# Effet des traitements des fibres d'Alfa sur les propriétés mécaniques et d'adhésion dans un mortier de ciment

#### Soukaina Ajouguim<sup>1,2</sup>

- <sup>1</sup> Univ. Artois, IMT Nord Europe, Junia, Univ. Lille, ULR 4515, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement(LGCgE), F-62400 Béthune, France
- <sup>2</sup> Univ. Cadi Ayyad, Laboratoire du Matériaux innovants, Énergie et Développement Durable (IMED-Lab), 40000, Marrakech, Maroc

#### **RESUME**

L'introduction des fibres d'Alfa dans une matrice cimentaire conduit à l'amélioration des propriétés mécaniques du composite, et en particulier sa résistance en flexion. Cependant, il a été souligné une dégradation des fibres d'Alfa au fil du temps due à la forte alcalinité du milieu cimentaire. Cette étude vise à étudier l'effet des traitements des fibres d'Alfa sur les performances mécaniques et d'adhésion du composite cimentaire. Cinq traitements ont été retenus : traitements chimiques (alcalin et hydrothermal), biologique (enzymatique), physique (ultrasons) et par enrobage minéral (ciment sulfo-alumineux). Les fibres d'Alfa brutes et traitées ont été incorporées dans des mortiers de ciment à différentes longueurs (10 et 20 mm) avec un taux d'addition de 1 %vol. Il a été constaté que les traitements des fibres d'Alfa ont pu améliorer les propriétés mécaniques du composite à long terme. Bien que les traitements les plus efficaces soient les traitements alcalin et hydrothermal, l'ensemble des traitements a fourni une protection de la fibre, améliorant les propriétés des composites à 90 jours. Afin de mesurer les interactions (contrainte de cisaillement) entre la fibre d'Alfa et le mortier de ciment, un dispositif de mesure spécifique basé sur une fibre immergée dans le mortier a été mis en place. Une augmentation des contraintes de cisaillement des fibres après traitement a été notée, ce qui suggère une amélioration des propriétés d'adhésion fibre/mortier.

Mots-clefs fibre d'Alfa, mortier, propriétés mécaniques, traitements de surface, contraintes de cisaillement.

#### I. INTRODUCTION

La valorisation des fibres naturelles dans le domaine de la construction a connu un essor important pour s'intégrer dans la stratégie du développement durable. L'introduction des fibres naturelles dans une matrice cimentaire a fait l'objet de nombreux travaux de recherche. Au Maroc comme en Algérie et en Tunisie, la fibre d'Alfa qui pousse en abondance est à valoriser bien que celle-ci soit déjà utilisée dans de nombreux domaines. Cette étude propose une nouvelle voie de valorisation en intégrant les fibres d'Alfa dans un mortier pour des matériaux de construction (Ajouguim et al., 2021). Ce mortier renforcé par des fibres d'Alfa a été établi à partir d'une formulation d'un CCV (Composite Ciment Verre). Les résultats ont montré que l'incorporation des fibres d'Alfa à l'état brut dans une matrice cimentaire entraîne une réduction des performances mécaniques du composite. Ceci est probablement dû à la

minéralisation des fibres suite à leurs sensibilités au milieu alcalin, ce qui génère la dégradation des fibres au fil du temps (Li et al., 2021). L'ajout des fibres d'Alfa a augmenté la porosité accessible à l'eau du composite. Ce comportement est généralement lié à l'hydrophilie des fibres (Bilba and Arsene, 2008). En effet, les fibres subissent un gonflement/rétrécissement au sein de la matrice ce qui favorise la création des vides et donc une augmentation de la porosité. Un glissement des fibres d'Alfa de la matrice a été observé après le test de flexion, ce qui suggère une mauvaise adhérence fibre/matrice (Al-Mohamadawi et al., 2016; Magniont, 2010). Une modification du processus d'hydratation a en effet été observée en fonction du taux d'addition des fibres. Ce phénomène est attribué à la présence des polysaccharides et des pectines présentes dans la structure de la fibre perturbant le processus des réactions d'hydratation du ciment (Page et al., 2021; Sedan, 2007).

Dans ce contexte, les mesures préventives les plus efficaces pour maintenir les propriétés des composites renforcés par des fibres végétales sont le traitement préalable des fibres. Divers types de traitement ont été utilisés afin d'améliorer les propriétés des fibres végétales : traitement chimique pour réduire leur caractère hydrophile, enzymatique pour dissocier les composants polysaccharidiques, physique pour fragmenter la fibre en filament individuel et enrobage pour créer une zone de faible alcalinité autour de la fibre.

Plusieurs travaux de recherche (Ali-Boucetta et al., 2021; Al-Mohamadawi et al., 2016) ont montré que l'introduction des fibres végétales traitées dans une matrice cimentaire a montré une amélioration des propriétés du composite aux états frais et durci. A l'état frais, une réduction des temps de prise et une légère amélioration du temps d'écoulement du composite ont été constatées. Grâce à l'élimination partielle de certains composants non-cellulosiques, une amélioration des réactions d'hydratation a été également relevée. Ce qui influence fortement les propriétés mécaniques du composite, en particulier sa résistance à la compression. A l'état durci, les observations microscopiques de l'interface fibre/matrice ont révélé une amélioration de celle-ci, ceci a été mis en évidence par une réduction des vides et un manque de glissement des fibres. Finalement, une importante augmentation des résistances à la flexion des composites a été notée à court et à long terme.

Peu de travaux sont rapportés dans la littérature concernant l'effet des traitements des fibres d'Alfa sur les propriétés des matériaux de construction. L'intérêt de cette étude est de cerner l'importance de chaque traitement et de sélectionner le type de traitement à choisir pour améliorer les propriétés mécaniques du composite cimentaire.

Cette étude a pour objectif d'étudier l'effet des traitements des fibres d'Alfa sur les performances mécaniques et d'adhésion du composite cimentaire. Cinq types de traitements ont été retenus : les traitements chimiques (alcalin et hydrothermal) pour cibler les polysaccharides, traitement enzymatique par des enzymes de pectinases pour réduire la teneur en pectine et traitement physique par des ultrasons pour améliorer l'état de surface des fibres d'Alfa. Des formulations de mortier ont été réalisées avec une fraction volumique de 1% de fibres d'Alfa. Deux longueurs des fibres ont été testées : 10 et 20 mm. Des essais mécaniques ont été effectués sur des éprouvettes 40x40x160 mm puis des mesures des contraintes de cisaillements ont été effectuées.

#### II. PREPARATION DES MATERIAUX

#### A. Traitement des fibres d'Alfa

La plante d'Alfa (*Stipa tenacissima L*) a été récoltée dans la région Nord-Est du Maroc (à proximité de la ville d'Oujda). La fibre d'Alfa contient 39,53 % de cellulose, 27,63 % de l'hémicellulose, 19,53 % de lignine et 13,28 % d'extractibles (Ajouguim et al., 2019). Le diamètre de la fibre d'Alfa est de l'ordre de

1 à 2 mm et une masse volumique absolue de 1,40 g/cm³. Les fibres ont été découpées manuellement à 10 et 20 mm de longueur (Fig. 1).

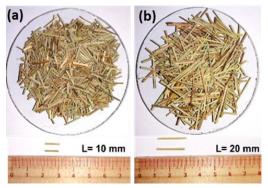


FIGURE 1 : Fibres d'Alfa coupées à des longueurs de 10 mm (a) et 20 mm (b)

Cinq traitements, de différentes natures, ont été retenus pour cette étude, la Fig. 2 présente les conditions pour chaque traitement :

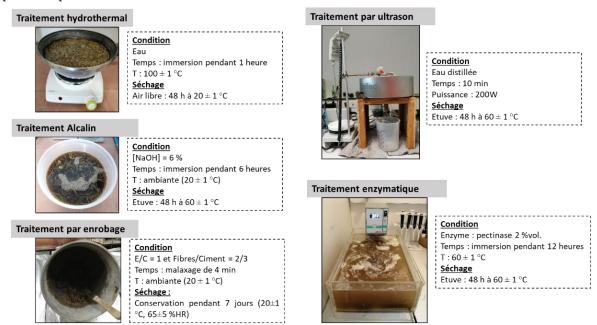


FIGURE 2: Conditions des traitements des fibres d'Alfa

## B. Elaboration du composite cimentaire

Le mortier élaboré est un mélange à base de sable siliceux de granulométrie 0/1 mm, de ciment CEM III/B 42,5N, de filler calcaire et de fibres d'Alfa. La formulation utilisée est fixée avec les paramètres suivants : E/C = 0,35 et S/C = 1. Un superplastifiant et un viscosant ont été incorporés au mélange pour assurer une meilleure ouvrabilité du mortier et pour éviter toute ségrégation. Les fibres d'Alfa traitées de longueurs de 10 et 20 mm sont incorporées avec un pourcentage d'ajout de 1%vol. Le tableau 1 récapitule la composition de la matrice cimentaire. Les différents mélanges sont indiqués comme suit : M-FXy signifie mortier renforcé avec des fibres traitées par X, et Y : la longueur des fibres d'Alfa en mm.

TABLEAU 1: Composition du mortier de ciment

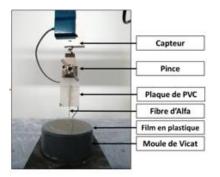
Composants	Ciment CEM III	Sable 0/1	Calcaire (filler)	Superplastifiant	Agent de viscosité	Eau
Quantité en (g)	900	900	225	9	4,5	304

## III. MESURE DE LA CONTRAINTE DE CISAILLEMENT

L'interaction des fibres végétales et le liant conduisent à la création des forces de cisaillement à l'interface fibre/matrice. Il est possible de mesurer ces contraintes pour confirmer l'effet des traitements sur les propriétés d'adhésion des fibres.

#### A. Mise en place du dispositif d'essai

Les tiges d'Alfa sont découpées à une longueur de 90 mm, dont 30 mm servent pour fixer la tige sur des plaquettes en PVC. Les fibres brutes et traitées sont ensuite séchées à l'étuve 24 h à 60 °C. A la sortie de l'étuve, chaque tige est immédiatement pesée ( $m_{AAir}$ ) à l'aide d'une balance de précision à  $\pm 0.1$  mg, puis collée sur les plaquettes en PVC. Les tiges d'Alfa sont alors fixées à l'aide de la plaque en PVC sur le mors puis introduite sur une profondeur de  $30 \pm 0.5$  mm dans un moule tronconique de Vicat Ø 70/80 x 40 mm. Une gâchée de mortier de référence (MT) est préparée puis versée dans le récipient. La surface est ensuite arasée et recouverte d'un film en plastique imperméable, imposant des conditions endogènes, percés en son centre sur 1 cm (Fig. 3). Le dispositif utilisé est basé sur un modèle rapporté dans la littérature (Nozahic, 2012). La mesure est lancée pendant 24 h. Afin d'enregistrer la somme des forces extérieures exercées sur la fibre (Fig. 4), un capteur de force de capacité maximale de 50 kN avec une précision de  $10^{-5}$  N est utilisé.



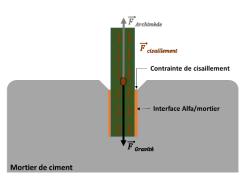


FIGURE 3 : Dispositif de mesure de la contrainte de cisaillement

FIGURE 4 : Schéma explicatif des forces appliquées sur une fibre d'Alfa

La masse reportée sur la surface de la tige d'Alfa est appelée  $m_A(t)$ . Elle peut être déduite de l'équilibre statique de la tige dans le fluide à seuil dont le bilan est le suivant (1) et (2):

$$m_A(t) \times \vec{g} = \vec{F}_{Gravit\acute{e}} + \vec{F}_{Archim\`{e}de} + \vec{F}_{Cisaillement}$$
 (1)

$$\Delta m_p(t) = \frac{2\pi \times R}{g} \times \int_0^H \zeta(z, t) \, dz - \pi \times R^2 \int_0^H \rho_l \, dz$$
 (2)

L'expression de la contrainte de cisaillement à l'interface liant/tige en fonction du temps qui s'applique à une tige immergée peut ainsi être définie (3) :

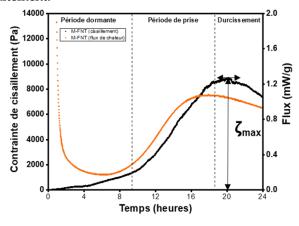
$$\zeta(t) = \frac{g}{2} \times \left(\frac{\Delta m_p(t)}{\pi \times R \times H} - R \times \rho_l\right) \tag{3}$$

F<sub>Gravité</sub>: Force de gravité appliquée à la tige dans l'air ; F<sub>Archimède</sub>: Poussée d'Archimède qui s'exerce sur la tige après son introduction dans le liant ; F<sub>Gsaillement</sub>: Force de cisaillement s'exerçant à l'interface tige/liant. H: Hauteur de la partie immergée de la tige ; R: rayon de la tige.

#### B. Effet des traitements de surface sur la contrainte de cisaillement

La Fig. 5 présente la corrélation entre l'évolution de la contrainte de cisaillement et le flux de chaleur du M-FB, en fonction du temps. La comparaison de la courbe de flux de chaleur et la courbe des contraintes de cisaillements a montré une bonne correspondance. La contrainte de cisaillement évolue très lentement pendant la période dormante. A partir de la période de prise, il est observé une augmentation de la contrainte de cisaillement avec l'augmentation du flux de chaleur. A 20 heures, la contrainte de cisaillement atteint son maximum et finalement une diminution progressive de ces contraintes est observée. Cette étape coïncide avec l'initiation de la période de durcissement. L'adhésion interfaciale est devenue plus faible et moins stable dans le temps (Amziane et al., 2008).

L'évolution des contraintes de cisaillement de la fibre d'Alfa après traitement est présentée dans la Fig. 6. En comparaison avec l'évolution de la contrainte de cisaillement de la fibre d'Alfa brute, il est à noter que les fibres traitées montrent une nette amélioration de la contrainte de cisaillement. Le tableau 2 regroupe les valeurs de la contrainte de cisaillement maximale de la fibre d'Alfa après chaque traitement.



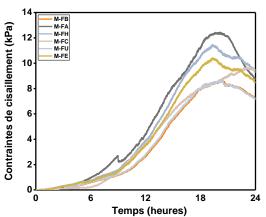


FIGURE 5 : Corrélation des contraintes de cisaillement et le flux de chaleur du M-FB

FIGURE 6 : Evolution des contraintes de cisaillement des fibres d'Alfa

TABLEAU 2 : Contrainte de cisaillement maximale des différents échantillons

Echantillons	M-FB	M-FA	M-FH	M-FC	M-FU	M-FE
Contrainte de cisaillement ζ(kPa)max	8,8	12,3	11,4	9,5	8,5	10,4

L'observation des courbes d'évolution des contraintes de cisaillement montre que les fibres brutes et traitées suivent la même tendance. Une augmentation des contraintes est observée jusqu'à 20 heures de mise en contact. Au-delà de 20 heures, la contrainte de cisaillement commence à diminuer.

La fibre d'Alfa traitée alcalin présente la valeur la plus élevée en comparaison aux autres traitements, qui est de l'ordre de 12,3 kPa, soit une augmentation de 39% par rapport aux fibres brutes. Le traitement alcalin permet l'élimination d'une partie des composés non cellulosiques, ce qui améliore la compatibilité de la fibre avec la matrice. De plus, ce traitement améliore d'une manière significative la rugosité de la surface ce qui augmente par la suite ces propriétés d'adhésion. Un comportement similaire a été rapporté dans la littérature (Amziane et al., 2008).

En ce qui concerne les autres traitements, une augmentation de 29, 18, 7% a été notée pour la fibre d'Alfa traitée hydrothermal, enzymatique et par enrobage sulfo-alumineux, respectivement. Cependant pour la fibre traitée par ultrasons, une légère diminution de la contrainte de cisaillement de 3% a été constatée.

La chute amorcée des contraintes de cisaillement observée après 20 heures est probablement liée au phénomène gonflement/rétraction des fibres. En effet, à l'état frais du mortier, la fibre immergée peut absorber une quantité de l'eau de gâchage. L'absorption ici est relative au type de traitement réalisé sur la fibre. Ce qui induit par la suite des changements dimensionnels de la fibre. Au début de durcissement du mortier, les fibres ont tendance à rejeter l'eau absorbée. Ceci peut conduire à la création des vides à l'interface fibre/matrice, ce qui peut être à l'origine de la chute des contraintes de cisaillement. Il est intéressant à noter que cette chute n'est pas similaire pour tous les types de traitements. En comparaison avec les fibres brutes, les fibres d'Alfa ont montré une chute des contraintes de cisaillement moins importante.

# IV. EFFET DES TRAITEMENTS DES FIBRES SUR LES PROPRIETES A L'ETAT DURCI DU MORTIER

Des éprouvettes  $40 \times 40 \times 160$  mm ont été fabriqués, puis conservées pendant 28 et 90 jours dans une chambre humide (T =  $20 \pm 2$ °C, humidité relative > 90%). A chaque échéance, les résistances à la flexion et à la compression sont mesurées expérimentalement selon la norme NF EN 1015-11.

#### A. Résistance à la flexion

La Fig. 7 présente les résistances à la flexion des mortiers de fibres traitées à différentes échéances. Le mortier témoin (MT) a une résistance à la flexion de  $6.2 \pm 0.2$  MPa à 7 jours,  $7.3 \pm 0.1$  MPa à 28 jours et  $7.4 \pm 0.3$  MPa à 90 jours.

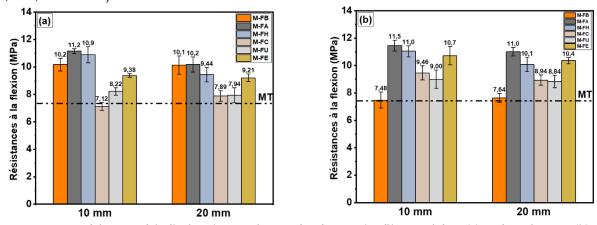


FIGURE 7 : Résistances à la flexion des mortiers renforcés avec des fibres traitées : (a) après 28 jours et (b) après 90 jours de durcissement

Par rapport au MT, l'ajout des fibres d'Alfa améliore les résistances à la flexion du mortier renforcé. A 28 jours, une augmentation de 38 % est observée pour le mortier contenant des fibres brutes (M-FB) pour les deux longueurs (10 et 20 mm). À 90 jours, la résistance à la flexion du M-FB a diminué par rapport à celle à 28 jours de durcissement. Ceci est peut-être dû à la forte alcalinité du ciment qui peut endommager les fibres et donc réduire sa capacité de renforcement (Ardanuy et al., 2011). Cependant, les fibres traitées ont montré une meilleure adhérence fibre/matrice cimentaire, par rapport au M-FB. A 28 jours, une légère augmentation de la résistance à la flexion de 10% et 7% est notée pour le M-FA10 et M-FH10, respectivement. Une évolution des résistances à la flexion similaire a été également observée pour le M-FA20 et M-FH20. Contrairement aux fibres brutes, les fibres traitées ont montré une amélioration du comportement de la fibre dans le mortier après 90 jours de cure. Par exemple, la résistance à la flexion du M-FB a diminué de 10 MPa à 28 jours à 7 MPa à 90 jours, soit une diminution de 30 %. Cependant, les valeurs de résistance à la flexion du M-FA et du M-FH à 90 jours restent quasi-

similaires. Bien que le traitement le plus pertinent soit le traitement alcalin et hydrothermal, l'ensemble des traitements a fourni une protection de la fibre, améliorant les propriétés des composites à 90 jours.

#### B. Résistance à la compression

Les résistances à la compression des différents mortiers renforcés de fibres traitées à différentes échéances sont présentées dans la Fig. 8. Par rapport au MT, l'introduction des fibres d'Alfa brutes ou traitées réduit la résistance à la compression du mortier. Le MT présente une résistance à la compression de  $83.2 \pm 0.34$  MPa à 28 jours et de  $85.7 \pm 0.10$  MPa à 90 jours.

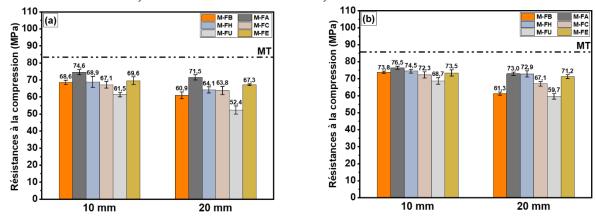


FIGURE 8 : Résistances à la flexion des mortiers renforcés avec des fibres traitées : (a) après 28 jours et (b) après 90 jours de durcissement

En comparaison avec les différents mortiers renforcés de fibres d'Alfa, le M-FA présente la résistance à la compression la plus élevée. Après 28 jours de durcissement, le M-FA10 a une résistance à la compression de 74,6 MPa, ce qui montre une augmentation d'environ 9% par rapport au M-FB. Une augmentation de la résistance à la compression a été également constatée pour le M-FE de 1% et 10 % pour M-FE10 et M-FE20, respectivement.

L'augmentation de la longueur des fibres d'Alfa conduit généralement à la réduction de la résistance à la compression. Cependant, cela reste plus faible pour les mortiers avec fibres traitées que celle du M-FB. A 28 jours de durcissement, une diminution de 11% est notée pour le M-FB passant de 10 mm à 20 mm. A 90 jours de durcissement, les différents mortiers suivent les mêmes évolutions constatées à 28 jours. Le comportement observé avec les fibres traitées : alcalin, hydrothermal et enzymatique est généralement lié à l'élimination partielle de certains éléments non cellulosiques. La réduction de la teneur de ces composés peut réduire la capacité des fibres à absorber l'humidité du milieu environnant (Dittenber and Gangarao, 2012), ce qui contribue à l'accélération des réactions d'hydratation, produisant plus de gel de silicate de calcium et de Portlandite, ce qui affecte positivement la résistance à la compression (Aloulou and Alila, 2019).

# IV. CONCLUSION

L'objectif de ce travail est d'étudier l'efficacité des traitements des fibres d'Alfa sur les propriétés mécaniques et d'adhésion des mortiers de ciment. Les principales conclusions sont les suivantes.

La fibre d'Alfa brute améliore la résistance à la flexion des mortiers à 28 jours. Néanmoins, après 90 jours de durcissement, les fibres d'Alfa sont soumises à une dégradation, ce qui entraîne une diminution des performances mécaniques des composites renforcés des fibres d'Alfa.

La comparaison entre les cinq traitements utilisés dans cette étude montre l'efficacité de traiter la fibre d'Alfa avant introduction dans la matrice. Bien que le traitement le plus pertinent soit le traitement

alcalin et hydrothermal, l'ensemble des traitements a fourni une protection à la fibre, améliorant les propriétés des composites à 90 jours.

La fibre d'Alfa traitée alcalin présente la contrainte de cisaillement la plus élevée en comparaison aux autres traitements, qui est de l'ordre de 12,3 kPa, soit une augmentation de 39% par rapport aux fibres brutes. Les traitements des fibres d'Alfa ont contribué à l'augmentation des contraintes mesurées. Ce qui confirme l'efficacité de ces traitements pour améliorer les propriétés d'adhésion des fibres d'Alfa.

#### REFERENCES

- Ajouguim, S., Abdelouahdi, K., Waqif, M., Stefanidou, M., Saâdi, L., 2019. Modifications of Alfa fibers by alkali and hydrothermal treatment. Cellulose 26, 1503–1516. https://doi.org/10.1007/s10570-018-2181-9
- Ajouguim, S., Page, J., Djelal, C., Waqif, M., Saâdi, L., 2021. Impact of Alfa fibers morphology on hydration kinetics and mechanical properties of cement mortars. Construction and Building Materials 293, 123514. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123514
- Ali-Boucetta, T., Ayat, A., Laifa, W., Behim, M., 2021. Treatment of date palm fibres mesh: Influence on the rheological and mechanical properties of fibre-cement composites. Construction and Building Materials 273, 121056. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121056
- Al-Mohamadawi, A., Benhabib, K., Dheilly, R.-M., Goullieux, A., 2016. Influence of lignocellulosic aggregate coating with paraffin wax on flax shive and cement-shive composite properties. Construction and Building Materials 102, 94–104. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.10.190
- Aloulou, F., Alila, S., 2019. Characterization and influence of nanofiber flours of wood modified on fresh state properties of cement based mortars. Journal of Renewable Materials 7, 557–566. https://doi.org/10.32604/jrm.2019.00141
- Amziane, S., Perrot, A., Lecompte, T., 2008. A novel settling and structural build-up measurement method. Meas. Sci. Technol. 19, 105702. https://doi.org/10.1088/0957-0233/19/10/105702
- Ardanuy, M., Claramunt, J., García-Hortal, J.A., Barra, M., 2011. Fiber-matrix interactions in cement mortar composites reinforced with cellulosic fibers. Cellulose 18, 281–289. https://doi.org/10.1007/s10570-011-9493-3
- Bilba, K., Arsene, M.-A., 2008. Silane treatment of bagasse fiber for reinforcement of cementitious composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 39, 1488–1495. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.05.013
- Dittenber, D.B., Gangarao, H.V.S., 2012. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.11.019
- Li, Q., Ibrahim, L., Zhou, W., Zhang, M., Yuan, Z., 2021. Treatment methods for plant fibers for use as reinforcement in cement-based materials. Cellulose 28, 5257–5268. https://doi.org/10.1007/s10570-021-03903-w
- Magniont, C., 2010. Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources (Thèse de doctorat). Université de Toulouse.
- 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 (Thèse de doctorat). Université Blaise Pascal Clermont-Ferrand II, Clermont-Ferrand, France.
- Page, J., Khadraoui, F., Gomina, M., Boutouil, M., 2021. Hydration of flax fibre-reinforced cementitious composites: influence of fibre surface treatments. European Journal of Environmental and Civil Engineering 0, 1–23. https://doi.org/10.1080/19648189.2021.1918260
- 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. https://doi.org/10.3917/reru.071.0139