. International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete 11, 93-97.

Akin, D. E. (2013). Linen most useful: Perspectives on structure, chemistry, and enzymes for retting flax. ISRN Biotechnology 2013, 1-23.

Akin, D. E., G. R. Gamble, W. H. Morrison III, L. L. Rigsby, et R. B. Dodd. (1996). Chemical and structural analysis of fibre and core tissues from flax. Journal of the Science of Food and Agriculture 72, 155-165.

Alexos M.A.V., M. et J. F. Thibault. (1991). The chemistry of low-methoxyl pectin gelation. In The chemistry and technology of pectin, p. 109-118. San Diego, USA: Academic Press.

Alix, S. (2009). Effets de traitements enzymatiques et chimiques sur les propriétés des fibres de lin - Application à l'élaboration de matériaux composites (Thèse doctorat). Université de Rouen, Rouen, France.

Alix, S., L. Lebrun, S. Marais, E. Philippe, A. Bourmaud, C. Baley, et C. Morvan. (2012). Pectinase treatments on technical fibres of flax: Effects on water sorption and mechanical properties. Carbohydrate Polymers 87, 177-185.

Almeida, A. E. F. S., G. H. D. Tonoli, S. F. Santos, et H. Savastano. (2013). Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. Cement and Concrete Composites 42, 49-58.

Amziane, S. et L. Arnaud. (2013). Bio-Aggregate-Based Building Materials - Applications to Hemp Concretes. London: Wiley-ISTE.

Amziane, S., F. Collet, M. Lawrence, C. Magniont, V. Picandet, et M. Sonebi. (2017). Recommendation of the RILEM TC 236-BBM : characterisation testing of hemp shiv to determine the initial water content, water absorption, dry density, particle size distribution and thermal conductivity. Materials and Structures 50.

Arioz, O. (2007). Effects of elevated temperatures on properties of concrete. Fire Safety Journal 42, 516-522.

Aziz, M. A., P. Paramasivam, et S. L. Lee. (1981). Prospects for natural fibre reinforced concretes in construction. International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete 3, 123-132.

Baley, C. (2002). Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 33, 939-948.

Baley, C. (2003). Contribution à l'étude de matériaux composites à matrice organique renforcés par des fibres de lin (Thèse d'HDR). Université de Bretagne Sud, Lorient, France.

Baley, C. (2004). Influence of kink bands on the tensile strength of flax fibers. Journal of Materials Science 39, 331-334.

Baley, C. (2013a). Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. In Techniques de l'ingénieur. Techniques de l'ingénieur.

Baley, C. (2013b). Fibres végétales (chanvre et lin) renforts de matériaux composites. Présenté à Journée transfrontalière chanvre, Gembloux, Belgique.

Barbulée, A. (2015). Compréhension des effets du défibrage sur la morphologie, les propriétés et le comportement mécanique des faisceaux de fibres de lin. Etude d'un composite dérivé lin/époxyde. (Thèse de doctorat). Université de Caen Basse-Normandie, Caen, France.

Baroghel-Bouny, V. (1994). Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances (Thèse de doctorat). Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, France.

Barthos, P. J. M. et C. W. Hoy. (1996). Interactions of particles in fibre-reinforced concrete. In Proceddings of the International RILEM conference, p. 451-462. Glasgow, Scotland: E & FN Spon.

Batra, S. (2006). Other Long Vegetable Fibers. In M. Lewin (Ed.), Handbook of Fiber Chemistry, Third Edition. CRC Press.

Beaudoin, J. J. et C. MacInnis. (1972). Dimensional changes of hydrated portland cement paste during slow cooling and warming. Cement and Concrete Research 2, 225-240.

Bejaoui, S. (2001). Etude de la formation de la glace au sein de la texture poreuse des matériaux à base de liant hydraulique (Thèse de doctorat). Institut National des Sciences Appliquées, Toulouse, France.

Belkadi, A., C. Amouri, A. Geuttala, H. Houari, et A. Zendaoui. (2015). Contribution à l'étude des performances rhéologiques et mécaniques des bétons autoplaçants avec des fibres végétales, p. 26-33. Présenté à 33e Rencontres Universitaires de Génie Civil, Anglet, France: AUGC.

Bentur, A. (2007). Fibre reinforced cementitious composites, 2nd Edition. London ; New York: Taylor & Francis.

Bentur, A. et S. A. S. Akers. (1989). The microstructure and ageing of cellulose fibre reinforced cement composites cured in a normal environment. International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete 11, 99-109.

Berger, S. (2009). Étude des potentialités des ciments sulfo-alumineux bélitiques pour le conditionnement du zinc : de l'hydratation à la durabilité (Thèse de doctorat). Université de Lille 1, Lille, France.

Bergmann, E. (2014). Dépôts sous vide par procédés plasma - Principes. In Techniques de l'ingénieur. Techniques de l'ingénieur.

Bernier, G. (1988). Composites Ciment Fibres - Vol. 1 - Composites Ciment Verre. Cachan, France: ENS Cachan.

Bessadok, A., D. Langevin, F. Gouanvé, C. Chappey, S. Roudesli, et S. Marais. (2009). Study of water sorption on modified Agave fibres. Carbohydrate Polymers 76, 74-85.

Bessadok, A., S. Marais, F. Gouanvé, L. Colasse, I. Zimmerlin, S. Roudesli, et M. Métayer. (2007). Effect of chemical treatments of Alfa (Stipa tenacissima) fibres on water-sorption properties. Composites Science and Technology 67, 685-697.

Biblis, E. J. et C. F. Lo. (1968). Sugars and other wood extractives - Effect on the setting of southern pine-cement mixtures. Forest Products Journal 18, 28-34.

Bilba, K. et M.-A. Arsene. (2008). Silane treatment of bagasse fiber for reinforcement of cementitious composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 39, 1488-1495.

Bilodeau, A., V. K. . Kodur, et G. . Hoff. (2004). Optimization of the type and amount of polypropylene fibres for preventing the spalling of lightweight concrete subjected to hydrocarbon fire. Cement and Concrete Composites 26, 163-174.

Bismarck, A., I. Aranberri-Askargorta, et J. Springer. (2002). Surface characterization of flax, hemp and cellulose fibers; surface properties and the water uptake behavior. Polymer Composites 23, 873.

Bledzki, A. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. Progress in Polymer Science 24, 221-274.

Blumenkrantz, N. et G. Asboe-Hansen. (1973). New method for quantitative determination of uronic acids. Analytical Biochemistry 54, 484-489.

Bossuyt, V. (1941). Etude de la structure et des propriétés mécaniques de la fibre de lin (Thèse de doctorat). Faciulté des sciences de Lille, Lille, France.

Boulekbache, B., M. Hamrat, M. Chemrouk, et S. Amziane. (2010). Flowability of fibre-reinforced concrete and its effect on the mechanical properties of the material. Construction and Building Materials 24, 1664-1671.

Boulekbache, B., M. Hamrat, M. Chemrouk, et S. Amziane. (2012). Influence of yield stress and compressive strength on direct shear behaviour of steel fibre-reinforced concrete. Construction and Building Materials 27, 6-14.

Bourgeois, M. (2011). Fibres agrosourcées. In Techniques de l'ingénieur. Techniques de l'ingénieur.

Bourmaud, A., C. Morvan, A. Bouali, V. Placet, P. Perré, et C. Baley. (2013). Relationships between micro-fibrillar angle, mechanical properties and biochemical composition of flax fibers. Industrial Crops and Products 44, 343-351.

Boustingorry, P. (2002). Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté - Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse (Thèse de doctorat). Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne, France.

Brandt, A. M. (2008). Fibre reinforced cement-based (FRC) composites after over 40 years of development in building and civil engineering. Composite Structures 86, 3-9.

Brink, M. et E. G. Achigan-Dako (Eds.). (2012). Plantes à fibres. Wageningen, Pays-Bas: Fondation PROTA - CTA.

Budrugeac, P., V. Trandafir, et M. G. Albu. (2003). The effect of the hydration degree on the hydrothermal and thermo-oxidative stability of some collageneous matrices. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 72, 581-585.

Canovas, M. F., N. H. Selva, et G. M. Kawiche. (1992). New economical solutions for improvement of durability of Portland cement mortars reinforced with sisal fibres. Materials and Structures 25, 417-422.

Caramaro, L. (2005). Fibres et fils à usage technique. In Techniques de l'ingénieur. Techniques de l'ingénieur.

CELC. (2010). Le lin européen : la fibre verte d'avenir, créative et innovante. Masters of Linen.

CELC Masters of Linen. (2010). Le lin et le chanvre européen. Consulté 12 novembre 2014, à l'adresse www.mastersoflinen.com

Célino, A., S. Fréour, F. Jacquemin, et P. Casari. (2014). The hygroscopic behavior of plant fibers: a review. Frontiers in Chemistry 1.

Chafei, S. (2014). 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.

Chafei, S., F. Khadraoui, M. Boutouil, et M. Gomina. (2014). Optimizing the formulation of flax fiber-reinforced cement composites. Construction and Building Materials 54, 659-664.

Chafei, S., F. Khadraoui, M. Boutouil, et M. Gomina. (2015). Effect of flax fibers treatments on the rheological and the mechanical behavior of a cement composite. Construction and Building Materials 79, 229-235.

Chafei, S., T. H. Tran, F. Khadraoui, M. Boutouil, et M. Gomina. (2012). 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. Toulouse, France: Université Paul Sabatier.

Chamoin, J. (2013). Optimisation des propriétés (physiques, mécaniques et hydriques) de bétons de chanvre par la maîtrise de la formulation (Thèse de doctorat). Institut National des Sciences Appliquées, Rennes, France.

Charlet, K. (2008). Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques (Thèse de doctorat). Université de Caen, France.

Charlet, K., C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, et J. Bréard. (2007). Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 38, 1912-1921.

Charlet, K., J. P. Jernot, M. Gomina, J. Bréard, C. Morvan, et C. Baley. (2009). Influence of an Agatha flax fibre location in a stem on its mechanical, chemical and morphological properties. Composites Science and Technology 69, 1399-1403.

Charlet, K., J.-P. Jernot, J. Breard, et M. Gomina. (2010). Scattering of morphological and mechanical properties of flax fibres. Industrial Crops and Products 32, 220-224.

Cherubin-Grillo, D. (2001). Caractérisation et modélisation du comportement mécanique d'une plaque ondulée en composites ciment/verre (Thèse de doctorat). Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II.

CIMbéton. (2004). La durabilité des bétons. Paris-la-Défense, France: CIMbéton.

CIMbéton. (2008). Les ouvrages en béton : durabilité, dimensionnement et esthétique, Vol. 1-Tome 3, Vol. Fiches techniques. Paris-la-Défense, France: CIMbéton.

CIMbéton. (2013). Les bétons : formulation, fabrication et mise en œuvre, Vol. 1-Tome 2, Vol. Fiches techniques. Paris-la-Défense, France: CIMbéton.

Codina, M. (2007). Les bétons bas pH - Formulation, caractérisation et étude à long terme (Thèse de doctorat). Institut National des Sciences Appliquées, Toulouse, France.

Da Silva, N. (2008). Etat de la connaissance scientifique sur les fibres végétales. FRD (Fibres Recherche Développement).

Davis, E. A., C. Derouet, C. Herve Du Penhoat, et C. Morvan. (1990). Isolation and an N.M.R. study of pectins from flax (linum usitatissimum L.). Carbohydrate Research 197, 205-215.

De Larrard, F. (2000). Structures granulaires et formulation des bétons. Paris, France: Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

De Vestele, C. et C. Dauriac. (2009, octobre). 60 Linen and Hemp icons. CELC.

Destaing, F. (2012). Contribution à l'étude du comportement mécanique de matériaux composites biosourcés lin/PA11 élaborés par thermocompression. (Thèse de doctorat). Université de Caen Basse-Normandie, Caen, France.

Dubois, M., K. A. Gilles, J. K. Hamilton, P. A. Rebers, et F. Smith. (1956). Colorimetric method for determination of sugars and related substances. Analytical Chemistry 28, 350-356.

Fauchais, P. (2000, juillet). Gaz ionisés et plasmas. In Techniques de l'ingénieur. Techniques de l'ingénieur.

Faucon, P. et H. Beinish. (2006). Composites ciment verre - La production (No. N°255), p. 4. Epernon, France: CERIB.

Francesco, N., I. B. Zakaria, et A. B. Hazeli. (2013). An experimental study on flexural strength enhancement of concrete by means of small steel fibers. Frattura Ed Integrità Strutturale 22–30.

FRD. (2012). Fibres végétales dans les matériaux : Quelles ressources disponibles, quelles performances, pour quelles applications ? Présenté à Fibres Recherche Développement, Troyes, France.

Fuzek, J. F. (1985). Absorption and desorption of water by some common fibers. Industrial & Engineering Chemistry Product Research and Development 24, 140-144.

Gaquere, L., J. Lazko, N. Landercy, R. David, L. Dangreau, S. Khelifi, et F. Poutch. (2013). Amélioration des propriétés hydrophobes et ignifuges des isolants naturels à base de fibres de lin et de chanvre par traitement au plasma atmosphérique, p. 137-147. Présenté à Ecobat Sciences & Techniques 2013, Paris, France.

Garcia-Diaz, E. (1995). Réactivité pouzzolanique des métakaolinites : corrélations avec les caractéristiques minéralo-gitologiques des kaolinites (Thèse de doctorat). Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne, France.

Gencel, O., C. Ozel, W. Brostow, et G. Martínez-Barrera. (2011). Mechanical properties of self-compacting concrete reinforced with polypropylene fibres. Materials Research Innovations 15, 216-225.

Georgali, B. et P. E. Tsakiridis. (2005). Microstructure of fire-damaged concrete. A case study. Cement and Concrete Composites 27, 255-259.

Glinicki, M. A., A. Vautrin, P. Soukatchoff, et J. François-Brazier. (1994). Plate impact testing method for GRC materials. Cement and Concrete Composites 16, 241-251.

Gonnerman, H. F. (1925). Effect of size and shape of test specimen on compressive strength of concrete. In Proc. ASTM, Vol. 25, p. 237-250.

Gouanvé, F., S. Marais, A. Bessadok, D. Langevin, et M. Métayer. (2007). Kinetics of water sorption in flax and PET fibers. European Polymer Journal 43, 586-598.

Gourier, C., A. Le Duigou, A. Bourmaud, et C. Baley. (2014). Mechanical analysis of elementary flax fibre tensile properties after different thermal cycles. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 64, 159-166.

Govin, A. (2004). Aspects physico-chimiques de l'interaction bois-ciment - Modification de l'hydratation du ciment par le bois (Thèse de doctorat). Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne, France.

Govin, A., A. Peschard, et R. Guyonnet. (2006). Modification of cement hydration at early ages by natural and heated wood. Cement and Concrete Composites 28, 12-20.

Gram, H.-E. (1983). Durability of Natural Fibres in Concrete. Stockholm, Suède: Swedish Cement and Concrete Research Institute.

Hänninen, T., A. Thygesen, S. Mehmood, B. Madsen, et M. Hughes. (2012). Mechanical processing of bast fibres: The occurrence of damage and its effect on fibre structure. Industrial Crops and Products 39, 7-11.

Harrat, K. et M. Queneudec. (2012). Valorisation de déchets fibreux issus de folioles de palmiers dattiers. Influence de la taille et du pourcentage de la fraction végétale sur les caractéristiques physico mécaniques d'un mortier cimentaire. In Recueil des communications du colloque International Francophone NoMaD 2012, p. 41-50. Toulouse, France: Université Paul Sabatier.

Hearle, J. W. S. (1963). The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers. Journal of Applied Polymer Science 7, 1207-1223.

Hepworth, D. G., D. M. Bruce, J. F. V. Vincent, et G. Jeronimidis. (2000). The manufacture and mechanical testing of thermosetting natural fibre composites. Journal of Materials Science 35, 293-298.

Hill, C. A. ., H. P. S. A. Khalil, et M. D. Hale. (1998). A study of the potential of acetylation to improve the properties of plant fibres. Industrial Crops and Products 8, 53-63.

Hourdet, D. et G. Muller. (1991). Solution properties of pectin polysaccharides — III: Molecular size of heterogeneous pectin chains. Calibration and application of SEC to pectin analysis. Carbohydrate Polymers 16, 409-432.

Houzé, C. (2013). Etude de la valorisation des laitiers de l'industrie sidérurgique et de production des alliages silicomanganèse (Thèse de doctorat). Université Paris-Est, Marne-la-Vallée, France.

Janotka, I., L. Kraj?i, A. Ray, et S. . Mojumdar. (2003). The hydration phase and pore structure formation in the blends of sulfoaluminate-belite cement with Portland cement. Cement and Concrete Research 33, 489-497.

Joly, N. (2003). Synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenus par acylation et réticulation de la cellulose (Thèse de doctorat). Université de Limoges, Limoges, France.

Jörg Müssig, H. H. (1999). Caractérisation des fibres de chanvre, p. 10. Présenté à Journée scientifique du chanvre, Montjean-sur-Loire, France.

Juarez, C., A. Durán, P. Valdez, et G. Fajardo. (2007). Performance of "Agave lecheguilla" natural fiber in portland cement composites exposed to severe environment conditions. Building and Environment 42, 1151-1157.

Khazma, M. (2008). Contribution à l'optimisation de composites cimentaires à base de coproduits du lin : procédés de traitement de la matière végétale et de la matrice ; impact de ces procédés sur les propriétés des composites élaborés (Thèse de doctorat). Université de Picardie Jules Verne, Amiens, France.

Khazma, M., N. El Hajj, A. Goullieux, R. M. Dheilly, et M. Queneudec. (2008). Influence of sucrose addition on the performance of a lignocellulosic composite with a cementious matrix. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 39, 1901-1908.

Khazma, M., A. Goullieux, R. M. Dheilly, B. Laidoudi, et M. Queneudec. (2011). Impact of aggregate coating with a PEC elastomer on properties of lightweight flax shive concrete. Industrial Crops and Products 33, 49-56.

Khazma, M., A. Goullieux, R.-M. Dheilly, A. Rougier, et M. Quéneudec. (2014). Optimization of flax shive-cementitious composites: Impact of different aggregate treatments using linseed oil. Industrial Crops and Products 61, 442-452.

Khazma, M., A. Goullieux, R.-M. Dheilly, et M. T'Kint. (2014). The use of modified flax shives in cementitious composites and the repercussion of these modifications on their behaviour in the cement matrix, p. 11. Présenté à International Conference on Flax and Other Bast Plants, Saskatoon, Canada.

Kodur, V. (2014). Properties of concrete at elevated temperatures. ISRN Civil Engineering 2014, 1-15.

Kriker, A., A. Bali, G. Debicki, M. Bouziane, et M. Chabannet. (2008). Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climates. Cement and Concrete Composites 30, 639-648.

Kriker, A., G. Debicki, A. Bali, M. M. Khenfer, et M. Chabannet. (2005). Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate. Cement and Concrete Composites 27, 554-564.

Lawrence, P., E. Ringot, et B. Husson. (1999). About the measurement of the air content in mortar. Materials and Structures 32, 618-621.

Lazko, J., B. Dupré, R. M. Dheilly, et M. Quéneudec. (2011). Biocomposites based on flax short fibres and linseed oil. Industrial Crops and Products 33, 317-324.

LCPC. (2003). Recommandations pour la durabilité des bétons durcis soumis au gel, IFSTTAR., Vol. Guide Technique. Marne-la-Vallée, France: Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

Le Hoang, T. (2013). Etude de caractérisation du comportement de composites cimentaires incorporant des fibres courtes de lin (Thèse de doctorat). Université de Caen Basse-Normandie, Caen, France.

Le Hoang, T., M. Boutouil, F. Khadraoui, et M. Gomina. (2012). Mechanical and microstructural characterization of flax fibre-reinforced cement composite. In Proceedings of the 11th Japan-Korea-France-Canada Joint Seminar on Geoenvironmental Engineering, Vol. 11, p. 131-136. Caen, France: Paralia.

Le Troedec, M. (2009). Caractérisation des intéractions physico-chimiques dans un matériau composite à base de phyllosilicates, de chaux et de fibres cellulosiques (Thèse de doctorat). Université de Limoges, Limoges, France.

Le Troedec, M., D. Sedan, C. Peyratout, J. P. Bonnet, A. Smith, R. Guinebretiere, et al. (2008). Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 39, 514-522.

Lédée, V., F. De Larrard, T. Sedran, et F. Brochu. (2004). Méthode d'essai n°61 : Essai de compacité des fractions granulaires à la table à secousses. Laboratoire Centrale des Ponts et Chaussées.

Leick, S., S. Henning, P. Degen, D. Suter, et H. Rehage. (2010). Deformation of liquid-filled calcium alginate capsules in a spinning drop apparatus. Physical Chemistry Chemical Physics 12, 2950.

Li, Z., X. Wang, et L. Wang. (2006). Properties of hemp fibre reinforced concrete composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 37, 497-505.

Libo, Y. et C. Nawawi. (2014). Sustainable concrete and structures with natural fibre reinforcements. In Infrastructure Corrosion and Durability - A Sustainability Study, p. 24. Auckland, New-Zealand: Yang Lu.

Ling, T.-C. et C.-S. Poon. (2014). Feasible use of large volumes of GGBS in 100% recycled glass architectural mortar. Cement and Concrete Composites 53, 350-356.

Liu, X., G. Ye, G. De Schutter, Y. Yuan, et L. Taerwe. (2008). On the mechanism of polypropylene fibres in preventing fire spalling in self-compacting and high-performance cement paste. Cement and Concrete Research 38, 487-499.

MacVicar, R., L. M. Matuana, et J. J. Balatinecz. (1999). Aging mechanisms in cellulose fiber reinforced cement composites. Cement and Concrete Composites 21, 189-196.

Madsen, B., A. Thygesen, et H. Lilholt. (2009). Plant fibre composites – porosity and stiffness. Composites Science and Technology 69, 1057-1069.

Magniont, C. (2011). Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources (PhD thesis). Université Paul Sabatier - Toulouse III, Toulouse, France.

Mansur, M. A. et M. A. Aziz. (1982). A study of jute fibre reinforced cement composites. International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete 4, 75-82.

Markovic, I. (2006). High-Performance Hybrid-Fibre Concrete: Development and Utilisation. Delft, Netherlands: Delft University Press.

Martinie, L. (2010). Comportement rhéologique et mise en œuvre des matériaux cimentaires fibrés (Thèse de doctorat). Université Paris-Est, Paris, France.

Martinie, L., P. Rossi, et N. Roussel. (2010). Rheology of fiber reinforced cementitious materials: classification and prediction. Cement and Concrete Research 40, 226-234.

MCS. (2017). Résultats des analyses du contrôle sanitaire des eaux destinées à la consommation humaine. Ministère chargé de la santé. Consulté 6 septembre 2017, à l'adresse https://orobnat.sante.gouv.fr/orobnat/afficherPage.do?methode=menu&usd=AEP&idRegion=25

Mellon, R. . et H. S. . Sharma. (2002). Thermogravimetric analysis of perennial ryegrass: relationship between dry matter digestibility and thermal profiles. Thermochimica Acta 383, 161-168.

Merouani, L. (1987). Phénomènes de sorption et de transfert d'humidité dans des matériaux du bâtiment : étude expérimentale comparative d'un mortier de ciment et d'un enduit de façade. Institut polytechnique de Grenoble, Grenoble, france.

Merzoud, M. (2007). Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de diss dans la fabrication de la maçonnerie (Thèse de doctorat). Université Badji Mokhtar, Annaba, Algérie.

Merzoud, M., S. Fertikh, M. F. Habita, et A. Gousamia. (2011). Influence des absorptions par immersion et par capillarité sur les propriétés physico-mécaniques des composites à base de fibres naturelles locales (le diss), Vol. 1O-086, p. 7. Présenté à INVACO2 - Innovation & valorisation en génie civil & matériaux de construction, Rabat, Maroc.

Michel, F. et L. Courard. (2006). Apport de la granulométrie laser dans la caractérisation physique des fillers calcaires. In (RF)2B. Toulouse, France.

Michel, M. (2009). Accélération de ciment au laitier par du ciment sulfo-alumineux (Thèse de doctorat). Institut National des Sciences Appliquées, Lyon, France.

Miller, D. P. et A. A. Moslemi. (1991). Wood-cement composites: effect of model compounds on hydration characteristics and tensile strength. Wood and Fiber Science 23, 472-482.

Miloud, B. (2005). Permeability and porosity characteristics of steel fiber reinforced concrete. Asian Journal of Civil Engineering (Building & Housing) 6, 317-330.

Mobasher, B. et S. P. Shah. (1989). Test parameters for evaluating toughness of glass fiber reinforced concrete panels. ACI Materials Journal 86, 448-458.

Mohamed, A. S. M. (2011). Influence de la valorisation de microfibres végétales sur la formulation et la résistance aux cycles de gel-dégel de BAP (Thèse de doctorat). Université de Cergy-Pontoise, Cergy-Pontoise, France.

Mohanty, A. K., M. Misra, et G. Hinrichsen. (2000). Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. Macromolecular Materials and Engineering 276-277, 1-24.

Mohr, B. J., J. J. Biernacki, et K. E. Kurtis. (2006). Microstructural and chemical effects of wet/dry cycling on pulp fiber–cement composites. Cement and Concrete Research 36, 1240-1251.

Mohr, B. J., J. J. Biernacki, et K. E. Kurtis. (2007). Supplementary cementitious materials for mitigating degradation of kraft pulp fiber-cement composites. Cement and Concrete Research 37, 1531-1543.

Monreal, P. (2007). Étude de faisabilité de bétons lignocellulosiques à base de pulpes de betteraves. Traitements physico-chimiques des granulats et évaluation de l'influence sur les performances mécaniques, hydriques et thermiques (Thèse de doctorat). Université de Picardie Jules Verne, Amiens, France.

Monreal, P., L. B. Mboumba-Mamboundou, R. M. Dheilly, et M. Quéneudec. (2011). Effects of aggregate coating on the hygral properties of lignocellulosic composites. Cement and Concrete Composites 33, 301-308.

Montreuil, J., G. Spik, A. Chosson, E. Segard, et N. Scheppler. (1963). Methods of study of the structure of glycoproteins. Journal de Pharmacie de Belgique 18, 529-546.

Mounanga, P. (2003). Étude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques (Thèse de doctorat). Université de Nantes, Nantes, France.

Mouton, Y. (2010). Matériaux organiques spécifiques pour la construction. Paris: Lavoisier - Hermes.

Nanonene, A. Y. (2009). Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage (Thèse de doctorat). Institut National Polytechnique, Toulouse, France.

Narayan Swamy, R. (1971). Dynamic Poisson's ratio of portland cement paste, mortar and concrete. Cement and Concrete Research 1, 559-583.

Neville, A. N. (2000). Propriétés des bétons. Paris: Eyrolles.

Nguyen, D. H. (2014). Étude du comportement hydromécanique des bétons drainants à base de coproduits coquilliers (Thèse de doctorat). Université de Caen Basse-Normandie, Caen, France.

Nilsson, T. et P. J. Gustafsson. (2007). Influence of dislocations and plasticity on the tensile behaviour of flax and hemp fibres. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 38, 1722-1728.

Nozahic, V. (2012). Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant/végétal - Application à des granulats de chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce/chaux (PhD thesis). Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, Clermont-Ferrand, France.

Nozahic, V. et S. Amziane. (2012). Influence of sunflower aggregates surface treatments on physical properties and adhesion with a mineral binder. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 43, 1837-1849.

Nozahic, V., S. Amziane, G. Torrent, K. Saïdi, et H. De Baynast. (2012). Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice–lime binder. Cement and Concrete Composites 34, 231-241.

Olesen, P. O. et D. V. Plackett. (1999). Perspectives on the performance of natural plant fibres.

Ouajai, S. et R. A. Shanks. (2005). Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments. Polymer Degradation and Stability 89, 327-335.

Oumeziane, Y. A. (2013). Evaluation des performances hygrothermiques d'une paroi par simulation numérique : application aux parois en béton de chanvre (Thèse de doctorat). Institut National des Sciences Appliquées, Rennes, France.

Pallesen, B. E. (1996). The quality of combine-harvested fibre flax for industrials purposes depends on the degree of retting. Industrial Crops and Products 5, 65-78.

Park, G. S. (1986). Transport principles - Solution, diffusion and permeation in polymer membranes. In P. M. Bungay, H. K. Lonsdale, et M. N. Pinho (Eds.), Synthetic Membranes: Science, Engineering and Applications, p. 57-107. Dordrecht: Springer Netherlands.

Pavasars, I., J. Hagberg, H. Borén, et B. Allard. (2003). Alkaline degradation of cellulose: mechanisms and kinetics. Journal of Polymers and the Environment 11, 39-47.

Peschard, A., A. Govin, J. Pourchez, E. Fredon, L. Bertrand, S. Maximilien, et B. Guilhot. (2006). Effect of polysaccharides on the hydration of cement suspension. Journal of the European Ceramic Society 26, 1439-1445.

Pickering, K. L., M. G. A. Efendy, et T. M. Le. (2016). A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 83, 98-112.

Powers, T. C. (1958). Structure and physical properties of hardened Portland cement paste. Journal of the American Ceramic Society 41, 1-6.

Proctor, B. A. (1990). A review of the theory of GRC. Cement and Concrete Composites 12, 53-61.

Promis, G. (2010). Composites fibres / matrice minérale : du matériau à la structure (Thèse de doctorat). Université Claude Bernard Lyon 1, Lyon, France.

Quillin, K. (2001). Performance of belite–sulfoaluminate cements. Cement and Concrete Research 31, 1341-1349.

Ramachandran, V. S. et M. S. Lowery. (1992). Conduction calorimetric investigation of the effect of retarders on the hydration of Portland cement. Thermochimica Acta 195, 373-387.

Ramakrishna, G. et T. Sundararajan. (2005). Impact strength of a few natural fibre reinforced cement mortar slabs: a comparative study. Cement and Concrete Composites 27, 547-553.

Ramakrishna, G., T. Sundararajan, et S. Kothandaraman. (2010). Evaluation of durability of natural fibre reinforced cement mortar composite-A new approach. ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences 5, 44–51.

Ramiah, M. V. (1970). Thermogravimetric and differential thermal analysis of cellulose, hemicellulose, and lignin. Journal of Applied Polymer Science 14, 1323-1337.

Räsänen, V. et V. Penttala. (2004). The pH measurement of concrete and smoothing mortar using a concrete powder suspension. Cement and Concrete Research 34, 813-820.

Reading, T. J. (1985). Deleterious effects of wood forms on concrete surfaces. Concrete International 7, 57-62.

Roma, L. C., L. S. Martello, et H. Savastano. (2008). Evaluation of mechanical, physical and thermal performance of cement-based tiles reinforced with vegetable fibers. Construction and Building Materials 22, 668-674.

Rossi, P. (2002). Les bétons de fibres métalliques. Paris: Presses de l'École nationale des ponts et chaussées.

Rouch, M., Gomina, M. (2017). Influence d'un vieillissement hygrothermique sur la morphologie et sur les propriétés mécaniques d'un composite bio-sourcé : polyester insaturé-fibres de lin.

Présenté aux 20èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC 20), 28-30 juin 2017, Champs-sur-Marne, France.

Roudier, A. (2012). Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin (Thèse de doctorat). Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, Clermont-Ferrand, France.

Sakr, K. et E. EL-Hakim. (2005). Effect of high temperature or fire on heavy weight concrete properties. Cement and Concrete Research 35, 590-596.

Santos, S. F., R. Schmidt, A. E. F. S. Almeida, G. H. D. Tonoli, et H. Savastano. (2015). Supercritical carbonation treatment on extruded fibre–cement reinforced with vegetable fibres. Cement and Concrete Composites 56, 84-94.

Savastano, H., V. M. John, V. Agopyan, et O. P. Ferreira. (2002). Weathering of vegetable fibre-clinker free cement composites. Materials and Structures 35, 64-68.

Savastano, H., P. G. Warden, et R. S. P. Coutts. (2001). Performance of low-cost vegetable fibre-cement composites under weathering. In POV 41, p. 11. Wellington, New-Zealand.

Savastano, H., P. G. Warden, et R. S. P. Coutts. (2005). Microstructure and mechanical properties of waste fibre–cement composites. Cement and Concrete Composites 27, 583-592.

Sedan, D. (2007). Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment - Influence sur les propriétés mécaniques du composite (Thèse de doctorat). Université de Limoges, Limoges, France.

Sedan, D., C. Pagnoux, A. Smith, et T. Chotard. (2008). Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction. Journal of the European Ceramic Society 28, 183-192.

Sedran, T. et F. De Larrard. (1994). RENÉ-LCPC: un logiciel pour optimiser la granularité des matériaux de génie civil (Technical manual No. N°194), p. 10. Paris, France: Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.

Sellami, A., M. Merzoud, et S. Amziane. (2013). Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers. Construction and Building Materials 47, 1117-1124.

Shah, S. P., D. Ludirdja, J. I. Daniel, et B. Mobasher. (1988). Toughness-Durability of Glass Fiber Reinforced Concrete Systems. ACI Materials Journal 85, 352-360.

Silva, F. de A., R. D. T. Filho, J. de A. M. Filho, et E. de M. R. Fairbairn. (2010). Physical and mechanical properties of durable sisal fiber–cement composites. Construction and Building Materials 24, 777-785.

Simatupang, M. H., U. Schmitt, et A. Kasim. (1994). 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, 269-285.

Soroushian, P., Z. Shah, J.-P. Won, et J.-W. Hsu. (1994). Durability and moisture sensitivity of recycled wastepaper-fiber-cement composites. Cement and Concrete Composites 16, 115-128.

Soroushian, P., J.-P. Won, et M. Hassan. (2013). Durability and microstructure analysis of CO2-cured cement-bonded wood particleboard. Cement and Concrete Composites 41, 34-44.

Stamboulis, A., C. A. Baillie, et T. Peijs. (2001). Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 32, 1105-1115.

Strezov, V., B. Moghtaderi, et J. A. Lucas. (2003). Thermal study of decomposition of selected biomass samples. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 72, 1041-1048.

Tamilarasan, V. S., P. Perumal, et J. Maheswaran. (2012). Workability studies on concrete with GGBS as a replacement material for cement with and without superplasticiser. International Journal of Advanced Research in Engineering and Technology 3, 11-21.

Thuault, A. (2011). Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique d'une fibre de lin (Thèse de doctorat). Université de Caen, Caen, France.

Thuault, A., S. Eve, D. Blond, J. Breard, et M. Gomina. (2014). Effects of the hygrothermal environment on the mechanical properties of flax fibres. Journal of Composite Materials 48, 1699-1707.

Thuault, A., S. Eve, P. Jouannot-Chesney, J. Bréard, et M. Gomina. (2013). Interrelation between the variety and the mechanical properties of flax fibres. Journal of Biobased Materials and Bioenergy 7, 609-618.

Toledo Filho, R. D., K. Ghavami, G. L. England, et K. Scrivener. (2003). Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability. Cement and Concrete Composites 25, 185-196.

Toledo Filho, R. D., K. Scrivener, G. L. England, et K. Ghavami. (2000). Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. Cement and Concrete Composites 22, 127-143.

Toledo Filho, R. D., F. de A. Silva, E. M. R. Fairbairn, et J. de A. M. Filho. (2009). Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates. Construction and Building Materials 23, 2409-2420.

Tonoli, G. H. D., U. P. Rodrigues Filho, H. Savastano, J. Bras, M. N. Belgacem, et F. A. Rocco Lahr. (2009). Cellulose modified fibres in cement based composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 40, 2046-2053.

Tonoli, G. H. D., S. F. Santos, A. P. Joaquim, et H. Savastano. (2010). Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. Construction and Building Materials 24, 193-201.

Tonoli, G. H. D., S. F. Santos, H. Savastano, S. Delvasto, R. Mejía de Gutiérrez, et M. del M. Lopez de Murphy. (2011). Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. Cement and Concrete Composites 33, 225-232.

Tserki, V., N. E. Zafeiropoulos, F. Simon, et C. Panayiotou. (2005). A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 36, 1110-1118.

Tung, L. H., F. Khadraoui, M. Boutouil, et M. Gomina. (2011). Mechanical properties of flax fibre reinforced cement composites. In Proceedings of the International Conference on Technological Advancements in Civil Engineering, p. 250-255. Chennai, India: Zhao Yang.

Tung, L. H., F. Khadraoui, M. Boutouil, et M. Gomina. (2012). Caractérisation microstructurale et mécanique d'un composite cimentaire renforcé par des fibres de lin. MATEC Web of Conferences 2, 8.

USRTL. (2012). Le lin textile en 10 étapes. Union Syndicale des Rouisseurs-Teilleurs de Lin. Consulté 12 novembre 2014, à l'adresse http://www.usrtl-ifl.fr/spip.php?article34

Van de Weyenberg, I., T. Chi Truong, B. Vangrimde, et I. Verpoest. (2006). Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 37, 1368-1376.

Van Soest, P. J. (1963). Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. I. Preparation of fiber residues of low nitrogen content. Journal of the Association of Official Agricultural Chemists 46, 825-829.

Van Soest, P. J. et R. H. Wine. (1967). Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. IV. Determination of plant cell-wall constituents. Journal of the Association of Official Agricultural Chemists 50, 50-55.

Weatherwax, R. C. et H. Tarkow. (1964). Effect of wood on the setting of Portland cement. Forest Products Journal 14, 567-570.

Winnefeld, F. et B. Lothenbach. (2010). Hydration of calcium sulfoaluminate cements — Experimental findings and thermodynamic modelling. Cement and Concrete Research 40, 1239-1247.

Yao, F., Q. Wu, Y. Lei, W. Guo, et Y. Xu. (2008). Thermal decomposition kinetics of natural fibers: Activation energy with dynamic thermogravimetric analysis. Polymer Degradation and Stability 93, 90-98.

Yaremko, C. (2012). Durability of Flax Fibre Reinforced Concrete (Master of Science). University of Saskatchewan, Saskatoon, Canada.

Zafeiropoulos, N. E., C. A. Baillie, et J. M. Hodgkinson. (2002). Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials. Part II. The effect of surface treatments on the interface. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 33, 1185-1190.

Zafeiropoulos, N. E., D. R. Williams, C. A. Baillie, et F. L. Matthews. (2002). Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials. Part I. Development and investigation of surface treatments. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 33, 1083-1093.

Zovi, O. (2009). Fonctionnalisation et photopolymérisation de l'huile de lin en vue de l'élaboration de nouveaux matériaux sans émissions de composés organiques volatiles (COV) (Thèse de doctorat). Institut National des Sciences Appliquées, Rouen, France.

Normes :

ACI 318 (2014) : Building code requirements for structural concrete.

ASTM C1018 (1997, withdrawn 2006) : Standard test method for flexural toughness and first-crack strength of fiber-reinforced concrete (using beam with third-point loading).

NF EN 196-1 (2006) : Méthodes d'essais des ciments – Détermination des résistances mécaniques.

NF EN 196-3 (2009) : Méthodes d'essais des ciments – Détermination du temps de prise et de la stabilité.

NF EN 196-6 (2012) : Méthodes d'essais des ciments – Détermination de la finesse.

NF EN 196-9 (2010) : Méthodes d'essais des ciments – Chaleur d'hydratation : Méthode semi-adiabatique.

NF EN 206 (2014) : Béton - Spécification, performance, production et conformité.

NF EN 933-1 (2012) : Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats – Détermination de la granularité – Analyse granulométrique par tamisage.

NF EN 933-3 (2012) : Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats – Détermination de la forme des granulats – Coefficient d'aplatissement.

NF EN 1008 (2003) : Eau de gâchage pour bétons – Spécifications d'échantillonnage, d'essais et d'évaluation de l'aptitude à l'emploi.

NF EN 1015-3 (1999) : Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie – Détermination de la consistance du mortier frais (avec une table à secousses).

NF EN 1097-6 (2014) : Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats – Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau.

NF EN 1992-1-1 (2005) : Eurocode 2 – Calcul des structures en béton – Règles générales et règles pour les bâtiments.

NF EN 12350-2 (2012) : Essais pour béton frais – Essai d'affaissement.

NF EN 12350-3 (2012) : Essais pour béton frais – Essai Vébé.

NF EN 12350-8 (2010) : Essai pour béton frais – Béton autoplaçant – Essai d'étalement au cône d'Abrams.

NF EN 12390-3 (2012) : Essais pour béton durci – Résistance à la compression des éprouvettes.

NF EN 12390-5 (2012) : Essais pour béton durci – Résistance à la flexion sur éprouvettes.

NF EN 12390-13 (2014) : Essai pour béton durci – Détermination du module sécant d'élasticité en compression.

NF EN 12504-4 (2005) : Essais pour béton dans les structures – Détermination de la vitesse de propagation du son.

NF EN 12620 (2011) : Granulats pour béton.

NF EN ISO 665 (2000) : Graines oléagineuses – Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.

NF EN ISO 12571 (2000) : Performance hygrothermique des matériaux et produits pour le bâtiment – Détermination des propriétés de sorption hygroscopique.

NF P15-433 (1994) : Méthodes d'essais des ciments – Détermination du retrait et du gonflement.

NF P18-424 (2008) : Bétons – Essai de gel sur béton durci – Gel dans l'eau - Dégel dans l'eau.

NF P18-425 (2008) : Bétons – Essai de gel sur béton durci – Gel dans l'air - Dégel dans l'eau.

NF P18-452 (2017) : Bétons – Mesure du temps d'écoulement des bétons et des mortiers au maniabilimètre.

NF P18-459 (2010) : Béton – Essai pour béton durci – Essai de porosité et de masse volumique.

NF P18-508 (2012) : Additions pour béton hydraulique – Additions calcaires – Spécifications et critères de conformité.

NF T25-501-1 (2015) : Fibres de renfort – Fibres de lin pour composites plastiques – Terminologie et caractérisation des fibres de lin.

NF T25-501-2 (2015) : Fibres de renfort – Fibres de lin pour composites plastiques – Détermination des propriétés en traction des fibres élémentaires.

Liste des figures

Figure 1-1 : Classification des fibres naturelles d'origines végétale et animale (Jörg Müssig, 1999)..... 21
Figure 1-2 : Classification des fibres végétales (Baley, 2003; FRD, 2012)..... 21
Figure 1-3 : Représentation schématique de la section d'une tige de lin (Baley, 2013a) 22
Figure 1-4 : Etapes de la culture du lin de printemps (USRTL, 2012)..... 23
Figure 1-5 : Processus d'extraction des fibres de lin (CELC, 2010; USRTL, 2012)..... 24
Figure 1-6 : Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale (Hearle, 1963)..... 26
Figure 1-7 : Schéma de la microstructure d'une fibre végétale (Baley, 2002)..... 27
Figure 1-8 : Profil du diamètre d'une fibre de lin (Charlet et al., 2010) 28
Figure 1-9 : Structure moléculaire de la cellulose (Roudier, 2012) 29
Figure 1-10 : Structure moléculaire d'une chaine d'acide galacturonique (Sedan, 2007)..... 30
Figure 1-11 : Cinétique d'absorption d'eau des fibres de lin et de chanvre (Magniont, 2011) 31
Figure 1-12 : Comportement en traction d'une fibre de lin (Baley, 2002)..... 32
Figure 1-13 : Influence du diamètre de la fibre de lin sur la contrainte à rupture et le module d'Young (Baley, 2003) 33
Figure 1-14 : Influence de l'hygrométrie sur les propriétés mécaniques des fibres de lin (Thuault, 2011) 34
Figure 1-15 : Analyses thermogravimétriques de différentes variétés de fibres de lin (Thuault, 2011) 35
Figure 1-16 : Contrainte à rupture et module d'Young des fibres de lin à différentes températures (Gourier et al., 2014)..... 35
Figure 1-17 : Courbes force-déplacement typiques en flexion d'un matériau cimentaire non-fibré et de matrices cimentaires renforcés par des fibres (ACI, 1996) 38
Figure 1-18 : Propriétés usuelles du CCV (Promis, 2010) 40
Figure 1-19 : Temps d'écoulement de mortiers renforcés de fibres de lin (Le Hoang, 2013) 42
Figure 1-20 : Influence de la concentration en peuplier sur la quantité de chaleur d'hydratation dégagée (Govin, 2004)..... 43
Figure 1-21 : Fixation des ions calcium entre deux chaines de pectine (Leick et al., 2010) 44

Figure 1-22 : Courbe de comportement d'un échantillon de pâte de ciment et d'un composite ciment / fibres végétales en flexion (Leick et al., 2010) 45
Figure 1-23 : Influence du dosage et de la longueur des fibres de lin sur la résistance en flexion des composites cimentaires (Le Hoang et al., 2012) 46
Figure 1-24 : Evolution de la contrainte à rupture et du module de Young en flexion d'une pâte de ciment renforcée de fibres de chanvre en fonction de la teneur en fibres (Sedan, 2007) 47
Figure 1-25 : Influence du dosage et de la longueur des fibres de jute sur la résistance en compression du composite cimentaire (Mansur et Aziz, 1982) 48
Figure 1-26 : Influence du taux de fibres de lin sur la résistance en compression du mortier (Chafei, 2014) 48
Figure 1-27 : Résistance résiduelle d'impact sur des composites jute et sisal (Ramakrishna et Sundararajan, 2005) 49
Figure 1-28 : Comportement mécanique en flexion 3 points d'une matrice cimentaire renforcée par des fibres de chanvre brutes (FIB), et des fibres traitées avec une solution de soude (FIBNA) et de chlorure d'aluminium (FIBAL) à 28 jours (a) et après 12 mois de vieillissement naturel (b) (Sedan, 2007) 50
Figure 1-29 : Courbes contrainte-déformation d'un mortier de ciment Portland renforcé par des fibres de sisal brutes, soumis à un vieillissement accéléré par cycles d'humidification/séchage (Canovas et al., 1992) 51
Figure 1-30 : Absorption d'eau des fibres de lin avec ou sans traitement (Chafei, 2014) 54
Figure 1-31 : Temps d'écoulement au maniabilimètre de mortiers renforcés de fibres de lin brutes ou traitées (Chafei et al., 2015) 55
Figure 1-32 : Influence de recouvrements au ciment et à l'huile de lin sur la capacité d'absorption en eau de granulats de pulpe de betterave (Monreal et al., 2011) 58
Figure 1-33 : Comportement en flexion de composites à matrice cimentaire (a) et à matrice pouzzolanique (b) après 0, 25, 50, 75 et 100 cycles de vieillissement accéléré par cycles d'immersion/séchage (Toledo Filho et al., 2009) 61
Figure 2-1 : Sable 0/4 mm (S) 64
Figure 2-2 : Gravier 4/10 mm (G) 64
Figure 2-3 : Courbes granulométriques du sable 0/4 et du gravier 4/10 65
Figure 2-4 : Tamisage mécanique des granulats (NF EN 933-1) 66
Figure 2-5 : Mesure de la masse volumique des granulats à l'aide d'un pycnomètre (EN 1097-6) 66
Figure 2-6 : Détermination du coefficient d'aplatissement du gravier (NF EN 933-3) 66
Figure 2-7 : Courbes granulométriques du filler calcaire et des liants utilisés 68
Figure 2-8 : Diagramme ternaire de Keil pour les différents liants 69
Figure 2-9 : Photographies des fibres de lin utilisées sous trois différentes longueurs 71
Figure 2-10 : Préparation des sachets de fibres de lin pour l'essai d'absorption d'eau 74
Figure 2-11 : Mise en place des sachets de fibres dans la centrifugeuse 74
Figure 2-12 : Appareil utilisé pour les essais DVS (ProUmid) 75
Figure 2-13 : Paliers d'humidité relative et prise de masse d'un échantillon 75
Figure 2-14 : Microscope optique vidéo VHX-2000 (Keyence) 75

Figure 2-15 : Mesure du diamètre des fibres de lin unitaires par microscopie 75
Figure 2-16 : Schéma représentant la préparation et la mise en place d'un essai de traction sur fibre de lin 76
Figure 2-17 : Courbe typique contrainte-déformation d'une fibre unitaire de lin 77
Figure 2-18 : Protocole de malaxage des mortiers 78
Figure 2-19 : Malaxeur IGM utilisé pour la confection des mortiers 79
Figure 2-20 : Table à chocs normalisée (NF EN 196-1) 79
Figure 2-21 : Malaxeur à béton 140 L 80
Figure 2-22 : Table vibrante 80
Figure 2-23 : Coffrages cylindres Ø11×22 cm et primes 7×7×28 cm 80
Figure 2-24 : Essai au maniabilimètre à mortier 81
Figure 2-25 : Essai à la table à chocs 81
Figure 2-26 : Essai d'affaissement 81
Figure 2-27 : Essai Vébé 81
Figure 2-28 : Essai d'étalement 81
Figure 2-29 : Calorimètre semi-adiabatique (NF EN 196-9) 84
Figure 2-30 : Dispositif de mesure de la porosité accessible à l'eau 85
Figure 2-31 : Essai de flexion 4 points 87
Figure 2-32 : Essai de compression simple 87
Figure 2-33 : Dispositif de mesure du module d'élasticité 87
Figure 2-34 : Caractéristiques des cycles de compression pour la mesure du module d'élasticité 88
Figure 2-35 : Essai de flexion 3 points sur mortier 89
Figure 2-36 : Essai de compression sur mortier 89
Figure 3-1 : Compacités expérimentale et modélisée du mélange granulaire sable-gravier, avec ou sans fibres de lin 93
Figure 3-2 : Différence de l'effet perturbateur exercé par des fibres rigides et des fibres flexibles (De Larrard, 2000) 94
Figure 3-3 : Schématisation du programme expérimental pour l'étude de la formulation des bétons 95
Figure 3-4 : Schématisation du principe de formulation par substitution volumique à l'état saturé 96
Figure 3-5 : Etalement au cône d'Abrams du béton témoin 98
Figure 3-6 : Affaissement au cône d'Abrams pour le BFL (0,3 % - 12 mm) 98
Figure 3-7 : Affaissements au cône d'Abrams mesurés pour les BFL 99
Figure 3-8 : Temps Vébé mesurés pour les BFL 99
Figure 3-9 : Teneur en air des bétons en fonction de la longueur et du taux de fibres de lin 100
Figure 3-10 : Teneur en air des BFL en fonction de la teneur en pâte 101
Figure 3-11 : Résistance moyenne en compression des bétons à 28 jours 102
Figure 3-12 : Résistance moyenne en flexion des bétons à 28 jours 102
Figure 3-13 : Résistance en compression des bétons en fonction de la composition du béton selon la relation de Féret 103
Figure 3-14 : Ratio résistance en flexion / résistance en compression des bétons en fonction de la longueur et du taux de fibres de lin 104

Figure 3-15 : Résistances en compression et flexion des BFL en fonction de la teneur en pâte 105
Figure 3-16 : Ratio résistance en flexion / résistance en compression des BFL en fonction de la teneur en pâte 105
Figure 3-17 : Module d'Young des bétons en fonction de leur résistance en compression 106
Figure 3-18 : Relations entre masse volumique apparente sèche, porosité accessible à l'eau et air occlus des bétons en fonction du taux de fibres 107
Figure 3-19 : Résistance en compression des bétons en fonction de leur porosité 108
Figure 3-20 : Porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente sèche des BFL en fonction de la teneur en pâte 109
Figure 4-1 : Plasmatreater AS400 (CREPIM) 113
Figure 4-2 : Zone de traitement du Plasmatreater AS400 113
Figure 4-3 : Principe du dépôt de HDMSO par buse plasma sous atmosphère 113
Figure 4-4 : Suivi massique des fibres traitées à l'huile de lin pendant la cure à 50°C 116
Figure 4-5 : Densité absolue des fibres de lin traitées à l'huile de lin 117
Figure 4-6 : Quantité d'eau absorbée par rapport aux fibres traitées en fonction du ratio HDL/fibres, après 5 minutes (à gauche) et 60 minutes (à droite) d'immersion 117
Figure 4-7 : Absorption d'eau massique en fonction du temps pour des fibres de lin brutes ou traitées, en prenant en compte (a) ou pas (b) la correction par la masse d'huile de lin déposée 118
Figure 4-8 : Observations microscopiques de fibres de lin brutes (à gauche) et traitées au plasma atmosphérique (à droite) 119
Figure 4-9 : Observations microscopiques de fibres de lin traitées au ciment/laitier 119
Figure 4-10 : Observations microscopiques de fibres de lin traitées à l'huile de lin 120
Figure 4-11 : ATG des fibres de lin après les différents traitements de surface 120
Figure 4-12 : Isothermes de sorption/désorption des fibres de lin selon le traitement de surface 123
Figure 4-13 : Absorption d'eau massique des fibres de lin brutes et traitées en fonction du temps : résultats 'bruts' (à gauche) et résultats 'corrigés' (à droite) 124
Figure 4-14 : Courbes d'absorption d'eau des fibres de lin en échelle de temps logarithmique 126
Figure 4-15 : Etalements relatifs des mortiers à la table à chocs 129
Figure 4-16 : Temps d'écoulement des mortiers au maniabilimètre 129
Figure 4-17 : Teneur en air des mortiers 130
Figure 4-18 : Proportion volumique des constituants des mortiers en considérant la teneur en air .. 130
Figure 4-19 : Porosité accessible à l'eau des mortiers en fonction de la teneur en air 131
Figure 4-20 : Courbes de comportement en flexion 3 points des différents mortiers après 28 et 90 jours de cure 132
Figure 4-21 : Résistances en flexion des mortiers après 7, 28, 90 et 320 jours de cure 133
Figure 4-22 : Principe de calcul de l'indice de ténacité I_5 (ASTM C1018) 135
Figure 4-23 : Indices de ténacité I_5 des mortiers en fonction du temps de cure 136
Figure 4-24 : Résultats en compression des mortiers après 7, 28, 90 et 320 jours de cure 137
Figure 4-25 : Comportement en compression des mortiers MT et MFB 138
Figure 4-26 : Module d'élasticité dynamique des mortiers en fonction de la masse volumique 139
Figure 4-27 : Chaleur d'hydratation instantanée des mortiers au cours du temps 140

Figure 4-28 : Quantité de chaleur dégagée cumulée des mortiers au cours du temps 140
Figure 4-29 : Schématisation de la méthode de récupération des extractibles des fibres de lin..... 141
Figure 4-30 : Macération des fibres de lin (gauche) et solutions contenant les éluats des fibres (droite) 141
Figure 4-31 : Evolution de la consistance normalisée des pâtes de ciment en fonction de E/C 142
Figure 4-32 : Temps de début de prise mesurés avec l'appareil Vicat sur les pâtes de ciment..... 143
Figure 4-33 : Masse de produits lixiviés..... 145
Figure 4-34 : Masse de produits lixiviés en fonction du temps de début de prise des pâtes..... 145
Figure 4-35 : Analyses DTG des mortiers après 90 jours de cure 146
Figure 4-36 : Degrés d'hydratation des mortiers calculés à partir des courbes ATG 147
Figure 5-1 : Porosité accessible à l'eau des mortiers en fonction de la teneur en air..... 154
Figure 5-2 : Résistances à la compression des mortiers avec liants alternatifs 156
Figure 5-3 : Résistances à la flexion des mortiers avec liants alternatifs..... 157
Figure 5-4 : Courbes contrainte-déplacement des mortiers après 28 jours de cure 158
Figure 5-5 : Courbes contrainte-déplacement des mortiers après 90 jours de cure 159
Figure 5-6 : Courbes contrainte-déplacement des mortiers après 320 jours de cure..... 160
Figure 5-7 : Indices de ténacité I_5 des mortiers avec liants alternatifs en fonction du temps de cure. 161
Figure 5-8 : Analyses thermogravimétriques (DTG) des mortiers avec liants alternatifs..... 162
Figure 5-9 : Courbes DTG des mortiers avec liants alternatifs 163
Figure 5-10 : Photographies d'essais d'étalement réalisés sur les bétons autoplaçants formulés 167
Figure 5-11 : Enceinte climatique WEISS Technik..... 170
Figure 5-12 : Evolution des températures au cœur des éprouvettes au cours d'un cycle de gel-dégel171
Figure 5-13 : Perte de masse des éprouvettes au cours des cycles de gel-dégel 172
Figure 5-14 : Gonflement des éprouvettes au cours des cycles de gel-dégel 174
Figure 5-15 : Fréquences de résonance des bétons au cours des cycles de gel-dégel..... 175
Figure 5-16 : Photographies des éprouvettes des bétons avant les essais au gel (photo du haut) et après les 300 cycles de gel-dégel (photo du bas)..... 176
Figure 5-17 : Etat de surface des bétons après 300 cycles de gel-dégel..... 177
Figure 5-18 : Résistances en flexion des bétons avant et après les 300 cycles de gel-dégel 178
Figure 5-19 : Résistances en compression des bétons avant et après les 300 cycles de gel-dégel..... 179
Figure 5-20 : Porosité accessible à l'eau des bétons avant et après les 300 cycles de gel-dégel 180
Figure 5-21 : Observations microscopiques des bétons après 300 cycles de gel-dégel 181
Figure 5-22 : Cage de protection des éprouvettes en cas d'éclatement..... 183
Figure 5-23 : Four utilisé pour le chauffage des bétons 183
Figure 5-24 : Etat de surface des bétons après exposition à des températures élevées 185
Figure 5-25 : Pertes de masse des éprouvettes en fonction de la température d'exposition..... 186
Figure 5-26 : Analyses thermogravimétriques (DTG) des bétons après exposition à des températures élevées..... 188
Figure 5-27 : Porosité accessible à l'eau des bétons en fonction de la température d'exposition 189
Figure 5-28 : Résistance à la compression des bétons en fonction de la température d'exposition..... 190
Figure 5-29 : Observations microscopiques des bétons après exposition à des hautes températures 192

Liste des tableaux

Tableau 1-1 : Les différents sous-produits issus de la paille de lin et leurs principales utilisations 25
Tableau 1-2 : Caractéristiques physiques de différentes fibres végétales (Baley, 2013a) 26
Tableau 1-3 : Variabilité des propriétés physiques et mécaniques des fibres de lin de la variété Agatha, selon leur provenance au sein de la tige (Charlet et al., 2009; Thuault, 2011) 27
Tableau 1-4 : Pourcentages massiques des constituants de différentes fibres végétales (Magniont, 2011; Thuault, 2011) 29
Tableau 1-5 : Coefficient d'absorption d'eau de différentes fibres végétales 31
Tableau 1-6 : Propriétés physiques et mécaniques des principales fibres utilisées (CIMbéton, 2013) . 37
Tableau 2-1 : Caractéristiques des granulats utilisés 66
Tableau 2-2 : Caractéristiques physico-chimiques des liants 69
Tableau 2-3 : Caractéristiques des adjuvants 70
Tableau 2-4 : Caractéristiques des fibres de verre 71
Tableau 2-5 : Composition biochimique des fibres de lin (Thuault, 2011) 72
Tableau 2-6 : Propriétés mécaniques des fibres de lin 77
Tableau 2-7 : Classes de consistance des bétons en fonction de l'affaissement mesuré 82
Tableau 2-8 : Classification des bétons selon le temps à l'essai Vébé 82
Tableau 3-1 : Composition des bétons avec taux de fibres de lin variable ($kg.m^{-3}$) 97
Tableau 3-2 : Composition des bétons à fibres de lin avec teneur en pâte variable ($kg.m^{-3}$) 97
Tableau 3-3 : Propriétés à l'état frais des BFL avec une teneur en pâte variable 99
Tableau 4-1 : Densité des fibres de lin brutes et traitées 121
Tableau 4-2 : Composition des mortiers renforcés avec 1 % fibres de lin ($kg.m^{-3}$) 127
Tableau 5-1 : Composition des mortiers biofibrés avec liants alternatifs ($kg.m^{-3}$) 152
Tableau 5-2 : Propriétés à l'état frais des mortiers avec liants alternatifs 153
Tableau 5-3 : pH des mortiers après 320 jours de vieillissement 164
Tableau 5-4 : Composition des bétons ($kg.m^{-3}$) 165
Tableau 5-5 : Propriétés des bétons à l'état frais 166
Tableau 5-6 : Propriétés des bétons à l'état durci après la période de cure 168

Annexes

<u>Annexe 1</u> : Fiche technique du sable 0/4

J.L.B. Sablières
Route des Sables - Le Haut-lieu
14 400 VAUX sur SEULLES
Tél : 02.31.51.18.78
Fax : 02.31.51.18.79
e-mail : jlb.sablieres@groupe-pigeon.com

Fiche Technique Produit

Sablière Route des Sables - Le Haut-lieu
14 400 VAUX sur SEULLES

Appellation : ***Sable 0/4 Lavé - Code A***

Partie engagement du producteur

Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage

Norme NF P 18-545 *Article 10*

Classe granulaire		Code	Période de validité de l'engagement			
0	4	A	du	31/03/2015	au	30/09/2015

	f			D	1.4D	2D
Tamis en mm	**0.063**	**0.25**	**1**	**4**	**5.6**	**8**
Vss	6.0	55.0	99.0	99.0	100.0	100.0
Vsi	0.0	15.0	59.0	89.0	95.0	100.0
Vss + U	7.0	59.0	100.0	100.0	100.0	100.0
Vsi - U	0.0	11.0	56.0	87.0	94.0	100.0
sMax		12.1	12.1			

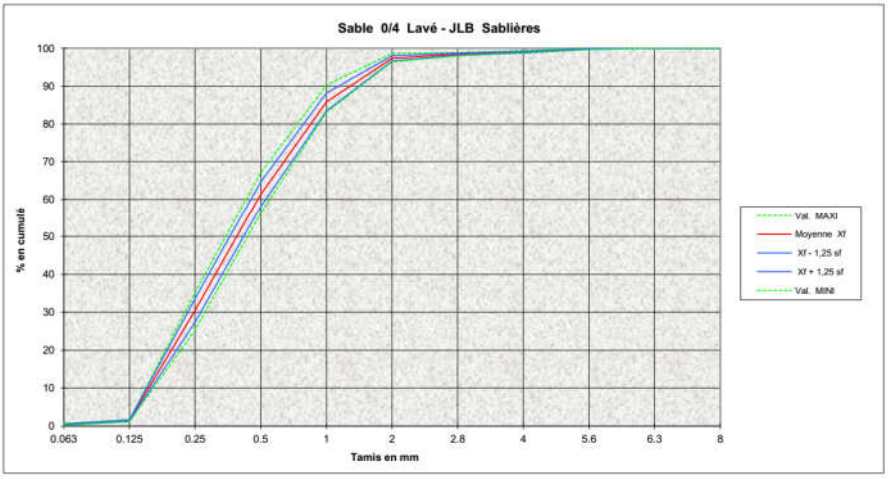
FM	WA_{24}	MB	SE(10)	S	
2.5	2.5	1.5		0.40	Valeurs spécifiées
1.9			65.0		Valeurs spécifiées
2.65					Valeurs limites
1.75			59.0		Valeurs limites
0.18					Ecart-type maximum toléré = e/3.3

Partie informative

Bilan des contrôles du 26/08/2014 au 30/03/2015

	f							D	1.4D		2D
Tamis en mm	**0.063**	**0.125**	**0.25**	**0.5**	**1**	**2**	**2.8**	**4**	**5.6**	**6.3**	**8**
Val. MAXI	0.7	1.7	35.1	67.1	90.3	98.7	98.9	99.4	100.0	100.0	100.0
Xf + 1,25 sf	**0.5**	**1.6**	**33.5**	**64.6**	**88.2**	**98.1**	**98.8**	**99.2**	**100.0**	**100.0**	**100.0**
Moyenne Xf	**0.4**	**1.5**	**30.5**	**61.3**	**85.8**	**97.4**	**98.5**	**99.0**	**99.9**	**100.0**	**100.0**
Xf - 1,25 sf	**0.3**	**1.3**	**27.4**	**58.0**	**83.4**	**96.7**	**98.2**	**98.8**	**99.8**	**100.0**	**100.0**
Val. MINI	0.2	1.2	25.3	56.3	83.0	96.4	98.0	98.8	99.7	100.0	100.0
Ecart-Type sf	0.10	0.14	2.47	2.63	1.91	0.56	0.21	0.17	0.07	0.00	0.00
Nb. de Valeurs	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30

FM	WA_{24}	MB	SE(10)
2.3	0.40	0.38	86.4
2.3		**0.37**	**85.0**
2.2	**0.40**	**0.30**	**82.8**
2.2		**0.23**	**80.6**
2.1	0.40	0.25	80.3
0.05		0.06	1.74
30	1	6	30



Fiche établie par le laboratoire LAINE - DB

Date : **08/04/2015**

Signature du fournisseur

Les résultats des éssais ne sont donnés qu'à titre indicatif.
Ils peuvent être modifiés suivant l'évolution du gisement.
L'entreprise se réserve le droit de modifier ce document sans préavis.
Seule la reproduction intégrale de ce document est autorisée.

Page 1 / 2

J.L.B. Sablières
Route des Sables - Le Haut-lieu
14 400 VAUX sur SEULLES
Tél : 02.31.51.18.78
Fax : 02.31.51.18.79
e-mail : jlb.sablieres@groupe-pigeon.com

Fiche Technique Produit

Sablière Route des Sables - Le Haut-lieu
14 400 VAUX sur SEULLES

Sable 0/4 Lavé - Code A

Norme NF P 18-545 Article 10

ORIGINE

Route des Sables - Le Haut-lieu	Tél : 02.31.51.18.78
14 400 VAUX sur SEULLES	Fax : 02.31.51.18.79
Nature pétrographique	Sable pliocène
Couleur	Blanc à jaune

FABRICATION

Extraction du sable (sable 0/4 avec quelques éléments < à 20mm)
Criblage pour éliminer les éléments > à 5mm
Lavage du sable 0/4
Egouttage du sable 0/4

PROPRIETES

		Résultat	Spécifications NF P 18-545 art. 10
	Masse volumique réelle (ρrd , NF EN 1097-6)	**2.62 t/m^3**	
	Absorption d'eau (WA_{24} , NF EN 1097-6)	**0.40%**	≤ 2,5 %
	Essai au bleu de méthylène (MB , NF EN 933-9)	**0.32**	≤ 1,5
	Equivalent de sable (SE ,NF EN 933-8)	**82.1**	≥ 65
	Module de finesse (FM , NF EN 12620 Annexe B et NF en 13139 Annexe A)	**2.3**	entre 1,5 et 4
Essais chimie réalisés en Février 2015	Teneur en ions chlorures (Cl- , NF EN 1744-1 Article 8)	**< 0.002%**	≤ 0.01 %
	Teneur en soufre total (S , NF EN 1744-1 Article 11)	**0.01%**	≤ 0.4 %
	Teneur en sulfates (SO_3 , NF EN 1744-1 Article 12)	**< 0.005%**	≤ 0.2 %
	Teneur en alcalins actifs (Na2O éq ,méthode LCPC n°37)	**0.0012%**	
	Alcali-réaction - Essai sur mortier par autoclave (NF P 18-594 Article 5.1)	**Non Réactif**	
	Teneur en matière humique par colorimétrie (NF EN 1744-1 Article 15.1)	**Absence**	
	Impuretés prohibées (Imp , NF P 18-545 Article 3.42)	**0%**	≤ 0.1 %
	Friabilité des sables (P 18 576)	**8.4**	

CLASSIFICATION NORMALISEE

NF P 18-545 **Sable 0/4 Lavé - Code A**

UTILISATIONS PRINCIPALES

Sable pour bétons hydrauliques

MAJ : 08/04/2015

Page 2 / 2

<u>Annexe 2</u> : Fiche technique du gravier 4/10

PIKETTY
17, rue Georges Villette
77250 ECUELLES
Tél. : 01.60.70.54.60 Fax : 01.60.70.69.42

FTP 2nd SEMESTRE 2014

Page 1/1

Producteur : **Nouvelle carrière PIKETTY** ***Utilisateur :*** **PIKETTY**
Granulats : **Gravillon 4/10 lavé**
Pétrographie : Calcaire
Elaboration : Concassé Lavé

Partie normative

Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage

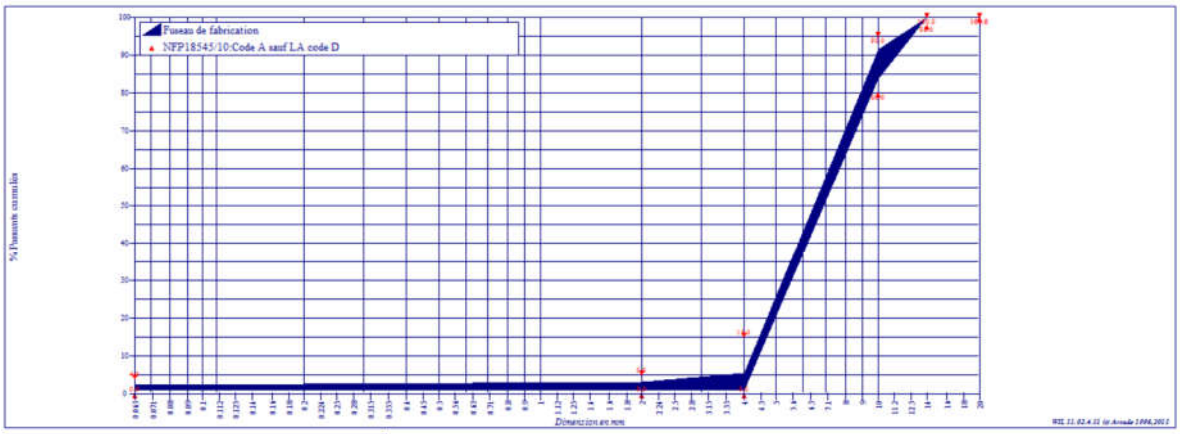
Classe granulaire		Norme	Catégorie
4	10	*Norme NF P 18-545 Article 10 - EN 12620 et EN 13139*	*Code A sauf LA code D*

		d/2	d	D	1.4D	2D									
	0.063	**2**	**4**	**10**	**14**	**20**	**Ar**	**C**	**F**	**FI**	**LA**	**MVR**	**S**	**WA24**	**Na2OEq**
Etendue e			15	15											
V.S.S.+U		6.00	20.00	100.00						24.0	53		0.500	3.0	
V.S.S.	4.00	5.00	15.00	95.00						20.0	50		0.400	2.5	
V.S.I.			0.00	80.00	98.00	100.00									
V.S.I.-U			0.00	75.00	97.00										

Partie informative

Résultats de production

	0.063	**2**	**4**	**10**	**14**	**20**	**Ar**	**C**	**F**	**FI**	**LA**	**MVR**	**S**	**WA24**	**Na2OEq**
Maximum	3.72	4.77	9.54	92.77	100.00	100.00				6.4	45				
Xf+1.25xEcart-types	2.35	3.12	5.47	91.50	100.00	100.00				6.1	45				
Moyenne Xf	1.57	1.96	3.18	87.53	100.00	100.00	0.00			4.3	43	2.64	0.013	1.3	
Xf-1.25xEcart-types	0.79	0.81	0.89	83.55	100.00	100.00				2.5	40				
Minimum	0.75	0.91	1.27	79.80	100.00	100.00				2.5	40				
Ecart-type	0.623	0.921	1.835	3.180	0.000	0.000				1.50	2.0				



M.JAGUENEAU, Responsable Qualité

Vss fines = 4 car MBF<10

CE

Annexe 3 : Fiche technique du ciment blanc CEM I 52,5 N

Ciments Calcia
Italcementi Group

Direction Industrielle et Technique
Les Technodes
B.P. 01
78931 Guerville cedex

Direction Commerciale
Assistance
et Prescription Clients
Tél. : 01 34 77 78 81
Fax : 01 30 98 73 50

Version du : 23/01/2012
N° certificat CE : 0333-CPD-6202

Fiche produit de **Cruas**
CEM I 52,5 N CE CP2 NF "SB"

Caractéristiques physiques et mécaniques

Compression en MPa				Eau pâte pure en %	Début de prise en mn à 20 °C	Chaleur en J/g à 41h	Masse volumique en g/cm³	Surface Blaine en cm²/g	Stabilité en mm
1j	2j	7j	28j						
23	36	58	71	30.5	170	377	3.05	4250	1

Composition élémentaire (%)	
Perte au feu	2.8
SiO_2	21.7
Al_2O_3	4.1
Fe_2O_3	0.3
TiO_2	0.2
MnO	0.0
CaO	66.9
MgO	0.7
SO_3	2.7
K_2O	0.10
Na_2O	0.01
P_2O_5	0.1
S^{--}	< 0,02
Cl^-	< 0.007
Insoluble CEN	0.6
Na_2O éq. actif	0.07
Colorimétrie (L*)	94.2

Constituants (%)	
Principaux	
Clinker (K) de *Cruas*	98.0
Laitier (S)	
Cendres (V)	
Calcaire (L ou LL)	
Fumées de silice (D)	
Secondaires	
Calcaire (L ou LL)	2.0
Total	100.0
Sulfate de calcium	
Gypse	5.5
Anhydrite	
Additifs	
Agent de mouture	
Cloter F5903 (AXIM)	0.060

Caractéristiques des constituants

Nature	Caractéristiques	
Clinker (K) Cruas	CaO/SiO_2	2.9
	C3S+C2S	86
	MgO (%)	0.6
	C3S (%)	74
	C2S (%)	12
	C3A (%)	12
	C4AF (%)	1
Laitier (S)	Laitier vitreux (%)	
	$(CaO+MgO)/SiO_2$	
	$CaO+MgO+SiO_2$ (%)	
Cendres (V)	PF (%)	
	CaO réactive (%)	
	SiO_2 réactive (%)	
Calcaire (L ou LL)	$CaCO_3$ (%)	79.9
	Adsorption bleu méthylène (g/100g)	0.3
	TOC (%)	0.03
Fumées de silice (D)	SiO_2 amorphe (%)	
	PF (%)	
	Aire massique BET (m²/kg)	

Mouture

Broyeur(s)	1 et 2

Stockage

Silo(s)	cf plan de silotage

Etablissement	Vrac	Ensachage
Usine de Cruas	Oui	Oui*
Dépôt de Guerville	Oui	Non

* Produit éventuellement disponible en sacs dans les dépôts et ou usines

Ces valeurs ne sont données qu'à titre indicatif. Les résultats d'auto-contrôle sont disponibles sur demande à la Direction Commerciale Assistance et Prescription Clients

afaq ISO 9001 Qualité AFNOR CERTIFICATION
afaq ISO 14001 Environnement AFNOR CERTIFICATION

Siège social :
Rue des Technodes
78930 Guerville
Tél. : 01 34 77 78 00
Fax : 01 34 77 79 06

SAS au capital de 593 836 525 €
Siren 654 800 689 RCS Versailles

<u>Annexe 4</u> : Fiche technique du filler calcaire

Fiche technique

Omya International AG
P.O. Box 335
CH-4665 Oftringen

+41 62 789 29 29
+41 62 789 20 77

www.omya.com

Betocarb® HP - EN

SITE: ENTRAINS, France

DESCRIPTION DU PRODUIT: Addition calcaire de catégorie A-FM selon la norme NF P 18-508 pour bétons hydrauliques. Utilisable en tant que filler pour bétons hydrauliques hautes performances (EN 12620+ A1). Produit adapté aux bétons de parement et architectoniques (essai LG_007).

COMPOSITION DU PRODUIT:

$CaCO_3$	98.3	%
Carbonates totaux	98.7	%
Chlorures	0.0002	%
Sulfates	0.0004	%
Soufre total	0.002	%
Matières organiques	0.01	%
Essai au bleu de méthylène	0.6	g/kg
Alcalins équivalents	0.01	%
Silice totale	0.2	%
Réactivité aux alcalins	NR	

CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT:

Granulométrie:		
· Particules < 2 mm	100	%
· Particules < 0.125 mm	98	%
· Particules < 0.063 mm	89	%
Surface spécifique Blaine (DIN 66126)	544	m^2/kg
Blancheur:		
· CIE L* (ISO 11664-4)	95	
Indice d'activité à 28 jours	0.79	
Taux d'humidité départ usine (ISO 787-2)	0.2	%

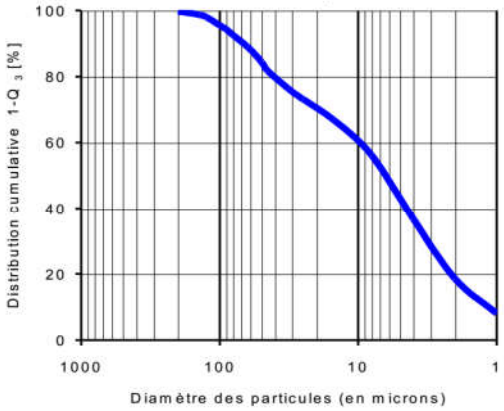
CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT:

Densité (ISO 787-10)	2.7	g/ml
Densité apparente tassée (ISO 787-11)	1.5	g/ml

APPLICATIONS PRINCIPALES:

Béton auto-plaçant
Béton prêt à l'emploi
Eléments préfabriqués
Applications spéciales
- Béton projeté

REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Malvern Mastersizer 2000):



CONDITIONNEMENT STANDARD:

- VRAC

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 04.05.2015
Product Information :
S08.03.01_FR_CORP\FREN
I63920_03_F
version : 16

<u>Annexe 5</u> : Fiche technique du métakaolin

argeco DEVELOPPEMENT

FICHE TECHNIQUE PRODUIT

argicem®-b

METAKAOLIN (NF P 18-513) B - F_M – W_H

CARACTERISTIQUES CHIMIQUES

Exigences chimiques	Norme appliquée	Valeur garantie	Valeur moyenne
Silice (SiO_2) + Alumine (Al_2O_3)	NF EN 196-2	> 90,0 %	95,33 %
Chlorures	NF EN 196-2	< 0,1 %	0,000 %
Sulfates	NF EN 196-2	< 1,0 %	0,27 %
Oxyde de calcium (CaO) libre	NF EN 451-1	< 1,0 %	0,028 %
Teneur en alcalins totaux (Na_2O équivalent)	NF EN 196-2	-	0,890 %
Oxyde de magnesium (MgO)	NF EN 196-2	< 4,0 %	0,18 %
Perte au feu	NF EN 196-2	< 4,0 %	0,72 %
Valeur au bleu MB_F	NF EN 933-9	< 10 g/kg	2,62 g/kg
Fixation de l'hydroxyde de calcium ($Ca(OH)_2$)	Essai Chapelle modifié	> 700 mg/g	849,6 mg/g

Les valeurs moyennes, données à titre indicatif, sont les valeurs de la période de production des douze derniers mois

CARACTERISTIQUES PHYSIQUES

Exigences physiques	Norme appliquée	Valeur garantie	Valeur moyenne
Masse volumique des particules	NF EN 196-6 NF EN 197-7	2200 kg/m3 ± 200 kg/m3	2176 kg/m3
Finesse	NF EN 933-1	Passant à 0.063 mm ≥ 70 % (Catégorie F_M)	86,4 %
Indice d'activité à 28 jours	NF EN 196-1	> à 90 % (Type B)	i_{28} = 97,13 %
Demande en eau	NF EN 196-3	> 1,15 (Catégorie W_H)	1,22
Temps de début de prise	NF EN 196-3	< 25 %	8,40 %
Stabilité	NF P 18-513	Si (CaO) libre > 1%	N.A.
Surface spécifique BET	NF ISO 9277	-	6,27 m^2/g

Les valeurs moyennes, données à titre indicatif, sont les valeurs de la période de production des douze derniers mois

Date de révision : 13/07/2016

La reproduction de tout ou partie de ce document est soumise à l'accord préalable d'argeco DEVELOPPEMENT. Les informations contenues dans ce document peuvent évoluer. Aussi exactes que possibles, elles ne peuvent en aucun cas engager la responsabilité d'argeco DEVELOPPEMENT.

<u>Annexe 6</u> : Fiche technique du laitier granulé de haut fourneau

Fiche Technique Produit d'Ecocem,

LAITIER GRANULE DE HAUT-FOURNEAU MOULU CE

Révision : 05/01/2015

ECOCEM
ECOCEM FRANCE SAS

1. DEFINITION

Ecocem, le laitier granulé de haut fourneau moulu CE produit par ECOCEM France à Fos sur Mer (13), répond à la norme européenne **NF EN 15167-1**, 2006 : Laitier granulé de haut-fourneau moulu pour utilisation dans le béton, mortier et coulis - Partie 1 : définitions, exigences et critères de conformité.
Le certificat CE de constance des performances 1164-CPR-LGM001, a été renouvelé le 10 Janvier 2014, par le CERIB, organisme notifié n°1164.
Ecocem est un laitier moulu de classe A, suivant les distinctions faites dans la norme NF EN 206-1/CN décembre 2012, classe confirmée, en date du 28 Juin 2013, par le CERIB.

2. FABRICATION

Ecocem est produit par le séchage et le broyage du laitier granulé de haut-fourneau.
Le laitier granulé est obtenu par trempe à l'eau du laitier à la sortie des hauts-fourneaux de Fos sur Mer, au moyen de granulateur de nouvelle génération (INBA®).
Le taux de vitrification moyen obtenu est supérieur à 90% (mesure par diffraction de rayons X).
Ecocem est livré en vrac.

3. COMPOSITION CHIMIQUE (centésimale moyenne)

CaO	43,9
SiO_2	37,4
Al_2O_3	10,9
MgO	6,5

Fe_2O_3	0,7
TiO_2	0,5
SO_3	0,1
S^{2-}	0,8

Na_2O	0,34
K_2O	0,24
Na_2O éq.	0,46
Cl^-	0,01

Module chimique $(CaO+MgO)/SiO_2$: > 1,25 *(≥1,2 : classe A selon NF EN 206-1/CN)*

4. CARACTERISTIQUES PHYSIQUES (valeurs indicatives représentatives)

FORMULATION		**Résistances en Compression** (MPa)			**Indice d'activité**			**Temps de prise initial** (min)
Ecocem	**Ciment référence**	7 jrs	28 jrs	90 jrs	7 jrs	28 jrs	90 jrs	
0%	**100%**	45	56	64,5	-			140
50%	**50%**	32,5	58,5	73	73%	104%	113%	170
Limites de la Norme produit NF EN 15167-1					*≥ 45%*	*≥ 70%*	-	*< 2 × Tps Ciment*
Limites Classe A selon Norme NF EN 206-1/CN					*≥ 65%*	*≥ 85%*	-	-

5. AUTRES CARACTERISTIQUES

Surface spécifique Blaine : 4450 ± 250 cm^2/g
≥ 2750 cm2/g : NF EN 15167-1
≥ 4200 cm2/g : classe A selon NF EN206-1/CN

Passant à 32 µm : ≥ 95%
Diamètre médian indicatif (d50) : 12µm

Indice [CIE L*ab] avec CR410: 89 ± 2
Perte au feu (950°C): < 1,5 %
Humidité (100°C): < 0,5%
Masse volumique (g/cm^3) : 2,90 ± 0,03
Densité apparente : 0,8 ± 0,1

Les valeurs indiquées sont des valeurs moyennes, elles peuvent varier légèrement dans les limites autorisées par la norme de référence.

<u>Annexe 7</u> : Fiche technique du ciment sulfo-alumineux

VICAT

CIMENT

FICHE TECHNIQUE CIMENT (PROVISOIRE)

ALPENAT R²

FTSE14.provisoire
Mise à jour : 25/11//2016

Page 1/1

Produit : **Ciment sulfoalumineux bélitique**

Usine : **Saint Egrève (38)**

Caractéristiques physiques et mécaniques

	Masse Volumique (g/cm³)	Finesse Blaine (cm²/g)	Clarté L*	Demande en eau (%)	Temps de début de prise (min)	Expansion (mm)	Chaleur d' hydratation à 41 heures (J/g)	Retrait sur mortier (µm/m) 28 jours	Résistance en compression (MPa)				
									8 h	1 j	2 j	7 j	28 j
Méthode	EN 196-6	EN 196-6	CIE 1976	EN 196-3	EN 196-3	EN 196-3	EN 196-9	NF P 15-433	EN 196-1				
Moyenne	**2,97**	**4500**	**55.1**	**26**	**42**	**0**	**288**	**340**	**21**	**31**	**32**	**39**	**43**
Ecart-type	0.01	210	*	0,5	8	*	12	60	3,0	1,5	1,7	2,4	2,6
Limites CE	2,8 – 3,2	4050 - 5050	*	*	≤ 120	≤ 10	*	≤ 750	≥ 8				≥30

Caractéristiques chimiques EN 196-2

(%)	Moyenne	Ecart-type	Limites CE
Alcalins eq. totaux	0,16	0,02	*
Perte au feu 950°C	3,8	0,3	*
SiO_2	8,16	0,27	*
Al_2O_3	18,22	0,55	*
Fe_2O_3	7,64	0,20	*
CaO	43,60	0,30	*
SO_3	15,24	0,46	10 - 20
Cl^-	0,05	0,03	≤ 0,10

Composition du ciment et caractéristiques du clinker par Diffraction X

Constituant	Teneur (%)	Caractéristiques minéralogiques du clinker par Diffraction X (%)					
Clinker	77	C4A3$	C_2S	C_3MS_2	C_3FT	C$	Chaux libre
		54,3	29,1	4,5	9,3	0,4	0,2
Anhydrite	18	*	*	*	*	*	*
Filler calcaire	5	*	*	*	*	*	*

Certification CE

En cours (Evaluation Technique Européenne)

Les valeurs indiquées sont des valeurs moyennes, elles peuvent varier légèrement dans les limites autorisées par le document d'évaluation technique européenne N°150001-00-0301
Le ciment a une teneur en chrome hexavalent inférieure à la limite fixée par la règlementation en vigueur
Le succès des travaux entrepris avec ce ciment reste naturellement conditionné par le respect des règles de bonne pratique en matière de préparation, de mise en œuvre et de conservation des mortiers et bétons.

VICAT - DIRECTION COMMERCIALE CIMENT - 4, RUE ARISTIDE BERGÈS – BP 137 - LES TROIS VALLONS
38081 L'ISLE D'ABEAU CEDEX TEL : +33 (0)4 74 18 40 10 - FAX - +33 (0)4 74 18 40 18

<u>Annexe 8</u> : Fiche technique des fibres de verre Cem-Fil® 62

CEM-FIL® 62

AR-GLASS CHOPPED STRANDS FOR DRY MIX MORTARS AND PREMIX GRC

TECHNICAL CHARACTERISTICS

Fiber length	Filament Diameter	Tex (g/km)	Loss on Ignition (%) (ISO 1887 : 1995)	Moisture (%) (ISO 3344 : 1997)
6 – 12 mm $^1/_4$'' – $^1/_2$ ''	14 µm / 0.000546 in	45	2.15	0.50 max.
6 – 12 – 18 mm $^1/_4$''– $^1/_2$ '' – $^3/_4$''		82	1.75	

- Electrical Conductivity: Very low
- Specific Gravity: 2.68 g/cm^3
- Material: Alkali Resistant Glass*
- Softening point: 860°C – 1580°F
- Chemical Resistance: Very high
- Modulus of elasticity: 72 GPa – 10 x 10^6 psi
- Tensile Strength: 1000–1700 MPa – 145–250 x 10^3 psi

* Our fibers are manufactured with high Zirconia content in compliance with ASTM C1666/C 1666/M-07 and EN 15422 and under the recommendations of PCI and GRCA

DOSAGE

For repair mortars, recommended dosage is in between 1 to 2%, or 25 to 50 kg/m^3 (42 – 84 lb/cu.yd). For Premix GRC, recommended dosage is from 2.5 to 3.5% by weight.

PACKAGING AND STORAGE

Cem-FIL® 62 chopped strands are packed in individual plastic bags, water-dispersible paper bags and carton boxes. Cem-FIL® 62 chopped strands should be stored away from heat and moisture, and in their original packaging. Optimum conditions are temperatures between 15°C and 35°C and humidity between 35% and 65%. If the product is stored at lower temperatures it is advisable to condition it in the workshop for at least 24 hours before use to prevent condensation.

QUALITY STANDARDS – CERTIFICATION

Cem-FIL® 62 fibers are manufactured under a quality Management System approved to ISO 9001.

Cem-FIL® fibers are not classified as dangerous by the Regulation 1272/2008/EC. For more information, please refer to our Safe Use Instructions Sheet.

For further info please send a email to: **cem-fil@owenscorning.com / www.cem-fil.com**

Americas
Owens Corning
Composite Materials, LLC.
One Owens Corning Parkway
Toledo
Ohio 43659
1.800.get.pink™
+1-623-566-0206

Europe
European Owens Corning
Fiberglas Sprl.
166 Chaussée de la Hulpe
B-1170 Brussels
Belgium
+33.479.75.5300

Asia Pacific
Owens Corning - OC Asia Pacific
Shanghai Regional Headquarters
Unit 01, 02,05, 39/F,
Pudong Kerry Parkside,
1155 Fang Dian Road, Pudong, Shanghai,
201204, China
+86-21-6101 9666

This information and data contained herein is offered solely as a guide in the selection of reinforcement. The information contained in this publication is based on actual laboratory data and field test experience. We believe this information to be reliable, but do not guarantee its applicability to the user's process or assume any responsibility or liability arising out of its use or performance. The user agrees to be responsible for thoroughly testing any application to determine its suitability before committing to production. It is important for the user to determine the properties of its own commercial compounds when using this or any other reinforcement. Because of numerous factors affecting results, we make no warranty of any kind, express or implied, including those of merchantability and fitness for a particular purpose. Statements in this publication shall not be construed as representations or warranties or as inducements to infringe any patent or violate any law safety code or insurance regulation.

Owens Corning reserves the right to modify this document without prior notice. © 2014 Owens Corning. All Rights Reserved.
Pub number: 10010693-D. Cemfil_62_ww_09_2014_Rev8_EN. September 2014

Cem-fil@owenscorning.com
www.cem-fil.com

<u>Annexe 9</u> : Fiche technique des fibres de verre Anti-Crak® HP

ANTI-CRAK® HP

CHOPPED STRANDS TO IMPROVE MECHANICAL PROPERTIES OF CONCRETE AND MORTARS

TECHNICAL CHARACTERISTICS

Fiber length	Aspect ratio (length/diameter)	Filament Diameter (ISO 1888 : 2006)	Loss on Ignition (%) (ISO 1887 : 1995)	Moisture (%) (ISO 3344 : 1997)
12 – 18 – 24 – 36 mm $^1/_4$'' – $^3/_4$'' – 1 – 1 ½'' inches	58 – 110 – 55 – 67	14 – 19 µm 0.00055" – 0.00055"	0.80 – 2.00	0.50 max.

- Electrical Conductivity: Very low
- Specific Gravity: 2.68 g/cm^3
- Material: Alkali resistant glass*
- Softening point: 860°C – 1580°F
- Chemical Resistance: Very high
- Modulus of elasticity: 72 GPa – 10 x 10^6 psi
- Tensile Strength: 1000–1700 MPa – 145–250 x 10^3 psi

DOSAGE

Anti-Crak® HP fibers can be introduced in the ready mix plant, or in the blender for mortars, or directly in the concrete truck in the last stage, when all the aggregates have been added and mixed. For mortars, recommended dosage varies from between 0.2 to 1% by weight. For concrete, recommended dosages are:

	Low addition rate	High addition rate	
Benefits	**WWR Replacement**	**WWR Replacement/rebars #3, #4**	**Steel Replacement/rebars**
Recommended dosage	0.9 – 1.5 kg/m^3 / 1.5 – 2.5 lb/cu.yd	1.5 – 5 kg/m^3	5 – 15kg/m^3
Anti-Crak® Fibers	HP 67/36 – HP 12 – HP 18 – HP 24	HP 67/36	HP 67/36

PACKAGING AND STORAGE

Anti-Crak® HP chopped strands are packed in individual paper bags (water dispersible) or in plastic bags. Anti-Crak® HP chopped strands should be stored away from heat and moisture, and in their original packaging. The best conditions are temperature between 15°C and 35°C and humidity between 35% and 65%. If the product is stored at lower temperatures it is advisable to condition it in the workshop for at least 24 hours before use, to prevent condensation.

QUALITY STANDARDS – CERTIFICATION

Anti-CRAK® fibers are manufactured under a quality Management System approved to ISO 9001.
Anti-CRAK® and Cem-FIL® fibers are not classified as dangerous by the Regulation 1272/2008/EC. For more information, please refer to our Safe Use Instructions Sheet.

For further info please send a email to: cem-fil@owenscorning.com / www.cem-fil.com

Americas
Owens Corning
Composite Materials, LLC.
One Owens Corning Parkway
Toledo
Ohio 43659
1.800.get.pink™
+1-623-566-0206

Europe
European Owens Corning
Fiberglas Sprl.
166 Chaussée de la Hulpe
B-1170 Brussels
Belgium
+33.479.75.5300

Asia Pacific
Owens Corning - OC Asia Pacific
Shanghai Regional Headquarters
Unit 01, 02,05, 39/F,
Pudong Kerry Parkside,
1155 Fang Dian Road, Pudong, Shanghai,
201204, China
+86-21-6101 9666

This information and data contained herein is offered solely as a guide in the selection of reinforcement. The information contained in this publication is based on actual laboratory data and field test experience. We believe this information to be reliable, but do not guarantee its applicability to the user's process or assume any responsibility or liability arising out of its use or performance. The user agrees to be responsible for thoroughly testing any application to determine its suitability before committing to production. It is important for the user to determine the properties of its own commercial compounds when using this or any other reinforcement. Because of numerous factors affecting results, we make no warranty of any kind, express or implied, including those of merchantability and fitness for a particular purpose. Statements in this publication shall not be construed as representations or warranties or as inducements to infringe any patent or violate any law safety code or insurance regulation.

Owens Corning reserves the right to modify this document without prior notice. © 2014 Owens Corning. All Rights Reserved.

Pub number: 10010195
Cemfil_AntiCrak_HP_product sheet_ww_10-2014_Rev8_EN October 2014

Cem-fil@owenscorning.com
www.cem-fil.com

<u>Annexe 10</u> : Fiche technique de l'huile de lin

huiles des Terres Normandes

HUILE DE LIN CUITE

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

Création d'une filière de valorisation du chanvre : Pôle d'Excellence Rural financé avec le soutien de l'Etat, de la Communauté de Communes du Canton de Beaumesnil et de la Région Haute-Normandie

Référence : 100 1121 99 **Edition :octobre 2013**

PRÉSENTATION :

Huile de lin cultivée, récoltée et produite en Normandie, obtenue par pression à froid sans solvant, filtrée à 1µm, puis cuite à 150°C sans siccatif ajouté.

CONDITIONNEMENTS :

Saches de 1 et 5L, bidon de 20L - Vrac (nous consulter)

TEINTE :

Jaune pâle - L'effet mouillé est moins marqué qu'avec une huile crue

PRINCIPALES QUALITÉS ENVIRONNEMENTALES:

Graines d'origine normande valorisées dans le cadre d'un pôle d'excellence rurale
Cultures garanties sans OGM - Traçabilité exemplaire
Valorisation des sous produits peu exploités (graines de lin textile)
Réduction des circuits (rayon de 30km), développement de l'économie locale.
Cultivateurs, triturateur, transformateur et fabricant dans une même société: pas d'intermédiaire.

UTILISATIONS RECOMMANDÉES :

Imprégnation et protection des bois, lièges, cuirs, carrelages minéraux poreux, terres cuites.
En multicouches, avec siccativation, finition satinée filmogène - Peut entrer dans la formulation de peintures, mastics, vernis et colles.

CARACTÉRISTIQUES DU PRODUIT A 20°C :

Viscosité	Densité NFT 30020	Indice d'iode*	Indice Gardner*	Sec siccativée
Thixo Brookfield 100 à 150 mpas	env. 0,93	160 à 170	7 à 9	6 à 8h

Plus l'indice Gardner est élevé, plus l'huile est colorée et sombre. Celui d'une huile crue pressée à froid est d'environ 15, celui d'une huile soufflée à environ 6.

CONSERVATION :

2 à 3 ans en emballage opaque ne laissant pas passer les U.V.

RENDEMENT :

Consommation : 100ml /m²/couche en moyenne

MISE EN ŒUVRE :

On peut diluer l'huile si nécessaire pour favoriser son pouvoir de pénétration et le temps de séchage, de préférence avec un solvant naturel comme le distillat d'agrumes - Appliquer avec un pinceau ou un chiffon pour un traitement de surface - Laisser à l'huile le temps de pénétrer, puis essuyer les surplus avec un chiffon non pelucheux - En multicouches, siccativée, la brillance est d'autant plus nette que le nombre de couches est important - Rincer le matériel à l'eau savonneuse

HYGIÈNE ET SÉCURITÉ : Fiche de données de sécurité sur simple demande.

NB: avoir toujours à proximité du lieu de travail un seau d'eau froide et y plonger après utilisation les matériels imprégnés d'huile comme chiffons, papiers d'essuyage: une réaction naturelle exothermique est possible et présente un risque d'auto-inflammation.

*Selon la variété des graines, leur maturation, la période de trituration, ces données peuvent légèrement varier, d'où ces fourchettes

LABORATOIRES natura peintures, lasures, huiles dures par Nature.

DERIVERY S.A. : siège social - 4 rue Léon TALMY 27 290 PONT AHTHOU tel 02 32 43 74 02 - fax 02 32 44 89 94
Administratif, Commercial, Laboratoire et Expédition : 3, bd Eugène Marie 27 800 BRIONNE tel 02 32 43 74 00 - fax 02 32 43 74 07

Annexe 11 : Méthode de dosage des oses neutres et acides uroniques par spectrophotométrie UV-Visible

1. Objet

Détermination des teneurs en oses neutres et acides uroniques dans des échantillons aqueux par spectrophotométrie UV-Visible.

2. Références

Dubois, M., K. A. Gilles, J. K. Hamilton, P. A. Rebers, et F. Smith. (1956). *Colorimetric method for determination of sugars and related substances*. Analytical Chemistry 28, 350-356.

Blumenkrantz, N. et G. Asboe-Hansen. (1973). *New method for quantitative determination of uronic acids*. Analytical Biochemistry 54, 484-489.

Montreuil, J., G. Spik, A. Chosson, E. Segard, et N. Scheppler. (1963). *Methods of study of the structure of glycoproteins*. Journal de Pharmacie de Belgique 18, 529-546.

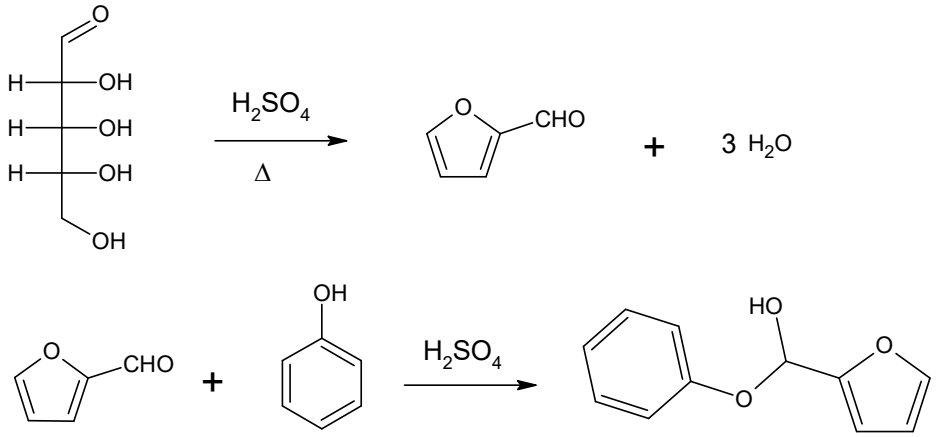
3. Domaine d'application

Cette méthode s'applique à toute solution aqueuse peu concentrée (< 200 mg/L avant ou après dilution).

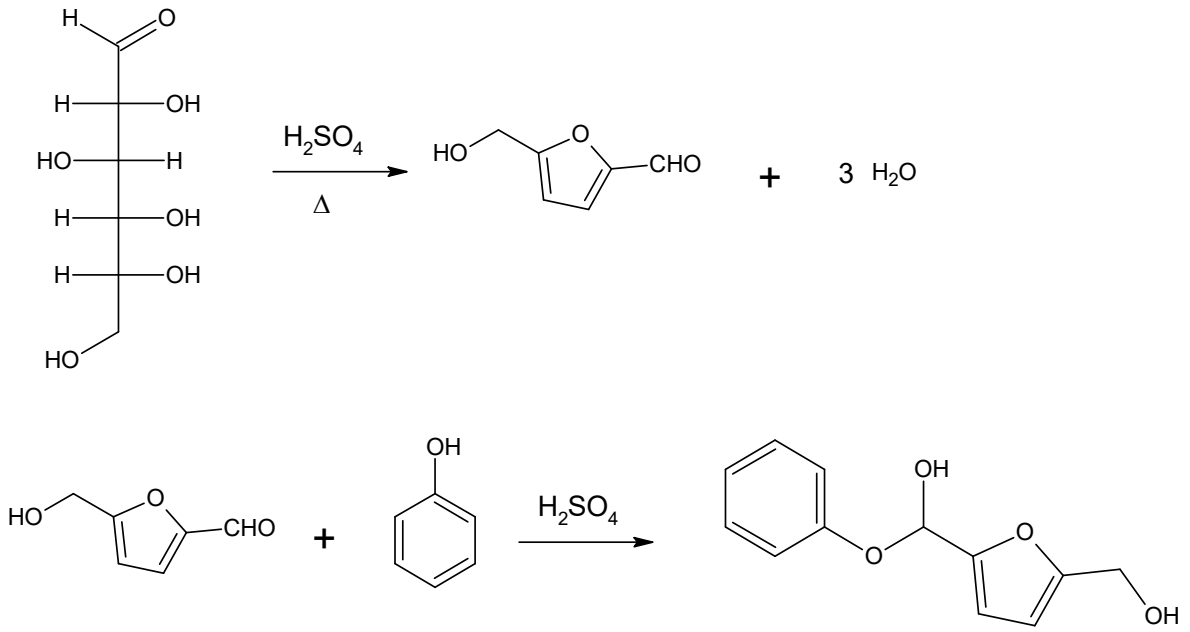
4. Principe

4.1. Méthode au phénol (Dubois et al.)

La méthode de Dubois est basée sur la transformation des oses neutres en dérivés du furfural en milieu acide et à chaud. Ces dérivés du furfural vont ensuite réagir avec du phénol pour former un complexe coloré dont le maximum d'absorbance se situe à 492 nm. Le mécanisme réactionnel est détaillé en Réaction 1 (sucre à 5 carbones) et Réaction 2 (sucre à 6 carbones). Le dosage sera réalisé suite à un étalonnage obtenu à partir de glucose (ou tout autre ose neutre judicieusement choisi).



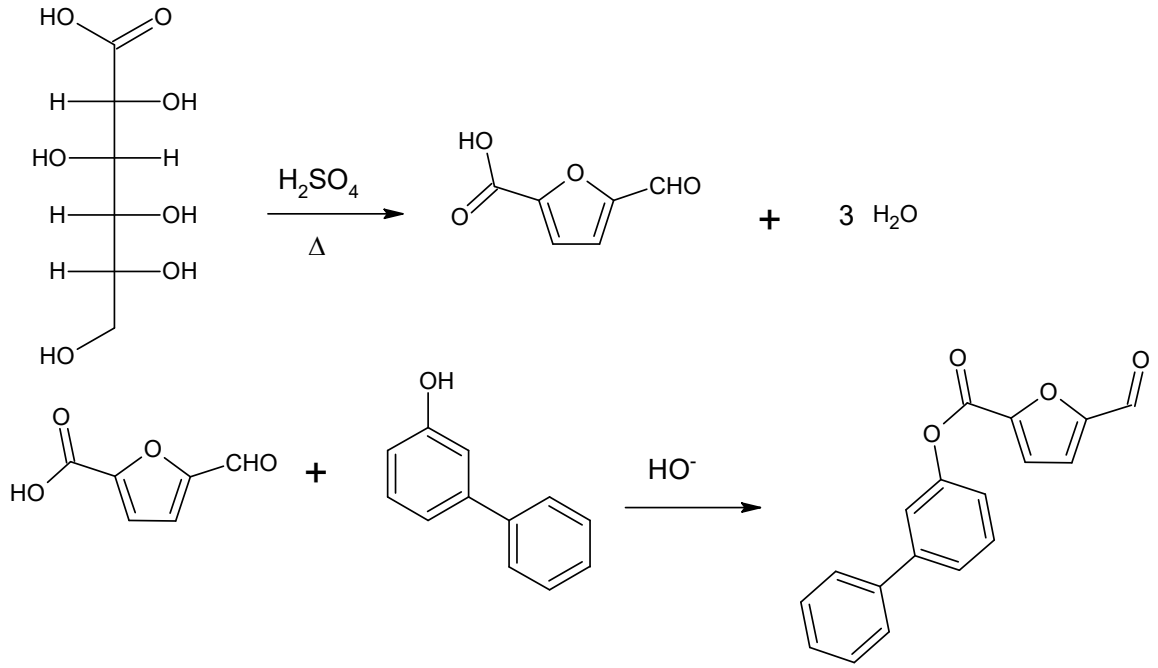
Réaction 1 : Mécanisme réactionnel à partir d'un sucre à 5 carbones



Réaction 2 : Mécanisme réactionnel à partir d'un sucre à 6 carbones

4.2. Méthode à la m-HDP (Blumenkrantz et al.)

La méthode de Blumenkrantz est basée sur l'estérification de dérivés furfural (obtenus par déshydratation des acides uroniques en milieu acide et à chaud) avec la méta-hydroxydiphényle (m-DHP), selon le mécanisme réactionnel détaillé en Réaction 3. Le maximum d'absorbance de l'ester formé se situé à 520 nm. Le dosage sera réalisé suite à un étalonnage obtenu à partir de l'acide glucuronique.



Réaction 3 : Mécanisme réactionnel à partir d'un acide uronique

5. INTERACTIONS ENTRE LES DEUX METHODES DE DOSAGE

Étant donnés les mécanismes réactionnels, les acides uroniques vont réagir par la méthode de Dubois. Les oses neutres vont également réagir par la méthode de Blumenkrantz (selon un mécanisme

réactionnel différent de celui des acides uroniques : réaction entre la fonction aldéhyde des dérivés furfural et la fonction alcool de la m-DHP). Afin de s'affranchir de ces interférences, sur chacune des solutions d'étalonnage (glucose et acide glucuronique), chacune des deux méthodes (phénol et m-HDP) sera appliquée. Quatre droites d'étalonnage seront donc obtenues :

Étalonnage du glucose par le phénol

$$A_{G(Phénol)} = \alpha . C_G \qquad \textit{Equation 1}$$

Étalonnage du glucose par la m-HDP :

$$A_{G(m-HDP)} = \alpha' . C_G \qquad \textit{Equation 2}$$

Étalonnage de l'acide glucuronique par le phénol :

$$A_{A.G(Phénol)} = \beta . C_G \qquad \textit{Equation 3}$$

Étalonnage de l'acide glucuronique par la m-HDP :

$$A_{A.G(m-HDP)} = \beta' . C_G \qquad \textit{Equation 4}$$

Soient $A_{E(phénol)}$ et $A_{E(m\text{-}HDP)}$ les absorbances mesurées sur l'échantillon par les deux méthodes.

$$A_{E(Phénol)} = \alpha . [ON] + \beta [AU] \qquad \textit{Equation 5}$$

$$A_{E(m-HDP)} = \alpha' . [ON] + \beta' [AU] \qquad \textit{Equation 6}$$

En résolvant ce système de deux équations à deux inconnues, les concentrations en oses neutres [ON] et acides uroniques [AU] de l'échantillon peuvent être déterminées.

$$[AU] = \frac{\alpha . A_{E(m-HDP)} - \alpha' A_{E(Phénol)}}{\alpha\beta' - \alpha'\beta} \qquad \textit{Equation 7}$$

$$[ON] = \frac{\beta . A_{E(m-HDP)} - \beta' . A_{E(Phénol)}}{\alpha'\beta - \alpha\beta'} \qquad \textit{Equation 8}$$

6. PREPARATION DES SOLUTIONS

Les volumes à préparer peuvent varier en fonction du nombre d'échantillons à analyser.

6.1. Solutions étalons

- Solution à 200 mg/L : Dans une fiole de 250 mL, verser 50 mg de glucose (ou acide glucuronique) et compléter au trait de jauge avec de l'eau osmosée. Agiter.
- Solution à 100 mg/L : Dans une fiole de 25 mL, verser 12,5 mL de la solution à 200 mg/L et compléter au trait de jauge avec de l'eau osmosée. Agiter.
- Solution à 50 mg/L : Dans une fiole de 25 mL, verser 12,5 mL de la solution à 100 mg/L et compléter au trait de jauge avec de l'eau osmosée. Agiter.
- Solution à 25 mg/L : Dans une fiole de 10 mL, verser 5 mL de la solution à 50 mg/L et compléter au trait de jauge avec de l'eau osmosée. Agiter.

6.2. Solutions pour le dosage des oses neutres

- 25 mL de solution aqueuse de phénol (50 g/L) : dans une fiole jaugée de 25 mL, verser 1,25 g de phénol. Compléter au trait de jauge avec de l'eau osmosée.

6.3. Solutions pour le dosage des acides uroniques

- 50 mL de solution de tétraborate de sodium (0,0125 mol/L) dans H_2SO_4 concentré : dans une fiole jaugée de 50 mL, verser 238,4 mg de tétraborate de sodium. Compléter au trait de jauge avec de l'acide sulfurique concentré.
- 25 mL de solution de m-HDP (0,15%) dans NaOH (0,5%) : dans une fiole jaugée de 50 mL, verser 37,5 mg de m-HDP et 125 mg de NaOH. Compléter au trait de jauge avec de l'eau osmosée.

7. REALISATION DES MESURES

7.1. Dosage des oses neutres

- Dans un tube à centrifuger, verser 500 µL de solution (blanc, étalon ou échantillon) puis 500 µL d'une solution aqueuse de phénol à 5%.
- Agiter vigoureusement manuellement la solution.
- Ajouter 2,5 mL d'acide sulfurique concentré.
- Porter le mélange au bain-marie (5 min à 90 °C).
- Refroidir les tubes et les placer à l'obscurité pendant 30 min. Une coloration orange apparait.
- Analyser tous les étalons et les échantillons à l'aide du spectrophotomètre « Lambda 25 » (λ = 492 nm).

7.2. Dosage des acides uroniques

- Dans un tube à centrifuger, verser 500 µL de solution (blanc, étalon ou échantillon) puis 3 mL de la solution de tétraborate de sodium 0,0125 M dans l'acide sulfurique concentré.
- Agiter vigoureusement manuellement la solution.
- Porter le mélange au bain-marie (5 min à 90 °C).
- Après refroidissement, ajouter 50 µL de la solution de m-HDP à 0,15% dans une solution de soude à 0,5%. Agiter les tubes. La coloration rose se développe pendant 5 min.
- Analyser tous les étalons et les échantillons à l'aide du spectrophotomètre « Lambda 25 » (λ = 520 nm).

Résumé

Les enjeux économiques liés à la hausse des coûts des ressources fossiles, leur raréfaction, et les impacts environnementaux inhérents à leur fabrication et à leur utilisation, conduisent les acteurs de la construction à s'orienter vers des matériaux biosourcés. Les ressources issues de la biomasse sont alors au premier plan, celles agricoles notamment, dont les fibres provenant des tiges des plantes. Parmi ces fibres, le lin se démarque en raison de ses propriétés mécaniques élevées et sa faible densité, et sa disponibilité en Normandie. L'objectif de cette étude est de développer un matériau composite innovant par l'association des fibres de lin à une matrice cimentaire, qui sera utilisé dans des procédés de construction préfabriquée. Après la caractérisation fine des constituants de départ, nous avons d'abord décrit en détail l'élaboration des mortiers et bétons biofibrés avec un focus sur la méthodologie de formulation. Puis nous avons analysé l'influence de l'incorporation des fibres de lin sur les propriétés rhéologiques (air occlus, consistance, ouvrabilité et fluidité) et physico-chimiques (pH, ATG). Les propriétés physiques (porosité, module d'élasticité) et mécaniques (contraintes à la rupture, indice de ténacité) ont été mesurées par des essais de flexion et de compression à l'état durci. Ces résultats montrent nettement que la présence des fibres de lin réduit de façon importante les propriétés technologiques des pâtes cimentaires, du fait la sensibilité des fibres au milieu très alcalin et de leur caractère fortement hydrophile. Bien que les traitements de surface des fibres expérimentés (plasma atmosphérique, enrobage coulis de ciment et laitier de hauts fourneaux ou à l'huile de lin) aient permis d'améliorer certaines propriétés des mortiers, ils n'ont pas permis de réduire dans le temps la dégradation des fibres au sein de la matrice cimentaire (hydrolyse alcaline des fibres et leur minéralisation sous l'action de l'hydroxyde de calcium). Il apparaît donc nécessaire de recourir à des liants alternatifs pour tenter d'améliorer la durabilité de ces biocomposites à fibres végétales. Ainsi, de nouvelles formulations de mortiers et bétons sont proposées, dans lesquelles le ciment Portland est remplacé partiellement par le métakaolin / le laitier de hauts fourneaux ou totalement par un ciment sulfo-alumineux, sans préjudices pour le comportement rhéologique. L'étude des nouveaux composites formulés avec le métakaolin ou le ciment sulfo-alumineux indique des niveaux de résistance mécanique et de ténacité élevés. Leurs résistances au gel supérieures au béton classique ou celui incorporant des fibres de verre tient à la forte teneur en air (les fibres jouent un rôle d'agent entraîneur d'air).

Mots clés : fibre de lin, béton, traitement de surface des fibres, maniabilité, durabilité, propriétés mécaniques.

ABSTRACT

The economic issues linked to the rising costs of fossil resources, their scarcity, and the environmental impacts inherent in their manufacture and use, are leading the construction industry to move towards bio-based materials. The resources from biomass are then in the foreground, especially agricultural ones, including fibres from plants stems. Among these fibres, flax stands out because of its high mechanical properties and low density, and its availability in Normandy. The objective of this study is to develop an innovative composite material by combining flax fibres with a cement matrix, which will be used in prefabricated construction processes. After the fine characterization of the initial constituents, we first described in detail the development of plant fibre-reinforced mortars and concretes with a focus on the formulation methodology. Then we analysed the influence of the incorporation of flax fibres on the rheological properties (entrapped air, consistency, workability) and physico-chemical properties (pH, ATG). The physical properties (porosity, modulus of elasticity) and mechanical properties (compressive and tensile strength, toughness index) were measured by bending and compressive tests in the hardened state. These results clearly show that the presence of flax fibres significantly reduces the technological properties of cementitious pastes, because of the sensitivity of the fibres to the highly alkaline medium and their highly hydrophilic nature. The surface treatments of the experimental fibres (by using atmospheric plasma, cement grout coating, blast furnace slag or linseed oil) have effectively improved some properties of mortars, the degradation of the fibres within the cement matrix remain active over the long term (alkaline hydrolysis of the fibres and their mineralization under the action of calcium hydroxide). It therefore appears necessary to use alternative binders in an attempt to improve the durability of these plant fibre biocomposites. Thus, new formulations of mortars and concretes are proposed, in which the Portland cement is partially replaced by metakaolin / blast furnace slag or totally by sulfoaluminate cement, without prejudice to the rheological behaviour. The study of the new composites formulated with metakaolin or sulfoaluminate cement indicates high levels of mechanical strength and toughness. Their resistance to frost superior to conventional concrete or concrete incorporating glass fibres is due to the high air content (the fibres act as an air-entraining admixture).

Keywords: flax fibre, concrete, surface treatment of the fibers, workability, durability, mechanical properties.