

Étude de l'effet du temps de traitement alcalin de fibres palmier sur le comportement mécanique des matériaux à base d'argile rouge de la région de M'sila

Zainate Koadri¹, Azzedine Benyahia^{1,*}, Nadir Deghfel¹, Kamel Belmokre², Brahim Nouibat¹, et Ali Redjem¹

¹ Laboratoire, ville, environnement, société et développement durable, Université de M'sila, 28000 M'sila, Algérie

² Laboratoire d'anticorrosion – matériaux, environnement et structures « LAMES », Université 20 août 1955 de Skikda, Skikda, Algérie

Reçu le 11 avril 2019 / Accepté le 26 septembre 2019

Résumé. Ce travail s'inscrit dans le développement de matériaux locaux, telle que la fibre végétale (fibre de palmier) et l'argile rouge du sud Algérien, largement utilisées dans la préparation des briques, comme matériaux de construction rurale. Les fibres végétales possèdent des propriétés très intéressantes, elles sont : renouvelables, biodégradables et le rapport coût/légèreté faible. Leurs propriétés mécaniques sont très importantes. Cependant, le problème prédominant dans ce type de matériaux composites est la faible adhésion de l'interface matrice-fibre, attribuée probablement, à la nature de la surface et au caractère hydrophobe des fibres naturelles, conduisant ainsi, à des propriétés mécaniques faibles pour le composite envisagé. Le but de cette étude consiste à traiter la fibre de palmier par une solution basique d'hydroxyde de sodium (NaOH 4 % [m/v]) durant des périodes variables : 3, 7, 24 et 48 heures, afin d'améliorer l'adhésion interfaciale. Les résultats obtenus à partir des essais réalisés sur le composite renforcé par les fibres de palmier traitées durant 7 h ont montré une nette augmentation quant à la résistance, à la flexion et à la compression ; cette croissance est respectivement de l'ordre de 57 et 60 %, comparativement au composite renforcé par les fibres non traitées. On peut déduire que les fibres de palmier peuvent être considérées comme l'un des matériaux appropriés pour le renforcement de l'argile.

Mots clés : fibres de palmier / argile rouge / traitement alcalin / composite

Abstract. Study of the effect of alkaline palm fiber treatment time on the mechanical behavior of red clay materials from the region of M'sila. This work is part of the development of local materials, such as vegetable fiber (palm fiber) and red clay from southern Algeria, widely used in the preparation of bricks as rural building materials. Vegetal fibers have very interesting properties, they are: renewable, biodegradable and low cost / lightness ratio. Their mechanical properties are very important. However, the predominant problem in this type of composite material is the weak adhesion of the matrix-fiber interface, probably attributed to the nature of the surface and the hydrophobic character of the natural fibers, thus leading to weak mechanical properties for the material, envisaged composite. The purpose of this study is to treat palm fiber with a basic solution of sodium hydroxide (4% w/v NaOH) for varying periods of time: 3, 7, 24 and 48 hours to improve interfacial adhesion. The results obtained from the tests carried out on the composite reinforced with palm fibers treated during 7 hours, showed a clear increase as regards the resistance to bending and compression; it is respectively of the order of 57 and 60%, compared to the composite reinforced by the untreated fibers. It can be deduced that palm fibers can be considered as one of the suitable materials for clay reinforcement.

Keywords: palm fibers / clay red / flexural strength / compression / composite

* e-mail: azzedinebenyahia@yahoo.fr

1 Introduction

Les matériaux composites sont largement utilisés et en pleine évolution. Leur emploi n'est pas limité aux domaines automobiles, avions et bateaux, mais s'étend aux maisons et bâtiments.

De nos jours, les fibres naturelles sont les matériaux de construction les plus populaires, car elles répondent aux conditions souhaitées : elles donnent au constituant de la matrice une résistance remarquable face à la flexion et à la compression [1]. Le renforcement des fibres permet l'amélioration des propriétés mécaniques d'une matrice donnée de matériaux composites [2]. Parmi les applications couvertes par cette étude, figurent les briques en adobe renforcées de fibres naturelles pour améliorer la compression du comportement et la résistance à la flexion. De nombreux chercheurs ont constaté que la présence de fibres dans les briques améliore leurs propriétés mécaniques. Rogiros Illampas et al. [3] ont remarqué que les fibres de paille peuvent augmenter la résistance à la déformation sous compression et en flexion. Binici et al. [4] ont rapporté que la résistance à la compression des briques de terre renforcées de fibres était supérieure à celle des briques de terre classiques sans fibres. L'étude menée par Muhammad et al. [5] a montré que le renforcement de briques avec des fibres de jute améliore leur comportement à la résistance. Nous notons qu'avec la fibre de jute, la résistance à la compression a été multipliée par un facteur de 2,7 par rapport à celle des briques sans fibres. Alvarez et al. [6] ont démontré que le traitement alcalin (5 % m/v de NaOH) de fibres de sisal pendant deux jours à la température ambiante a conduit aux propriétés de flexion les plus élevées des composites de fibres Mater Bi-Y /sisal. Le but de cette étude expérimentale est d'évaluer l'influence du temps de traitement de la fibre de palmier par une solution de NaOH sur la résistance à la compression et à la flexion du composite Argile rouge/fibres de palmier.

2 Matériaux et méthodes

L'argile rouge utilisée a été prélevée au niveau de la région de M'sila (sud de l'Algérie).

2.1 Les déferents liants utilisés

2.1.1 Ciment

Nous avons utilisé la structure en béton armé B30 (LCM M'sila) en ciment de type CEM CHAMIL (pour béton exigeant), composée de 95 % de clinker et de 5 % de gypse. Les échantillons post-durcis ont été prélevés à 20 °C pendant 28 jours.

2.1.2 Chaux

La chaux est du type PLACOL (TAOUAB) de M'sila (Algérie).

Les fibres de palmier (*Phoenix L. dactylifera*), utilisées dans ce travail, ont été récoltées manuellement à la fin de la maturité, au cours de la même saison, d'une région semi-aride de M'sila-Algérie, au mois d'avril.

2.2 Procédés

2.2.1 Prétraitement de fibres

Les fibres de palmier prélevées ont subi les opérations suivantes :

- lavage de la fibre avec de l'eau ;
- manipulation de la fibre mécaniquement, à l'aide d'un peigne métallique pour obtenir les fibrilles ;
- couper les fibres sur une longueur de 2 cm environ.

2.2.2 Mercerisage

Les fibres de palmier coupées ont été traitées dans une solution de NaOH de concentration 4 % (m/v) durant différentes périodes (3, 7, 24 et 48 h) avec un taux de solution 15/1 en masse. Après le traitement, les fibres sont imprégnées dans une solution acidifiée afin d'éliminer l'excès de soude, rincées à l'eau jusqu'au pH 7 et séchées dans une étuve à la température 105 °C pendant 24 h.

2.3 Préparation de l'argile

L'argile prélevée a subi les opérations suivantes :

- concassage des roches de l'échantillon en morceaux par un mortier ;
- séchage dans l'étuve pendant 24 h ;
- broyage des morceaux de l'échantillon argileux dans un broyeur ;
- tamisage de la poudre de l'échantillon.

2.4 Préparation des composites

Afin d'hydrater la pâte d'argile et lier les déferents constituants du mélange entre eux à sec, on ajoute une quantité d'eau de gâche déterminée selon la formule (1) :

$$\frac{E_a}{A} = 0.30, \quad (1)$$

d'où : E_a et A sont respectivement les quantités d'eau et d'argile sèche en gramme.

Le mélange ainsi constitué est malaxé jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène. Les résistances mécaniques en compression et en traction par flexion ont été déterminées, suivant la norme EN 196-1, sur des éprouvettes prismatiques 40 × 40 × 160 mm. Après conservation en salle humide (20 °C, HR = 98 %) avant et après démoulage pendant 28 jours, elles sont ensuite séchées en étuve ventilée à 70 °C jusqu'à masse constante, avant d'être soumises aux essais. La fabrication de structures composites, consiste à mélanger de manière aléatoire les fibres avec de l'argile. Les échantillons post-durcis ont été prélevés à 20 °C pendant 28 jours. La teneur en fibres est de 3 % (m/m) (Fig. 1). Le codage des différents ensembles de fibres et la composition des mélanges sont indiqués dans le [tableau 1](#).

2.5 Paramètres physicochimiques de l'argile

2.5.1 Détermination du pH

La détermination du pH est nécessaire pour quantifier l'apport de l'acidité lorsque le solide est en contact avec la



Fig. 1. Eprouvettes des échantillons étudiés (fibre de palmier / argile rouge).

Tableau 1. Abréviations utilisées pour le renfort et la matrice des composites étudiés.

Code de matériau	
PF0	Fibres de palmier non traitées
PF43	Fibres de palmier traitées par 4 % (w/w) de NaOH, à 3 h
PF47	Fibres de palmier traitées par 4 % (w/w) de NaOH, à 7 h
PF424	Fibres de palmier traitées par 4 % (w/w) de NaOH, à 24 h
PF448	Fibres de palmier traitées par 4 % (w/w) de NaOH, à 48 h
AR	Argile rouge
C	Ciment
CH	Chaux

solution. Nous avons, avec de l'eau distillée, préparé une solution à 10 % d'argile (m/v) et laissé reposer pendant 4 h à 25 °C, pour permettre aux ions de passer en solution. L'homogénéité de la solution d'argile est obtenue par agitation magnétique [7].

2.5.2 Taux d'humidité

Le taux d'humidité du matériau humide est déterminé par séchage dans une étuve, pendant 24 heures à la température 105 °C. La masse du matériau après étuvage est considérée comme la masse des particules solides (m_s). La détermination du taux d'humidité a été calculée à partir du rapport de la masse de l'eau (m_{eau}) sur la masse des particules solides (m_s). Celui-ci donne la teneur en eau de l'échantillon analysé (Eq. (2)) [8].

$$H(\%) = \frac{m_{eau}}{m_s} \times 100 \quad H(\%) = \frac{m_t - m_s}{m_s} \times 100, \quad (2)$$

m_{eau} : masse d'eau (g); m_t : masse de l'échantillon humide (g); m_s : masse de l'échantillon sec (g).

2.5.3 Colloïdali  

Cette propri  t   est li  e    la pr  sence de charges n  gatives    la surface de chaque grain d'argile. Le caract  re collo  idal se traduit par le recouvrement de chaque grain d'argile par une double couche d'ions hydrosolubles de charges oppos  es. La collo  idali   a   t   mesur  e par la mise en suspension d'une quantit   d'argile donn  e, en ajoutant 0,2 g de MgO pour permettre la d  floculation, apr  s une agitation de 5 min, le m  lange est plac   dans une   prouvette gradu  e. Apr  s 24 h, nous mesurons le volume V (mL) occup   par le surnageant. La collo  idali   est donn  e par la formule (3) [9]:

$$C(\%) = 100 - V. \quad (3)$$

2.5.4 Porosit  

La d  termination de la porosit   permet d'  valuer le pourcentage du vide dans le mat  riau dans une   prouvette de 10 mL, nous versons un volume d'un solide de masse M_1 , nous ajoutons du m  thanol M_2 jusqu'   atteindre le volume de 2 mL dans l'  prouvette. La porosit   (P) est d  termin  e selon la formule (4) [9].

$$P = \frac{V_1}{V_t} = \frac{\frac{(M_2 - M_1)}{\rho_{m  thanol}} - V_2}{V_t}, \quad (4)$$

avec: $\rho_{m  thanol} = 0,79 \text{ g.cm}^{-3}$; $V_t = 2 \text{ mL}$.

2.5.5 Indice de gonflement

Par la mise en suspension, l'argile peut fixer une quantit   notable d'eau, ce qui a pour effet d'  carter les uns des autres, traduisant ainsi un gonflement. Nous remplissons une   prouvette gradu  e de 100 mL avec 50 mL d'eau distill  e et nous ajoutons 0,5 g d'argile. Apr  s 45 minutes, nous ajoutons encore 0,5 g d'argile. Apr  s 2 h, on note le volume de gonflement. L'indice de gonflement est d  termin   selon la formule suivante [10]:

$$I_g(\%) = \frac{V_g \times 50}{50 - H}, \quad (5)$$

I_g : indice de gonflement; V_g : volume de gonflement (mL); H : le taux d'humidit  .

2.6 Param  tres g  otechniques de l'  chantillon d'argile

2.6.1 Limites d'Atterberg

Les limites d'Atterberg d  finissent    la fois l'indicateur qualifiant la plasticit   d'un sol et l'essai qui permet de d  finir ces indicateurs. L'analyse des   chantillons est effectu  e selon la proc  dure de la norme fran  aise NF P 94-051 [11].

2.6.2 Limite de liquidité (W_l)

Par définition, la limite de liquidité est la teneur en eau qui correspond à une fermeture en 25 chocs. Pour déterminer la limite de liquidité, on étend sur une coupelle une couche du matériau dans lequel on trace une rainure au moyen d'un instrument en forme de V. On imprime à la coupelle des chocs semblables en comptant le nombre de chocs nécessaires pour fermer la rainure sur 1 cm, on mesure alors la teneur en eau de la pâte.

2.6.3 Limite de plasticité (W_p)

La limite de plasticité (W_p) caractérise la transition entre un état solide et un état plastique. On forme une boulette à partir de la pâte préparée, puis on la roule sur une plaque lisse, à la main de façon à obtenir un rouleau qui est aminci progressivement jusqu'à ce qu'il atteigne 3 mm de diamètre. Le rouleau au moment où il atteint 3 mm $\pm$ 0,5 mm, doit avoir une longueur de 10 cm et ne doit pas être creux. La limite de plasticité est la teneur en eau du cylindre qui se fissure lorsque son diamètre atteint 3 $\pm$ 0,5 mm.

2.6.4 L'indice de plasticité (I_p)

Un indice de plasticité est un nombre sans dimension. Il précise la différence numérique entre la limite de liquidité d'Atterberg et la limite de plasticité d'Atterberg. La valeur de I_p est calculée par l'équation (6).

$$I_p = W_l - W_p. \quad (6)$$

2.7 Surface spécifique (essai au bleu de méthylène ou à la tache)

La détermination de la surface spécifique par la méthode du bleu de méthylène, qui est représentative de la teneur en argiles de l'échantillon, a été déterminée selon la norme NF P 94-068 [12].

2.7.1 Mode opératoire

L'essai au bleu de méthylène consiste à mettre en suspension une fraction de sol (0/d) avec $d \leq 10$ mm et à ajouter à cette suspension des doses successives de 5 mL d'une solution de bleu de méthylène jusqu'à apparition d'une auréole bleue autour de la tache constituée par le sol, l'auréole bleue indique l'excès de cette solution dans les particules d'argile. La formule (7) donne la valeur au bleu du sol.

$$VBs = \frac{B.C.100}{m_s}, \quad (7)$$

B : masse de bleu de méthylène introduite (g) ; m_s : masse sèche de la prise d'essai (g) ; C : proportion de 0/5 mm soumis à l'essai dans la fraction 0/50 du matériau sec.

2.7.2 Appareils utilisés

Le pH a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre HANNA (pH211 fabriqué en Italie), XRF Bruker AXS GmbH,

Tableau 2. Paramètres physicochimiques de l'échantillon d'argile rouge.

Paramètre	pH	H	C	P	Ig	PAF
Valeur (%)	9,08	2,4	3	0,876	51,44	18,1

Karlsruhe, fabriqué en Allemagne a été utilisé pour analyser la composition minéralogique de l'argile. Les spectres FTIR de fibres non traitées et traitées sont obtenus en mélangeant les échantillons avec du KBr et en préparant des plaquettes classiques à l'aide d'une presse de laboratoire. La plage d'absorption (4000–400 cm^{-1}) a été étudiée à l'aide d'un FTIR (Shimadzu, série 8300, fabriqué au Japon). Les propriétés thermiques ont été étudiées par analyse thermogravimétrique (ATG) afin de suivre l'évolution de la stabilité thermique des fibres. Les mesures ont été effectuées à partir de la température ambiante jusqu'à 700 °C à une vitesse de chauffage de 10 °C/min, dans une atmosphère d'azote en utilisant SETSYS Evolution ATG-ADT/DSC. La cristallinité des fibres palmier a été évaluée par diffractométrie aux rayons X à l'aide du diffractomètre X'Pert High Score (X'Pert Pro PW3209, Panalytical, fabriqué en France).

Les diagrammes de diffraction équatoriale (2θ) ont été enregistrés de 10° à 40° avec un rayonnement Cu-K α à 40 kV et 20 mA. La diffraction aux rayons X a été utilisée pour étudier les modifications de la structure physique des fibres en termes d'indice de cristallinité (CrI). Segal et al. [13] ont mis au point une méthode empirique d'estimation du degré de cristallinité de la cellulose native (cellulose I) (équation (8)).

$$CrI\% = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}}, \quad (8)$$

où: I_{002} : l'intensité du pic principal de la cellulose I à un angle d'environ 2θ à 22,7° ; I_{am} : l'intensité attribuée à la cellulose amorphe donnée à un angle d'environ 2θ à 18,9°.

Un microscope électronique à balayage Hitachi S 800 a été utilisé pour étudier les topographies de surface des fibres. Les images MEB ont été obtenues par la méthode d'imagerie électronique secondaire, avec une tension d'accélération du faisceau de 15 kV. L'essai de flexion et de compression est réalisé sur un appareil universel de type Control's (capacité 250 kN en compression et 10 kN en flexion boucle fermé par PC).

3 Résultats et discussion

3.1 Paramètres physicochimiques de l'argile rouge

Le [tableau 2](#) présente les valeurs des différents paramètres relatifs à notre échantillon d'argile. Nous notons que la valeur du pH (pH = 9,08) révèle la basicité de l'échantillon argile [14]. Cela serait dû aux sels solubles et basiques tels que les carbonates et les bicarbonates ou les silicates alcalins, qui entrent généralement dans la composition de l'argile. La valeur de la colloïdalité, $C = 3\%$, explique la

faible ionisation des particules impliquées dans la constitution de l'argile [15]. Nous soulignons que, la valeur de la teneur en humidité est basse $H = 2,4 \%$, ce qui explique le caractère non hygroscopique et confirme la faible valeur de la porosité $P = 0,876 \%$, démontrant que notre échantillon est considéré comme très peu poreux. La perte au feu (PAF) correspond à la perte de masse d'une poudre amenée au four à 1000°C . Quant à l'indice de gonflement, sa valeur est de l'ordre de $51,44 \%$, et d'après la classification proposée par Holtz et al. [16], cette argile peut être considérée comme moyennement gonflante.

Dans notre cas, une valeur élevée de l'ordre de $\text{PAF} = 18,1 \%$. Cette situation pourrait être attribuée à la présence de carbonate et minéraux silicatés.

3.2 Paramètres géotechniques de l'argile rouge

L'analyse de la taille des particules sur les échantillons est effectuée selon la procédure de la norme française NF P 18-560 [17]. Les résultats obtenus montrent que notre argile est constitué d'environ 4% de limon et 76% de sable (Fig. 2), ce qui nous autorise à dire que notre argile est sablo-limoneux.

De la figure 3, nous déterminons la valeur de la plasticité, qui est de l'ordre de $15,03$ et celle de liquidité de l'ordre de $22,08$, tandis que l'indice de plasticité est de $7,05$. En vue de la classification d'Atterberg (Tab. 3), on peut déduire que notre argile est moyennement plastique et faiblement argileux.

D'après les essais de bleu de méthylène, la valeur de la surface spécifique est égale à $0,00904 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$; alors que le VBs de l'argile rouge est inférieur à $0,1$, ce qui nous permet de dire qu'il s'agit d'un argile sableux [18]; la masse volumique absolue est égale à $2,53 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, tandis que celle volumique apparente égale $1,20 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$.

3.3 Composition chimique élémentaire de l'échantillon d'argile

Le tableau 4 présente les résultats de l'analyse chimique élémentaire de l'argile rouge. De l'analyse de ces données, il ressort que la silice et l'alumine sont les oxydes majeurs dans notre échantillon, ils ont respectivement égal à $45,28 \%$, $10,53 \%$, traduisant qu'il est un aluminosilicate. De même que, pour le calcium qui est relativement élevé ($12,1 \%$), ce matériau est donc riche en calcite (CaCO_3).

Le rapport alumine/silice fournit des informations sur la perméabilité du matériau vis-à-vis de l'humidité. Lorsque ce rapport est grand, la perméabilité est importante [19]. Dans notre cas, ce rapport est petit $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0,23$. Cette faible valeur est en accord avec le faible pourcentage d'humidité ($H = 2,4 \%$) [20]. Le rapport molaire $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ (substitution maximale de Si^{4+} par Al^{3+}) est supérieur à la valeur standard de la bentonite qui est $2,7$. Cette différence indique, la présence en grande proportion de quartz libre dans la fraction d'argile [21]. La composition globale des autres oxydes (Fe_2O_3 , MgO , K_2O et Na_2O) atteint un pourcentage de $13,03$, ce qui montre que notre argile n'est pas pure [22].

3.4 Diffraction des rayons X sur un échantillon d'argile rouge

L'analyse spectrale du diffractogramme (Fig. 4) indique qu'il est composé de quartz (SiO_2), de calcite CaCO_3 et de dolomite. Il révèle principalement la présence de pics intenses; l'un correspond au quartz et l'autre à la calcite, ce qui explique que notre argile est hétérogène. La composition minéralogique de la fraction d'argile de notre matériau est constituée $45,28 \%$ de quartz et de $25,46 \%$ de calcite comme impuretés majeures dans notre échantillon, confirmant ainsi les résultats obtenus précédemment, qui indiquent des proportions élevées de SiO_2 (quartz) et de calcite.

3.5 Analyse par spectroscopie infrarouge d'un échantillon d'argile rouge

Les bandes d'adsorption observées dans la figure 5 confirment la présence des liaisons caractérisant l'argile rouge. Parmi ces bandes, celle à 3614 cm^{-1} correspond principalement aux vibrations d'élongation du groupe OH de l'eau de constitution, celles à 1480 cm^{-1} correspondent aux vibrations d'élongation de CH_3 [23,24]. Les bandes 1040 , 1099 cm^{-1} peut être attribuée aux vibrations de valence de la liaison Si-O [25]. La bande de 780 cm^{-1} correspond aux vibrations de déformation O-Si-O [22]. Les deux bandes situées entre 877 et 712 cm^{-1} correspond aux vibrations de valence de la liaison CO de CaCO_3 [19], et celles à 798 cm^{-1} correspondent aux vibrations de déformation Si-O-Al [26].

3.6 Caractérisation des fibres de palmier

3.6.1 Teneur en matière sèche et minérale de la fibre de palmier

La teneur en matière sèche dans la plupart des végétaux varie en fonction de l'humidité relative. Une augmentation ou diminution de l'humidité entraîne une augmentation ou diminution de la teneur en eau des fibres. Cela entraîne une variation dimensionnelle notable et limite les applications industrielles [27,28]. Dans le cas de notre fibre de palmier, les analyses effectuées ont montré que le taux de la matière sèche est de l'ordre de $85,63 \%$; tandis que celui de la matière minérale, représente en moyenne $5,7 \%$ de la matière sèche (Tab. 5). Nous soulignons que ce résultat est proche de celui des fibres d'alfa qui avoisine les $4,3 \%$ [29]. Seca et al. [30] rapportent que pour les fibres kénaf, les teneurs en matière minérale sont de l'ordre de $8,3 \%$ de la matière sèche. Cette teneur reste sensiblement supérieure à celle de la fibre de palmier.

3.6.2 Composition chimique de la fibre de palmier

La composition chimique de la fibre de palmier étudiée est présentée dans le tableau 6. Elle confirme que les fibres du palmier sont constituées de trois composants majoritaires: la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Le reste de la composition comprend les extractibles, les hydrosolubles et les cendres (matière minérale). La cellulose est le premier

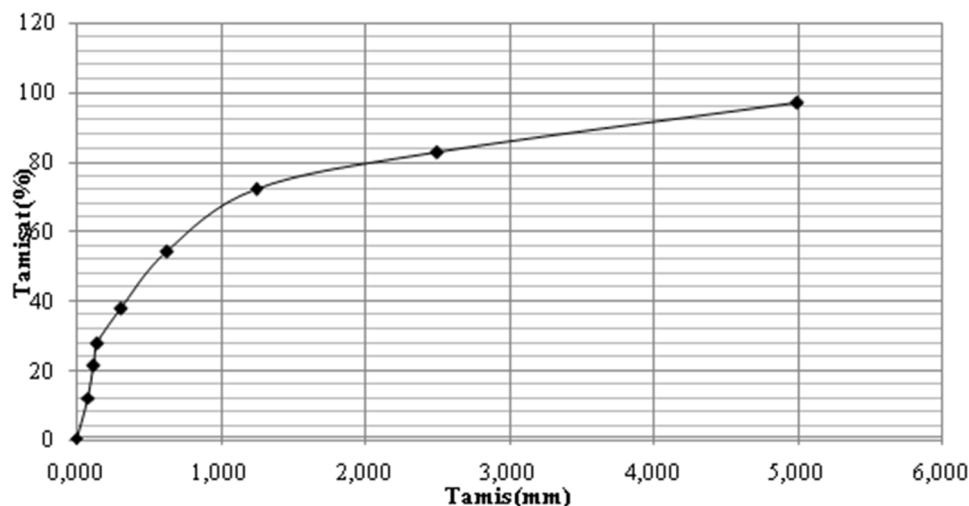


Fig. 2. Analyse granulométrique de l'argile rouge.

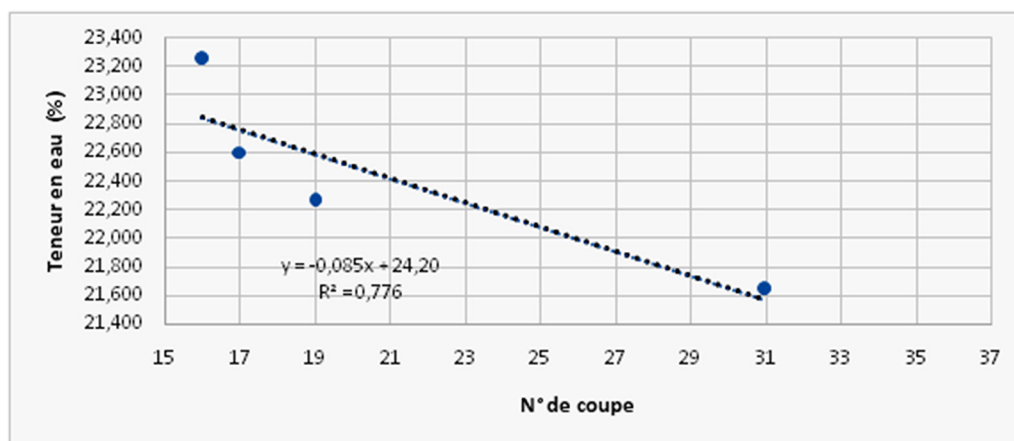


Fig. 3. Limites d'Atterberg de l'argile rouge.

Tableau 3. Classification des argiles selon Atterberg.

IP (%)	< 7	7–17	> 17
Plasticité	Faible	Moyenne	Elevée

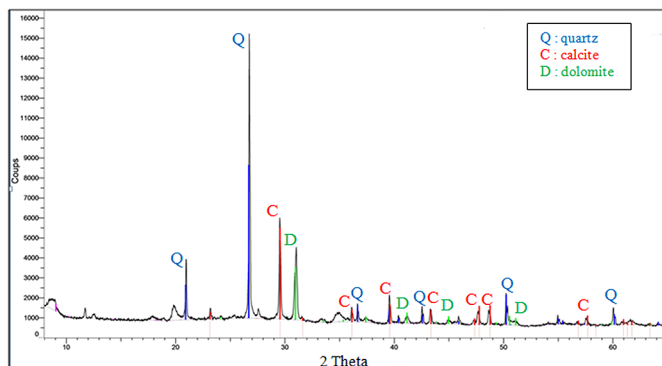
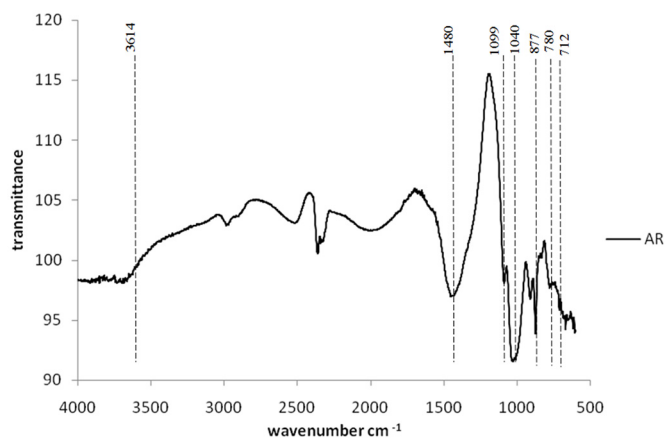
constituant des fibres du palmier, elle représente environ 35,75 % de la matière sèche, ce pourcentage est comparable à celui des fibres d'alfa et des fibres périlibériennes (lin, kénaf, jute) [28]. La teneur en hémicellulose dans la fibre de palmier reste cependant faible (12 %). Elle est inférieure à celle des fibres d'alfa. Cette dernière contient 33,5 % d'hémicellulose, alors que les fibres de chanvres n'en renferment que 10 % [29,31]. Les fibres du palmier sont très riches en lignine, c'est le deuxième constituant majoritaire dans les fibres de palmier. Le taux mesuré est de l'ordre de 33 %, il est proche de celui déterminé dans le cas de fibres de cannes à bambou et à sucre. Il est 3 fois plus grand que celui dosé dans les fibres de feuilles d'abaca et de sisal où la lignine ne représente qu'en moyenne 8 % de la matière sèche [32].

3.6.3 Analyse par spectroscopie infrarouge

Les données spectrales de l'analyse IRTF de fibres de palmier non traitées et traitées aux alcalis 4 % (g.g^{-1}) sont présentées à la figure 6. Le pic autour de 3360 cm^{-1} est dû à la vibration d'étirement O-H, qui montre une intensité accrue lors du traitement aux alcalis, indiquant une augmentation de la teneur en oxygène des fibres. Ceci peut être attribué au clivage des liaisons sensibles aux alcalis [33]. Le pic à 1730 cm^{-1} , correspondant à la vibration d'étirement C=O, suggère l'existence de groupes acides carboxyliques et/ou ester, supposés se trouver dans les acides gras. Cette hypothèse est corroborée par la disparition de ce pic lors du traitement alcalin du fait de l'élimination des traces de corps gras de la surface des fibres. Par conséquent, le traitement alcalin des fibres naturelles implique un processus d'estérification [34,35]. Comme prévu par l'analyse IRTF, certaines réactions ont clairement eu lieu lors du traitement alcalin des fibres de palmier, ce qui a entraîné une décomposition partielle des hémicelluloses. Le traitement des fibres de palmier avec des alcalis n'attaque pas seulement les composants des fibres, mais les libère également et efficacement des impuretés de surface et des corps gras. En

Tableau 4. Composition chimique élémentaire de l'échantillon d'argile rouge.

	Constituants							
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O
(%)	45,28	10,53	4,54	12,1	5,45	0,37	2,97	0,07
								PAF
								18,1

**Fig. 4.** Diffractogramme RX d'un échantillon d'argile rouge.**Fig. 5.** Spectre infrarouge de l'argile rouge.**Tableau 5.** Propriétés physiques et chimiques de la fibre de palmier.

Paramètre	Matière sèche	Humidité	Matière organique	Matière minérale
Pourcentage massique	85,63	14,37	79,93	5,7

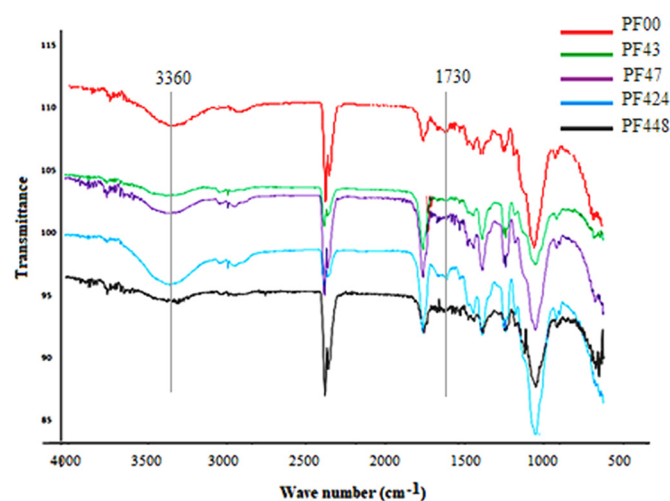
conséquence, la teneur en pectine de surface, en cires et en impuretés pourrait être réduite. Même une modification aussi modeste devrait permettre d'améliorer les caractéristiques des matériaux composites.

3.6.4 Analyse thermogravimétrique

Les mesures thermogravimétriques illustrées dans la [figure 7](#) montrent clairement l'amélioration du comportement thermique des fibres de palmier traitées par NaOH à différentes périodes. Selon la [figure 8](#), nous soulignons un déplacement vers des températures plus élevées, la même

Tableau 6. Composition chimique de la fibre de palmier.

Fibre de palmier	Constituant			
	Cellulose	hémicellulose	Lignine	Graisse et cire
% massique	35,75	12	33	9

**Fig. 6.** Spectres infrarouge de fibres de palmier traitées et non traitées.

remarque a été signalée par Mohanty et al. [36]. D'ailleurs, la dégradation thermique des fibres naturelles a lieu dans l'ordre de l'hémicellulose, de la cellulose et enfin de la lignine. Par conséquent, l'évolution des températures de dégradation des fibres de palmier traitées peut être attribuée à l'élimination efficace de l'hémicellulose, comme le suggèrent les mesures IRTF et l'analyse chimique. Cela semble être en accord avec les résultats rapportés par Al-Khanbashi et al. [37] pour les fibres à mailles encrées, ainsi que pour d'autres fibres végétales, telles que le sisal, le jute et le chanvre [38]. De même, Sreekala et al. [34] ont observé une augmentation de la température de dégradation initiale des fibres de palmier traitées au NaOH. Le premier pic de décomposition à 275 °C a été déplacé vers des températures d'environ 350 °C, ce qui l'attribue à la dépolymérisation de l'hémicellulose et au clivage des liaisons glucosidiques de la cellulose.

3.6.5 Diffraction des rayons X

Le diffractogramme aux rayons X des fibres non traitées et traitées ([Fig. 8](#)) montre que l'intensité du pic correspondant au plan cristallographique (002) a augmenté de manière significative après le temps de traitement des fibres. L'indice de cristallinité augmente considérablement

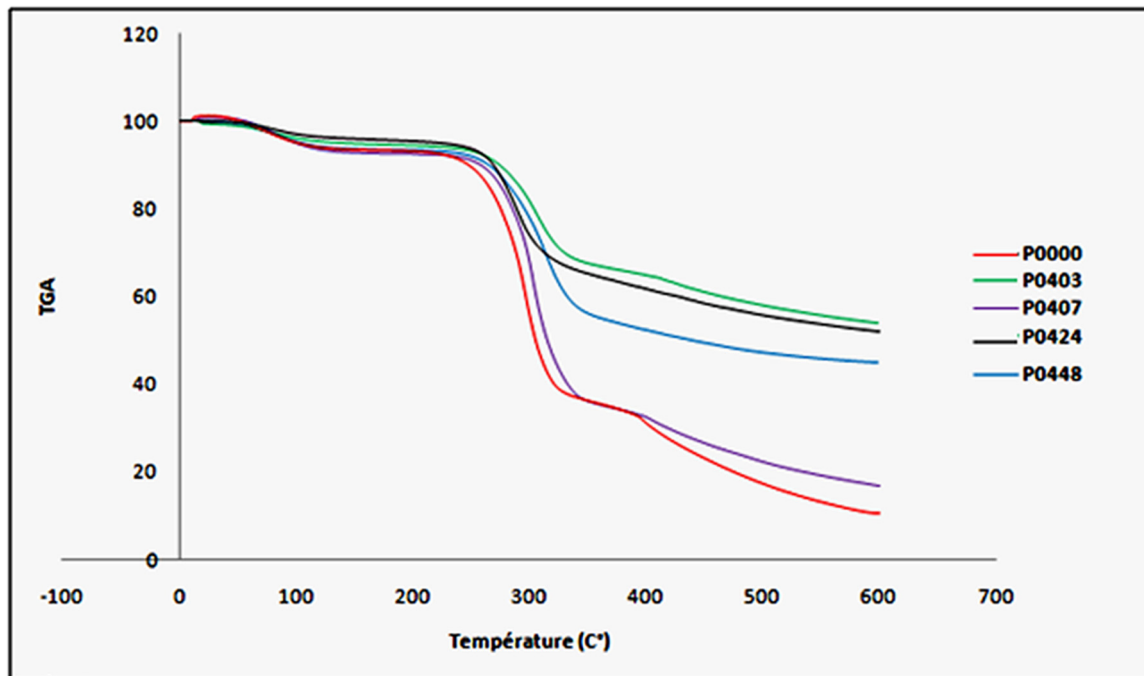


Fig. 7. Thermogrammes TG des fibres de palmier traitées et non traitées.

pour atteindre un maximum avec un traitement alcalin de 4 % m/v pendant 7 heures. Les indices de cristallinité de PF0 et de PF47 ont été calculés et se sont révélés être de 21,35 et 42,31 % respectivement, ce qui correspond à une augmentation du (CrI) de 49,53 % (Tab. 7). Le même résultat a été observé par Aruan Efendy et al. [39] qui ont constaté que le traitement aux alcalis entraînait un indice de cristallinité supérieur et une meilleure stabilité thermique pour les fibres de harakeke et de chanvre. La tendance de l'indice de cristallinité peut être attribuée à l'élimination de l'hémicellulose amorphe des fibres et au réarrangement des régions cristallines de telle sorte que la fibre présente une nature plus cristalline [40,41]. L'indice de cristallinité diminue de façon spectaculaire avec un traitement alcalin de 4 % m/v pendant 48 heures. À long terme, le traitement alcalin peut endommager les fibres et entraîner une diminution de l'indice de cristallinité.

3.6.6 Morphologie de la surface des fibres

Les modifications de la morphologie de surface de la fibre sont importantes pour évaluer son interaction avec la matrice inorganique dans les composites. Des micrographies électroniques à balayage de fibres de palmier brutes et traitées sont illustrées dans la figure 9. Le changement de la morphologie est très clair. La fibre non traitée, illustrée aux figure 9(a) et (b), présente une surface irrégulière et est recouverte d'une couche d'impuretés. Cette dernière empêche l'adhérence interfaciale entre la fibre-matrice [42] et influence directement la rigidité de la fibre [43]. De plus, la structure typique des parois cellulaires qui maintiennent ensemble les fibrilles uniques est toujours évidente. En revanche, les fibres traitées présentent une augmentation de la rugosité et de la qualité de surface en termes de réduction des impuretés. Une diminution du diamètre est confirmée pour toutes les fibres traitées

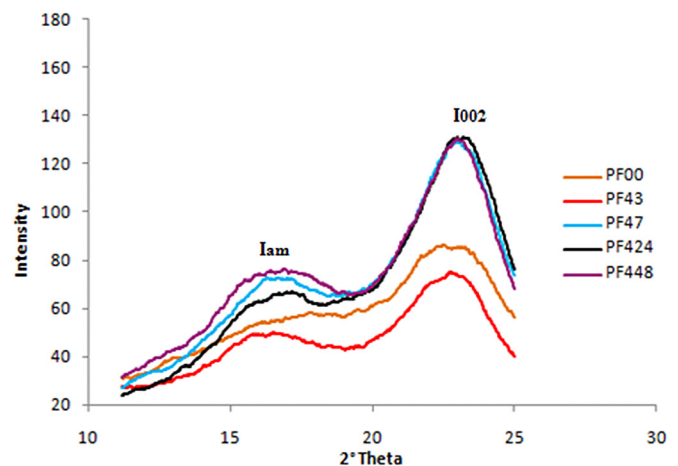
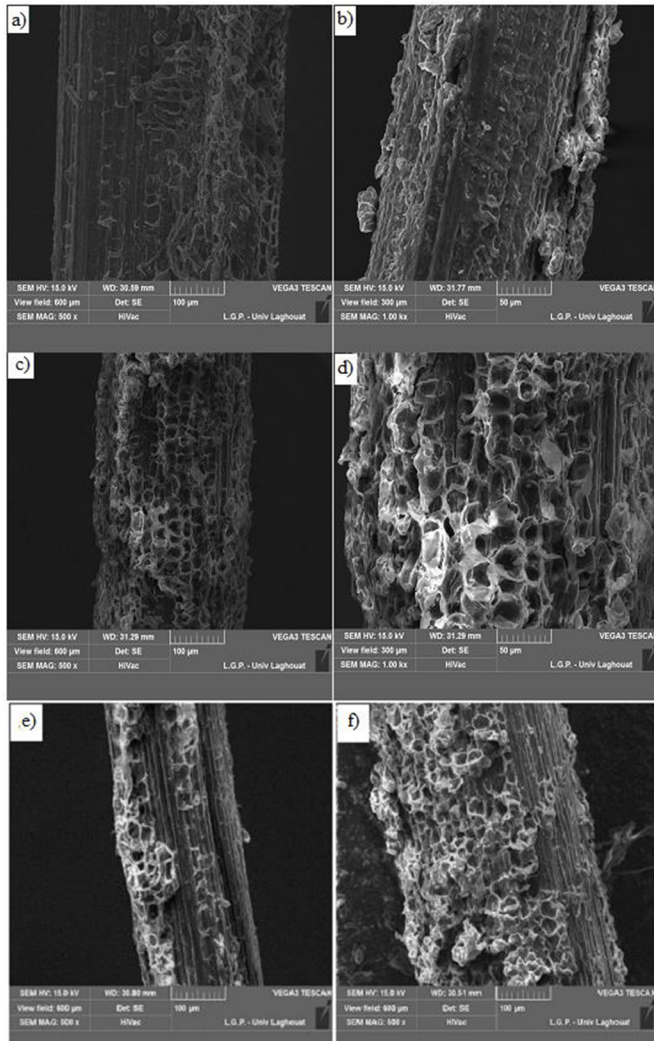


Fig. 8. Diffractogrammes RX des fibres de palmier traitées et non traitées.

du fait de l'élimination d'une certaine portion d'hémicelluloses, de lignine, de substances cireuses et d'huiles naturelles. Comme le montrent les figure 9(c)–(f), les fibrilles peuvent être clairement observées à la surface de la fibre (PF47). En conséquence, il se produit une augmentation de la surface spécifique, ce qui entraîne une augmentation de l'adhésion à l'interface fibre-matrice dans les composites. Néanmoins, nous avons constaté la présence de micro-fissures sur toute la surface de la fibre traitée, en raison de phénomènes de dégradation se produisant lorsque la durée de traitement est trop longue. Ces dommages, mieux mis en évidence sur les figure 9(e) et (f), justifient le décretement de la résistance à la traction obtenue à partir de la caractérisation mécanique.

Tableau 7. Indice de cristallinité (CrI) des fibres non traitées et des fibres de traitement alcalin.

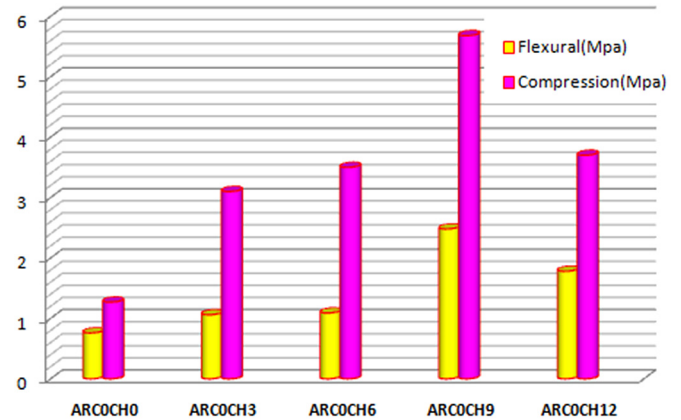
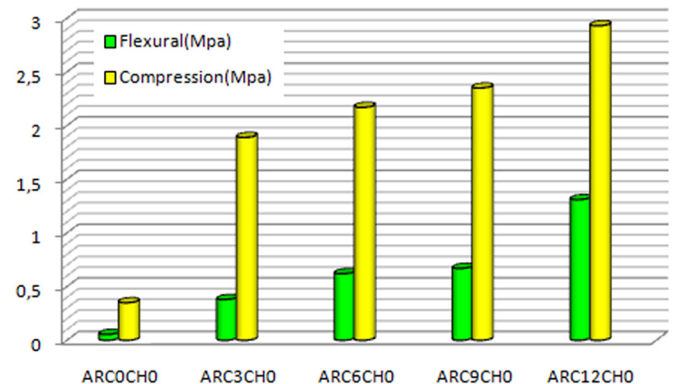
Matériau	PF0	PF43	PF47	PF424	PF448
I_{002}	89	156	152	165	102
I_{am}	70	90	92	101	80
CrI(%)	21,35	42,31	39,47	38,79	21,57

**Fig. 9.** MEB micrographie de la surface des fibres non traitées et traitées: (a) PF00; (b) PF00; (c) PF47; (d) PF47; (e) PF448; (f) PF448.

4 Tests mécaniques

4.1 Effet de l'addition de chaux et de ciment sur les propriétés mécaniques d'Argile

L'effet de l'addition de chaux sur les propriétés de résistance à la flexion et à la compression pour les échantillons d'argile rouge est représenté sur la figure 10. Il a été clairement démontré que l'addition de chaux et de ciment en pourcentage massique (3, 6, 9 et 12 %) dans le mélange avait un effet positif sur les propriétés mécaniques du composite.

**Fig. 10.** Effet d'addition de chaux sur la résistance de flexion et de compression du matériau étudié.**Fig. 11.** Effet d'addition de ciment sur la résistance de flexion et de compression du matériau étudié.

L'addition de chaux au composite ARCOCH9, a permis d'accéder à des valeurs considérées élevées. Elles sont, respectivement, pour la flexion et la compression de l'ordre de 2,4 et 5,6 MPa.

Driss et al. [44] montrent que les résultats des essais réalisés du sol fin argileux stabilisé par l'ajout de chaux à différents pourcentages (2, 4, 6 et 8 %), peuvent être considérablement améliorés.

Tandis que l'ajout de ciment au composite ARC12CH0 (Fig. 11) a donné des valeurs maximales de la résistance à la flexion et à la compression qui sont respectivement de l'ordre de 1,31 et 2,93 MPa. Boffoue et al. [45] ont étudié l'influence de la teneur en ciment sur les propriétés thermomécaniques de l'argile et concluent que l'ajout du ciment d'une faible quantité (0 à 2 %), engendre la diminution de la résistance à la compression. Au-delà de 5 %, nous observons une augmentation de ces propriétés.

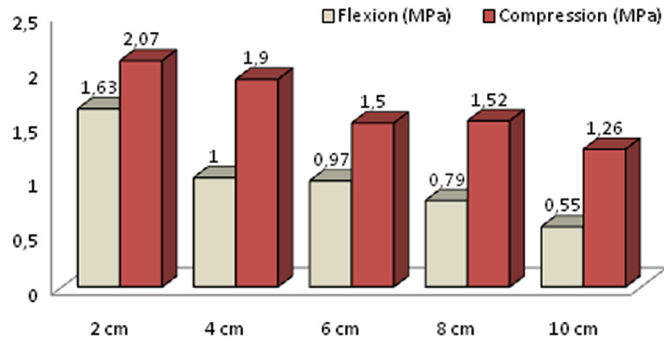


Fig. 12. Effet de la longueur de fibres sur les propriétés mécaniques du composite.

4.2 Effet de la longueur et du pourcentage de la fibre de palmier sur les propriétés mécaniques des composites

Selon la [figure 12](#), il a été clairement démontré que la longueur de la fibre de palmier influait sur les propriétés mécaniques du composite et que les valeurs les plus élevées pour la flexion et la compression étaient respectivement de 1,63 et 2,07 MPa pour les composites renforcés par des fibres d'une longueur de 2 cm.

4.3 Effet du traitement des fibres de palmier sur les propriétés mécaniques des composites en fonction du temps

La [figure 13](#) montre la résistance à la flexion et à la compression des composites traités et non traités. Il a été clairement constaté que le composite ARC12CH9P47 présentait la plus grande amélioration en termes de résistance à la flexion et à la compression. La valeur la plus élevée de résistance à la flexion et à la compression signalée est respectivement de 1,22 et 6,74 MPa. Cette augmentation observée de la résistance à la flexion et à la compression peut indiquer une meilleure adhésion entre l'argile modifiée et les fibres de palmier.

5 Appareil photonumérique

La [figure 14](#) montre des micrographies optiques des surfaces de rupture en flexion d'un composite de fibres de palmier non traitées et traitées aux alcalis. Le composite ARC12CH9P00 montre une faible adhérence interfaciale en raison d'une faible affinité entre la matrice inorganique et les fibres de palmier non traitées ([figure 14\(a\)](#) et (b)). La mauvaise adhérence semble faciliter le déliantage des fibres. Ainsi, la structure interfaciale des composites UPF/Argile rouge était incapable de transférer efficacement le stress. Le composite ARC12CH9P47 présente des surfaces plus homogènes, moins de cavités et de vides, et par conséquent une résistance à la compression supérieure à celle des composites non modifiés. Cette découverte suggère que le traitement des fibres a un effet positif sur l'adhérence inter faciale entre les fibres et la matrice ([figure 14\(c\)](#) et (d)). Nous concluons que les fibres deviennent poreuses et fibrillées par traitement alcalin.

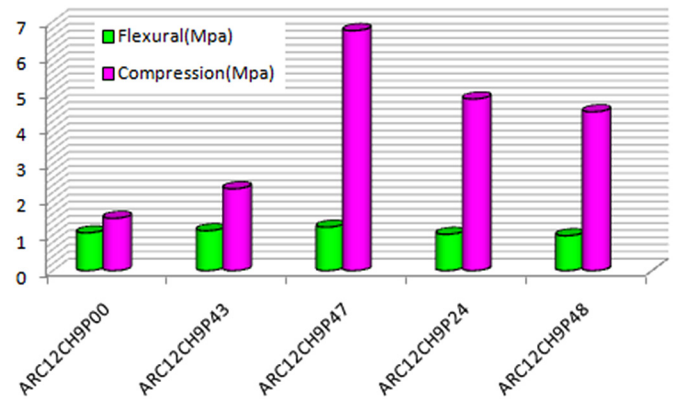


Fig. 13. Effet du temps de traitement alcalin sur la flexion et la compression du matériau étudié.

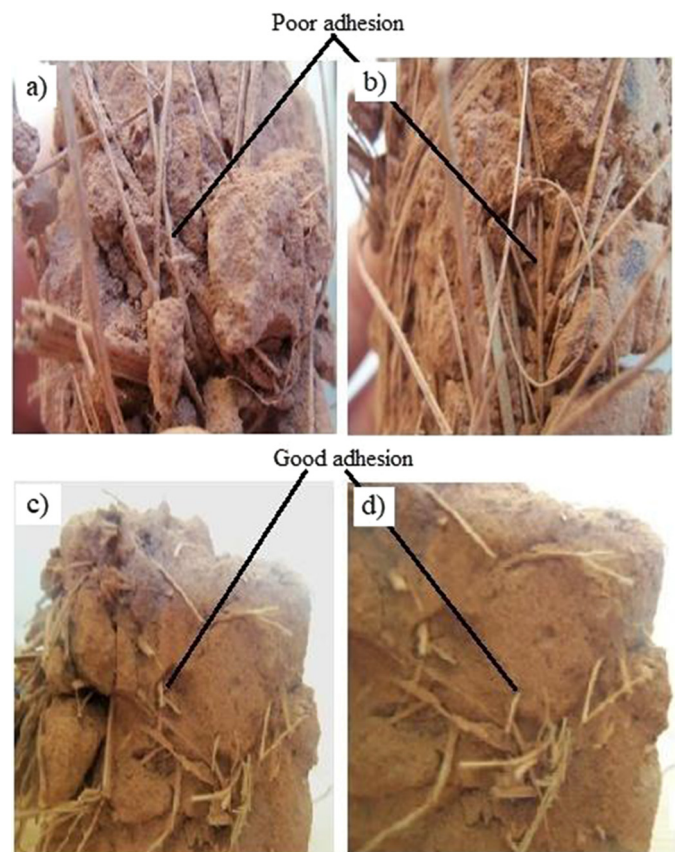


Fig. 14. Micrographies optiques des surfaces de rupture en flexion de: (a) et (b) ARC12CH9P00; (c) et (d) ARC12CH9P47.

Des améliorations significatives des propriétés mécaniques du composite contenant des fibres de palmier modifiées ont été déjà signalées.

6 Conclusion

Le but de cette étude expérimentale était d'aboutir à la combinaison d'argile rouge renforcée avec des fibres de palmier ayant un meilleur effet sur les propriétés

mécaniques de l'argile brute. À travers cette investigation, nous pouvons atteindre les déductions suivantes :

- le temps de traitement des fibres de palmier par la solution de soude est l'un des principaux facteurs permettant d'augmenter la cristallisation, contribuant ainsi à la résistance du matériau fibreux ;
- l'analyse MEB a révélé, que suite aux différents traitements réalisés, une modification de la morphologie des fibres ;
- une augmentation de la rugosité de la surface des fibres traitées, due à l'élimination des cires, de la lignine et de la pectine, augmentant ainsi l'adhérence interfaciale entre les fibres et la matrice,
- une teneur optimale en mélange de ciment et de chaux dans les briques est respectivement de 12 et 9 % (m/m),
- une augmentation de la valeur de la résistance à la flexion et de la compression par rapport aux briques crues ;
- les performances des composites fibres de palmier/argile rouge sont très influencées par les propriétés de surface des fibres ;
- les traitements aux alcalis et les temps de traitement ont amélioré les propriétés mécaniques ;
- la valeur de la résistance à la flexion et à la traction du composite ARC12CH9P47 était respectivement d'environ 57 et 60 %.

Enfin, on peut dire que les fibres de palmier ont un avenir très prometteur pour les matériaux composites en raison de leurs propriétés et de leur faible coût par rapport aux fibres métalliques.

En perspective : nous comptons réaliser des travaux de recherche, par l'exploitation des fibres de palmier dans les applications acoustiques et thermiques (isolation).

Actuellement, les matériaux de construction métalliques coûtent chers et leur emploi est un peu plus compliqué que celui des matériaux composites en fibre de palmier. De plus, notre région est riche en argile rouge.

Les matériaux composites possèdent de meilleures propriétés mécaniques. Leur utilisation dans le sud s'avère très intéressante et même prometteuse dans l'avenir.

References

1. S.C. Sharma, *Composites Materials*, Narosa Publishing House, Delhi, 2000, p. 8
2. S.F. Santos, G.H.D. Tonoli, J.E.B. Mejia, J. Fiorelli, Jr. H. Savastano, Non-conventional cement-based composites reinforced with vegetable fibers: a review of strategies to improve durability, *Mater. Construct.* **65**, 317 (2015)
3. G.L. Rogiros Illampas, Vasilios, I. Ioannis, Effect of straw fiber reinforcement on the mechanical properties of adobe bricks *Poromechanics VI*, 1331 (2017). DOI: 10.1061/9780784480779.165
4. H. Binici, O. Akogan, T. Shah, Investigation of fiber-reinforced mud brick as a building material, *Construct. Build. Mater.* **19**, 313 (2005)
5. A.S. Muhammad, A. Safeer, H. Mujtaba, jute fiber reinforced compressed earth bricks (FR-CEB) – A sustainable solution, *Pak. J. Eng. Appl. Sci.* **19**, 83 (2016)
6. V.A. Alvarez, A. Vázquez, Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* **37**, 1672 (2006). DOI: 10.1016/j.compositesa.2005.10.005
7. N.C. Amin, Y.Y.J. Andji, M. Ake, S.F. Yolou, A. Toure Abba, J. Kra Gabrielle, *J. Sci. Pharm. Biol.* **10** (2009)
8. J.C. Chossat, La mesure de la conductivité hydraulique dans les sols – Choix des méthodes, Lavoisier, USA, 2005, 720 p
9. Gillot, E. Jack, *Clay engineering geology*, John Wiley et Sons, Inc., 1984
10. P. Rollet, R. Bouaziz, *L'analyse thermique – les changements de phase*, édition Gautier-Villard, Tome 1, Paris, 1972
11. Norme française NF P 94-051 Détermination des limites d'Atterberg: limite de liquidité à la coupelle, limite de plasticité au rouleau, 1993, 16 p
12. Norme française NF P 94-068, Sols : reconnaissance et essais – Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux – Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux par l'essai à la tache, 1998, 8 p
13. L. Segal, J.J. Creely, A.E. Martin, C.M. Conrad, An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer, *Text. Res. J.* **29**, 786 (1959)
14. M. Edahbi, M. Khaddor, F. Salmoun, *J. Mater. Environ. Sci.* **5**(S1), 2135 (2014)
15. P. Rollet, R. Bouaziz, *L'analyse thermique – les changements de phase*, édition Gautier-Villard, Tome 1, Paris, 1972
16. W.G. Holtz, Gibbs, *Engineering properties of expansive clays*, Transactions, ASCE **121**, 641 (1956)
17. Norme française NF P 18-560 Sols : reconnaissance et essais – Analyse granulométrique– méthode par tamisage à sec après lavage, 1996, 16 p
18. Duriez M, Jarrambide, « Nouveau traite de matériaux de construction », édition Dunod, 1962
19. A. Lahsini, J. Bentama, A. Addaou, M. Rafiq, *J. Chim. Phys.* **95**, 1001 (1998)
20. V. Tserki, N.E. Zafeiopoulos, F. Simon, C. Panayiotou, A study of the effect of acetylation and propyonylation surface treatments on natural fibres, *Composites: Part A* **36**, 1110 (2005)
21. M.S. Sreekala, M.G. Kumaran, S. Thomas, Oil palm fibres: morphology, chemical composition, surface modification, and mechanical properties, *J. Appl. Polym. Sci.* **66**, 821 (1997)
22. L.Y. Mwaikambo, M.P. Ansell, Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibres by alkalization, *J. Appl. Polym. Sci.* **84**, 2222 (2002)
23. M. Gourouza, A. Zanguina, I. Natatou, A. Boos, *Rev. CAMES – Sciences Struct. Mat.* **1**, 29 (2013)
24. O. Qabaqous, N. Tijani, M. Naciri Bennani, A. El Krouk, *J. Mater. Environ. Sci.* **5**, 2247 (2014)
25. A. Aarfane, A. Salhi, M. El Krati, S. Tahiri, M. Monkade, E.K. Lhadi, M. Bensitel, *J. Mater. Environ. Sci.* **5**(6), 1928 (2014)
26. L. Bouna, Univ. Cadi Ayyad FST – Marr. 1., 2012, 122 p
27. S. Brunauer, *The adsorption of gases and vapors*, Princeton University Press, NJ, 1945, 1 p.
28. D. Hatsch, *Interaction hôte pathogène: étude du modèle Humulus lupulus Fusarium graminearum*. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène, thèse doctorat univ Louis Pasteur, Strasbourg I, France, 2004, 190 p
29. S. Mouhoubie, *Caractérisation de l'interface d'un composite fibre végétale/polypropylène*, thèse Magister, Université Farhat Abbas, Algérie, mécanique appliquée, 2008, 18 p

30. C.P. Neto, A. Seca, D. Fradinho, M.A. Coimbra, F. Domingues, D. Evtuguin, A. Silvestre, J.A.S. Cavaleiro, Chemical composition and structural features of the macromolecular components of *Hibiscus cannabinus* grown in Portugal, *Indus. Crops Prod.* **5**, 189 (1996)
31. D. Sedan, Étude des interactions physicochimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composites, thèse doctorat de l'université de limoges, matériaux céramiques et traitement de surface, 2007
32. A. Sbiai, Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres, thèse de doctorat, Université de Lyon, 2011
33. V. Tserki, N.E. Zafeiopoulos, F. Simon, C. Panayiotou, A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres, *Composites Part A* **66**, 1110 (2005)
34. M.S. Sreekala, M.G. Kumaran, S. Thomas, Oil palm fibres: morphology, chemical composition, surface modification, and mechanical properties, *J. Appl. Polym. Sci.* **66**, 821 (1997)
35. L.Y. Mwaikambo, M.P. Ansell, Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibres by alkalization, *J. Appl. Polym. Sci.* **84**, 2222 (2002)
36. A.K. Mohanty, M. Misra, G. Hinrichsen, Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: an overview, *Macromol. Mater. Eng.* **276**, 1 (2000)
37. A. Al-Khanbashi, K. Al-Kaabi, A. Hammami, Date palm fibres as polymeric matrix reinforcement: fibre characterization, *Polym. Compos.* **26**, 486 (2005)
38. S.J. Eichhorn, Review: current international research into cellulosic fibres and composites, *J. Mater. Sci.* **36**, 2107 (2001)
39. M.G. Aruan Efendy, K.L. Pickering, Comparison of harakeke with hemp fibre as a potential reinforcement in composites, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* **67**, 259 (2014). DOI: [10.1016/j.compositesa.2014.08.023](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.08.023)
40. S. Ouajai, R.A. Shanks, Polymer composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments, *Polym. Degrad. Stabil.* **89**, 327 (2005)
41. H. Abrial, H. Putra, S.M. Sapuan, M.R. Ishak, Effect of alkalization on mechanical properties of water hyacinth fibers-unsaturated polyester composites, *Polym. Plast. Technol. Eng.* **52**, 446 (2013)
42. T. Alsaeed, B.F. Yousif, H. Ku, The potential of using date palm fibres as reinforcement for polymeric composites, *Mater. Des.* **43**, 177 (2013)
43. M. Tlijani, Contribution à la caractérisation thermophysique de matériaux bio-isolant : valorisation des déchets du bois de palmier, Université de Paris Est, France, 2016
44. A.A.E. Driss, K. Harichane, M. Ghrici, Effet de la chaux sur la stabilisation des propriétés géotechniques d'un sol argileux, 8^e Symposium International sur la Construction en Zone Sismique (SICZS), Chlef, 2018
45. M.O. Boffoue, K.C. Kouadio, C.H. Kouako, A.A. Assande, A. Dauscher, B. Lenoir, E. Emeruwa, Influence de la teneur en ciment sur les propriétés thermomécaniques des blocs d'argile comprimée et stabilisée, *Afr. Sci.* **11**(2), 35 (2015)

Citation de l'article : Zainate Koadri, Azzedine Benyahia, Nadir Deghfel, Kamel Belmokre, Brahim Nouibat, Ali Redjem, Étude de l'effet du temps de traitement alcalin de fibres palmier sur le comportement mécanique des matériaux à base d'argile rouge de la région de M'sila, *Matériaux & Techniques* **107**, 404 (2019)