Université Mohamed Khider – Biskra

Faculté des Sciences et de la technologie

Département : Génie Mécanique

Réf :……

جامعة محمد خيضـــــــــــر بسكـــــــــرة

كلية العلـــوم والتكنولوجـــــــــــــيا

قسم :الهندســــــــــــــة الميكانيكيـــــة

المرجع..... :

Thèse présentée en vue de l'obtention

Du diplôme de

Doctorat en sciences : Génie Mécanique

Spécialité (Option) : Génie Mécanique

Caractérisation macro-mécanique d'un biocomposite à caractère industriel

Présentée par :

Bentahar Ramdane

Soutenue publiquement :

Devant le jury composé de :

Moummi Noureddine	**Professeur**	**Président**	**Université de Biskra**
Moummi Abdelhafith	**Professeur**	**Examinateur**	**Université de Biskra**
Falek Mokhtar	**Professeur**	**Examinateur**	**Université de khenchela**
Belghar Noureddine	**Professeur**	**Directeur de thèse**	**Université de khenchela**
Derfouf Semchedine	**Professeur**	**Co-directeur de thèse**	**Université de Batna**

Dédicace

Dédicace

À la mémoire de mes grands-parents et de mes oncles,

« Que Dieu vous accorde sa miséricorde et vous comble de Sa lumière éternelle. »

À mon père, pour son amour, sa sagesse et ses prières constantes,

À ma mère, pour sa bienveillance et son soutien discret.

À mon épouse, partenaire de tous les instants, pour sa patience, son amour et sa présence inébranlable.

À mes filles, Asma et Rahma, et à mes fils, Abd Elmouhcine et Mohamed Abd Eldjalil, sources de joie, de motivation et d'espérance.

À mes frères et sœurs, pour leur affection et leurs encouragements.

À toute la famille BENTAHAR, pour leurs racines solides et leurs valeurs transmises.

À tous mes amis sincères, qui m'ont accompagné avec loyauté et générosité.

Je dédie ce modeste travail à vous tous, avec reconnaissance et affection.

Remerciements

Remerciement

Tout d'abord, je rends grâce à Dieu, le Tout-Puissant, pour la force, la patience et la persévérance qu'Il m'a accordées afin de mener à bien ce travail de recherche.

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude à mon directeur de thèse, le Professeur Noureddine Belghar, pour son encadrement bienveillant, ses précieux conseils, son soutien constant et ses encouragements tout au long de l'élaboration de cette thèse. Ses remarques pertinentes et son exigence scientifique ont grandement contribué à la qualité de ce travail.

Mes sincères remerciements vont également à mon co- directeur, le Professeur Semcheddine Derfouf, pour sa disponibilité, ses orientations éclairées et son accompagnement tout au long de cette recherche.

Je remercie chaleureusement l'ensemble des membres du jury :

- Professeur Moummi Noureddine, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider ce jury ;
- Professeur Moummi Abdlhafith et Professeur Falek Mokhtar, pour avoir examiné avec attention ma thèse et pour la richesse de leurs remarques et suggestions constructives.

J'adresse également mes sincères remerciements à l'ensemble du personnel du Département de Génie Mécanique de l'Université de Biskra, et tout particulièrement au Dr. Guerira Belhi, pour m'avoir permis d'accéder aux installations expérimentales du laboratoire et pour son aide technique précieuse.

Je tiens aussi à exprimer ma reconnaissance au Professeur Khammar Hicham de l'Université d'Oum El Bouaghi, pour l'intérêt qu'il a porté à mes travaux, notamment pour ses contributions dans la partie relative à la spectrométrie infrarouge.

Enfin, je remercie chaleureusement le personnel technique du Laboratoire de Génie énergétique et matériaux (LGEM) de l'Université de Biskra pour leur disponibilité, leur assistance et leur précieuse collaboration tout au long de mes travaux expérimentaux.

Résumé

Résumé

Cette étude met en évidence le potentiel du biocomposite à base de plâtre semi-hydrate renforcé par des fibres d'*Agave americana* comme matériau de construction durable et respectueux de l'environnement. Le plâtre pur, de nature fragile, présente une résistance mécanique limitée, mais son renforcement par des fibres végétales améliore sensiblement ses propriétés. Les analyses chimiques et morphologiques des fibres révèlent une structure cellulosique complexe, composée principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, conférant aux fibres une combinaison favorable de rigidité, de flexibilité et d'adhérence à la matrice. Les résultats montrent que l'incorporation des fibres améliore la résistance en flexion et le module d'élasticité grâce à une bonne interaction fibre–matrice, tandis qu'un excès de fibres peut engendrer une dispersion hétérogène et une porosité accrue, réduisant les performances mécaniques. Sur le plan thermique, les fibres contribuent à une meilleure isolation en favorisant la formation de microcavités d'air dans la matrice. Ainsi, la combinaison du plâtre minéral traditionnel et des fibres végétales renouvelables permet de concevoir un matériau biocomposite éco-efficace, alliant solidité et performance thermique. Les perspectives futures de recherche devraient porter sur l'optimisation de la distribution des fibres et l'évaluation du comportement à long terme du matériau.

Mots clés : biocomposite, plâtre, Agave americana, comportement mécanique, conductivité thermique.

الملخص

تُظهر هذه الدراسة إمكانيات البيوكومبوزيت القائم على الجبس نصف المائي المدعّم بألياف الصبار *Agave americana* بوصفه مادة بناء مستدامة وفعّالة بيئيًا. يتميز الجبس النقي بطبيعته الهشة وضعف مقاومته الميكانيكية، إلا أنَّ تدعيمه بالألياف النباتية يُسهم في تحسين خصائصه بشكل ملحوظ. وقد كشفت تحاليل البنية الكيميائية والمورفولوجية للألياف عن تركيب خلوي معقّد غني بالسليلوز والهيميسليلوز واللجنين، مما يمنحها مزيجًا من الصلابة والمرونة والقدرة على الالتصاق الجيد بالمصفوفة الجبسية. أظهرت النتائج أن إدماج الألياف يُعزّز مقاومة الانحناء ومعامل المرونة بفضل التفاعل الجيد بين الألياف والمصفوفة، في حين أن الزيادة المفرطة في محتواها قد تؤدي إلى عدم تجانس المادة وارتفاع المسامية مما يُضعف الأداء الميكانيكي. كما تبين أن وجود الألياف يُحسّن الخصائص الحرارية للمركّب من خلال زيادة قدرته على العزل بفضل احتجاز الهواء داخل بنيته الدقيقة. وبذلك، يؤكد هذا العمل أن الجمع بين الجبس التقليدي والألياف النباتية المتجددة يتيح تطوير مواد بناء حيوية تجمع بين المتانة الميكانيكية العالية والكفاءة الحرارية، مما يجعلها خيارًا واعدًا للبناء المستدام. وتشير آفاق البحث المستقبلية إلى ضرورة دراسة تأثير تجانس توزيع الألياف والبنية المجهرية على أداء المادة على المدى الطويل.

كلمات مفتاحية: المركب الحيوي، الجبس، الأغاف الأمريكي، السلوك الميكانيكي، الناقلية الحرارية.

Abstract

This study highlights the potential of a biocomposite made from semi-hydrated gypsum reinforced with *Agave americana* fibers as a sustainable and environmentally friendly construction material. Pure gypsum is known for its brittleness and low mechanical strength, yet reinforcement with natural fibers significantly enhances its overall performance. Chemical and morphological analyses of the agave fibers reveal a complex cellulosic structure composed of cellulose, hemicellulose, and lignin, providing a beneficial balance of stiffness, flexibility, and strong interfacial adhesion with the gypsum matrix.The results indicate that fiber incorporation improves flexural strength and elastic modulus due to effective stress transfer between the fibers and the matrix, whereas excessive fiber content may lead to poor dispersion and increased porosity, thereby reducing mechanical performance. Thermally, the addition of fibers enhances insulation capacity by trapping air within the microstructure of the material. Overall, the integration of traditional mineral gypsum with renewable plant fibers leads to the development of eco-efficient composites combining mechanical strength and thermal efficiency. Future research should focus on optimizing fiber distribution and assessing the long-term durability and structural stability of the material under real service conditions.

Keywords: biocomposite, plaster, Agave americana, mechanical behavior, thermal conductivity.

Table de Matières

Table de Matières

Dédicace II
Remerciement IV
Résumé VI
Table de Matières VIII
Liste des abréviations XI
Listes des figures XIV
Liste des tableaux XVII
Introduction 1
Chapitre 1: Revue de la littérature 5
1.1. Prise de conscience internationale pour la protection de l'environnement 5
1.2. Impact du plâtre sur l'environnement 6
1.2.1. Fabrication du plâtre 6
1.2.2. Utilisation du plâtre 7
1.2.3. Mise en décharge, le recyclage et le traitement des déchets 8
1.2.4. Bilan d'impacts environnementaux d'un exemple de produit de plâtre 9
1.3. Matériaux Composite : état de l'art 10
1.3.1. Généralités sur les matériaux composites 10
1.3.2. Composites à fibres végétales 27
1.3.3. Fibres Végétales 29
1.4. Composites plâtre/fibres végétale 43
1.4.1. Plâtre renforcé de fibres Rhecktophyllum Camerunense RC 43
1.4.2. Plâtre renforcé de fibres d'Hibiscus cannabinus L. (Kénaf) 44
1.4.3. Plâtre renforcé de fibres de sisal 44
1.4.4. Plâtre renforcé de fibres de bois 45
1.4.5. Plâtre renforcé des fibres de palmier dattie 46
1.5. Conclusion 47
Chapitre 2: Caractérisation physico-chimique des matériaux de l'étude 50
Introduction 50
2.1. Plâtre 50
2.1.1. Evolution de l'utilisation du plâtre 50
2.1.2. Présentation physico-chimique 62
2.1.3. Paramètres de gâchage : 63
2.2. Renfort Agave americana 64
2.2.1. Présentation de la fibre 64
2.2.2. Extraction des fibres à partir de plantes 64

2.2.3. Présentation physico-chimique 66
2.3. Conclusion 72
Chapitre 3: Approche expérimentale du comportement mécanique et thermique 74
Introduction 74
3.1. Caractérisation en traction de la fibre d'Agave 74
3.1.1. Matériel et méthodes 74
3.1.2. Résultats et discussion 76
3.2. Caractérisation du plâtre non renforcé 84
3.2.1. Essai de compression 84
3.2.2. Essai de flexion trois points 87
3.3. Caractérisation mécanique du biocomposite plâtre/ Mgave americana 90
3.3.1. Essai de compression 90
3.3.2. Essai de flexion trois points 95
3.4. Caractérisation thermique du biocomposite plâtre/Agave 98
3.4.1. Matériel et méthodes 98
3.4.2. Résultats 98
3.4.3. Discussion et conclusion 99
3.4.4. Conclusion 100
Conclusion générale 102
Références 105

Liste des abréviations

Liste des abréviations

ΔT	°C	Variations de température
a	µ*m*	Allongement de l'entaille
B	m	Largeur
BMW	m/s	Bayerische Motoren Werke
BTP		Bâtiment et Travaux Publics
CFN		Composites à renfort naturels
C_L		Vitesse de propagation des ondes ultrasonores longitudinales
CMC		Composites à matrice céramique
CMM		Composites à matrice métallique
CMP		Composites à matrice polymère
COLPA		Cosider – Lafarge Plâtres Algérie
CRIC		Contrainte Moyenne à la Rupture de l'Interface par Cisaillement
C_T	*m/s*	Vitesses de propagation des ondes ultrasonores transversales
D	m	Diamètre
DP		Degré de polymérisation
DPP		Pétioles de palmier dattier
DVT	ans	Durée de Vie Typique
E	Gpa	Module d'Young du matériau
E	*m*	Epaisseure
E	g	Masse de l'eau
e_c	m	Epaisseur de l'éprouvette
E_c	Gpa	Module d'élasticité du composite
E_f	Gpa	Module d'élasticité de la fibre
EN		Europienne norme
EPS		Polystyrène expansé
F	N	Force appliquée
FTIR		Infrarouge à transformée de Fourier
G_{IC}	$J.m^{-2}$	Energie critique de rupture
H	m	Hauteur
IFSS		Résistance au Cisaillement Interfacial / Interfacial Shear Strength
ISO		International Organization for Standardization
KBr		bromure de potassium
KI_o	$MPa.m^{1/2}$	facteur d'intensité critique des contraintes
K_{IC}	$MPa.m^{1/2}$	Ténacité
l	*m*	Longueur de l'éprouvette après rupture.
l_0	*m*	Longueur initiale de l'éprouvette
L_c	m	Longueur critique
MAF	°	Angle microfibrillaire
MEB		Microscope électronique à balayage
MJ		Méga Joule
NF		Norme Francaise
P	*%*	Porosité
P	g	Masse de platre
P_i		Fraction massique du constituant *i*

PNUE		Programme des Nations Unies pour l'Environnement
RC		Rhecktophyllum Camerunense
R_m	Mpa	Résistance à la compression
S	m^2	Surface
S(t)	*m^2*	Aire des graines d'hémihydrate au temps *t*
T	°C	Temperature
T_0	°C	Température initiale
T_f	°C	Température finale
Tex	g/Km	Masse linéique
U	m	Déplacement de l'extrémité de la fibre
UF		Unité Fonctionnelle
UICN		Union Internationale pour la Conservation de la Nature
V_c	m	Flèche maximale
V_i		Fraction volumique de l'élément i
W	m	Hauteur de l'eprouvette
XRD		Diffraction des rayons X
Y		Facteur de forme de l'eprouvette
γ_S	J.m-2	Energie de surface du matériau
δ_{sat}		Densité de fissures à saturation
ε_{max}	%	Déformation maximal à la rupture
ε_r	*%*	Déformation à la Rupture
λ	$w.m^{-1}k^{-1}$	Conductivité thermique
N		Coefficient de Poisson
P	*kg/m3*	Masse volumique
ρ_c	kg/m3	Masse volumique du composite
P_i	kg/m3	Masse volumique de l'élémént i
σ_{crit}	Mpa	Contrainte critique
σ_f	Mpa	Contrainte de la fibre
σ_{max}	Mpa	Contrainte maximale à la rupture
σ_R	*Mpa*	Contrainte à la rupture
Φ	m	Diamètre de la fibre

Liste des figures

Listes des figures

Figure 1-1 : Structure d'un tissu 11
Figure 1-2 : Types d'armure de tissage d'un tissu. 12
Figure 1-3 : Types de tissages volumiques. 12
Figure 1-4 : Essais micro mécaniques de mesure de la résistance à l'interface fibre matrice : a- essai pull out, b- micro tension, c- micro compression, d- de fragmentation, f- test d'indentation. 15
Figure 1-5 : Courbes représentatives des principaux types de comportement d'un matériau sollicité en traction uniaxiale : a- comportement fragile (fonte, verre), b- comportement ductile (acier doux), c- comportement élastique non linéaire (élastomère) [54]. 19
Figure 1-6 : Schéma de principe de l'essai de flexion 3 points. 20
Figure 1-7 : Schéma de principe de l'essai de compression et les phénomènes observables 21
Figure 1-8 : Exemple de courbe de compression tracée à l'inverse par comparaison à celle de traction. 22
Figure 1-9 : Diagramme vK_I obtenue sur le platre pris en atmosphère ambiante, méthode de relaxation [57] 24
Figure 1-10 : Schéma de principe de la méthode Flash [63]. 25
Figure 1-11 : Schéma de principe de la méthode du fil chaud [64]. 26
Figure 1-12 : Schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée. 27
Figure 1-13 : Classification des fibres naturelles et quelques exemples [67]. 29
Figure 1-14: Variation du diamètre le long de la fibre de lin [70]. 31
Figure 1-15:Arrangement des microfibrilles et la cellulose dans la paroi cellulaire végétale [8]. 32
Figure 1-16 : (a) Schéma d'une microfibrille montrant les différentes couches. (b) Structure cristalline de la cellulose constituant les microfibrilles [8]. 33
Figure 1-17 :Courbe contrainte-déformation de la fibre unitaire de bois avec différents angles de microfibrilles [72]. 34
Figure 1-18: Représentation de la chaîne de cellulose, n : degré de polymérisation. 35
Figure 1-19 :Structure d'un type de xyloglucane [8]. 36
Figure 1-20 : Exemple de structure d'une chaine de pectine (acide polygalacturonique) [8]. 37
Figure 1-21 : Exemple de structure chimique de lignine [8]. 38
Figure 2-1 :Images de gypses naturelles : (a, d) Gypse rose des sables, (b) gypse en fer de lance, (c, e) gypse. 53
Figure 2-2 :Projection de la structure cristalline du gypse selon la direction 001. 54
Figure 2-3 :Structure atomique du semihydrate sur le plan (001). 56
Figure 2-4 :Images MEB (5mμ) des plâtres Prestia (usine Mériel du groupe Lafarge) : a-semihydrate α; b-semihydrate β. 57
Figure 2-5 :Enchevêtrement des cristaux du plâtre pris gâché à E/P =0,8 (Image MEB d'un faciès de rupture - 20μm) [57]. 57
Figure 2-6 :Données expérimentales de reprise d'humidité d'une poutre de plâtre. 60
Figure 2-7 : Phases du plâtre : a-poudre de semihydrate , b-solution plâtre-eau, c-plâtre solide. 62
Figure 2-8 : La plante Agave americana. 64
Figure 2-9 :Extraction des fibres d'Agave americana. 66
Figure 2-10 :Observation micriscopique de la fibre d'agave americana [5]. 68
Figure 2-11 : (a) Vue longitudinale de la fibre; (b) Coupe transversale de la fibre ; (c) Fibre élémentaire [117]. 68
Figure 2-12 : Image microscopique optique des fibres d'agave américain [5]. 69
Figure 2-13 : Spectroscopie FTIR des fubres d'agave pour différents diamètres. 70
Figure 3-1 : Préparation de la fibre élémentaire d'AGAVE pour les essais de traction et méthode de montage sur la machine. 75
Figure 3-2 : a- Machine de traction INSTRON, b- Eprouvette non rompue. 76
Figure 3-3 :Comportement en traction : courbe contrainte/déformation de la fibre d'Agave americana. 77
Figure 3-4 :Courbe de contrainte/déformation des différents fibres Agave americana. 78
Figure 3-5. Images MEB de faisceaux de chanvre. (a,d) Images en coupe transversale de fibres de chanvre, (b,c) surface d'une fibre de chanvre unique, (e,f) vides et défauts dans les faisceaux de chanvre, (g,h) faisceaux de chanvre et (i) fibre de chanvre unique. [137]. 80
Figure 3-6: Variation des propriétés mécaniques en fonction du diamètre des fibres d'Agave Amerecana ; a. Module d'Young ; b. Contrainte maximale ; c. Déformation maximale. 82
Figure 3-7 : a) Eprouvette normalisée NF EN 196-1, b) Epprouvette de compression sur machine de compression. 85
Figure 3-8 :Comportement en compression : courbe contrainte/déformation du plâtre. 86
Figure 3-9 : Comportement en flexion : a) Eprovette de flexion, b) Disposition de l'éprouvette pour l'essai. 88

Figure 3-10 : Comportement en flexion :Courbe Contraintes(Mpa) / Déformations (%) des deux éprouvettes en platre pure. 89
Figure 3-11 : Les étapes de préparation de biocomposite 91
Figure 3-12 : Comportement en compression : courbe contrainte/déformation caractéristique de la loi de comportement du composite plâtre/Agave. 92
Figure 3-13 : Variation des propriètées mécanique du bicomposite en compression en fonction de la concentration des fibres d'Agave, a) Module d'élasticité, b) résistance à la compression et c) allongement à la rupture. 94
Figure 3-14 : Comportement du biocomposite (Plâtre/ Agave) en flexion : Courbes contraintes (MPa)/ déformations (%). 95
Figure 3-15 : Variation des propriètées mécanique du bicomposite en flexion en fonction de la concentration des fibres d'Agave, a) résistance à la compression et b) Module d'élasticité. 98
Figure 3-16: Variation de la conductivité thermique du biocomposite Plâtre/Agave en fonction de la concentration des fibres. 100

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau 1-1 :Indicateurs d'impacts environnementaux du « Caroplatre standard 5 » de Lafarge. 9
Tableau 1-2 : Mesure de la ténasité en fonction de l'epaisseur de l'entaille en flexion trois points, platre pris gaché à E/P = 0,8 [56]. 22
Tableau 1-7. Domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles [66]. 27
Tableau 1-8. Consommation de bioplastiques dans l'union européenne en 2009 [66]. 28
Tableau 1-9: Caractéristiques morphologiques de quelques fibres végétales [70]. 32
Tableau 1-10 Composition chimique de quelques fibres naturelles [8]. 34
Tableau 1-11 :Propriétés mécaniques des fibres végétales comparées aux renforts de synthèse traditionnels [42]. 39
Tableau 1-12 :Exemples de pièces en composite à renfort naturel utilisées par certains constructeurs automobiles [80]. 41
Tableau 1-13 :Propriétés mécaniques des panneaux de plâtre renforcé de fibres de sisal comparées à d'autres matériaux (PPS: Panneau de Plâtre renforcé de Sisal; PPV: Panneau de Plâtre renforcé de fibres de Verre PP: Panneau de Plâtre; PPart: Panneau de particules; CA: Ciment d'Asbestos PPF: Panneau de Plâtre fibreux; PPartCC: Panneaux de Particules de Ciment Collées). 45
Tableau 3-1 :Propriétés mécanique de la fibre d'Agave Americana en fonction du diamètre. 79
Tableau 3-2 : Analyse statistique des propriétés mécaniques de la fibre d'Agave Ameicana 84
Tableau 3-3 : Comportement en compression : les valeurs expérimentales des caractéristiques mécaniques en compression du plâtre pure. 86
Tableau 3-4 : Comportement en compression: valeurs expérimentales des caractéristiques mécaniques du composite plâtre/Agave. 92
Tableau 3-5 : Comportement en flexion du biocomposite : tableaux des valeurs des caractéristiques mécaniques des spécimens plâtre/Agave 96
Tableau 3-6 : Variation de la conductivité thermique des biocomposites Platre/Agave en fonction de la concentration des fibres d'Agave. 98

Introduction

Introduction

Dans un contexte industriel mondial en pleine mutation, marqué par la transition écologique et la nécessité de réduire l'empreinte carbone des matériaux de construction, la recherche de solutions durables et performantes s'impose comme un enjeu majeur. Les industries du bâtiment et des matériaux cherchent aujourd'hui à remplacer les produits conventionnels, souvent énergivores et peu recyclables, par des alternatives plus respectueuses de l'environnement. Cette dynamique s'inscrit dans une démarche d'économie circulaire, fondée sur la réduction des déchets, la valorisation des ressources naturelles et l'optimisation énergétique tout au long du cycle de vie des matériaux.

Parmi les innovations émergentes, les matériaux biocomposites occupent une place de plus en plus importante. Ces matériaux hybrides associent une matrice minérale, polymérique ou organique à un renfort naturel, généralement sous forme de fibres végétales. Cette combinaison permet d'améliorer simultanément les propriétés mécaniques, thermiques et environnementales des composites, tout en favorisant l'utilisation de ressources renouvelables et biodégradables. Leur légèreté, leur coût réduit et leur faible impact écologique en font des candidats prometteurs pour des applications variées, notamment dans la construction batimant, l'automobile et la construction industriel [1].

Le plâtre ($CaSO_4 \cdot ½H_2O$), matériau minéral largement utilisé depuis l'Antiquité, demeure un composant essentiel des procédés de construction modernes grâce à sa disponibilité, sa facilité de mise en œuvre et son coût modéré. Cependant, sa fragilité et sa faible résistance mécanique limitent son emploi dans les structures sollicitées. Cette contrainte a conduit de nombreux chercheurs à explorer des solutions de renforcement du plâtre à l'aide de fibres naturelles, dans le but d'en améliorer la résistance, la ténacité et la durabilité [3].

Parmi l'ensemble des fibres végétales disponibles, les fibres d'Agave americana se démarquent par leurs propriétés mécaniques intéressantes ainsi que par leur compatibilité avec les matrices minérales, notamment après l'application de divers traitements de surface destinés à améliorer leur adhérence et leur intégration au sein du composite [4]. Issues d'une plante succulente largement répandue dans les régions arides, ces fibres possèdent une structure cellulosique complexe, riche en cellulose, hémicellulose et lignine [5] [6]. Cette composition leur confère à la fois rigidité, flexibilité et résistance thermique, des caractéristiques favorables à leur intégration dans les matériaux composites [7]. De plus, leur surface rugueuse [8] favorise une bonne adhérence interfaciale avec la matrice, contribuant ainsi à un transfert efficace des contraintes.

Sur le plan environnemental, ces fibres présentent également des avantages notables : elles sont biodégradables et économiques, issues de ressources locales peu exploitées, ce qui renforce leur intérêt dans une optique de construction durable et de valorisation des plantes locales. Plusieurs

travaux récents ont démontré que leur incorporation dans une matrice minérale ou polymère permet d'améliorer les propriétés mécaniques (résistance à la flexion, module d'élasticité), de réduire la conductivité thermique et d'accroître la stabilité dimensionnelle des composites [9].

Ainsi, le développement d'un biocomposite à base de plâtre semi-hydrate et de fibres d'Agave americana s'inscrit dans une approche scientifique et industrielle visant à concevoir des matériaux éco-efficients, performants et à faible impact environnemental. Toutefois, la compréhension des comportements macroscopiques de ce type de matériau demeure encore partielle, notamment en ce qui concerne l'influence de la teneur en fibres, la distribution dans la matrice et la qualité de l'adhésion interfaciale. Ces paramètres déterminent directement la résistance, la rigidité, la porosité et la conductivité thermique du matériau final.

Le présent travail de recherche s'inscrit dans cette perspective et vise la caractérisation macroscopique d'un matériau biocomposite à caractère industriel, élaboré à partir d'un plâtre semi-hydraté et de fibres d'Agave americana. L'objectif principal, premièrement d'étudie le comportement mécaniques des fibres d'Agave se met a des efforts de traction et la variabilitées leur caractéristiques mécanques en fonction du diamètres, et deuxiément d'évaluer l'effet de la teneur en fibres sur les propriétés mécaniques (résistance à la compression et à la flexion, module d'élasticité) et thermiques (conductivité). Parallèlement, l'étude cherche à établir des corrélations entre la microstructure et les performances globales du matériau, afin d'identifier la formulation optimale répondant aux exigences de la construction moderne. Cette approche intégrée s'appuie sur des essais expérimentaux normalisés, des observations microstructurales et une analyse thermique approfondie, en vue d'une application industrielle durable et réaliste.

Dans une perpective globale, cette recherche contribue à la valorisation scientifique et industrielle des fibres naturelles locales et à la réduction de la dépendance aux matériaux synthétiques. Elle participe également à l'effort collectif visant à promouvoir des matériaux de construction durables, performants et respectueux de l'environnement, en accord avec les objectifs de la transition énergétique mondiale.

Cette thèse est articulée autour de trois grands chapitres complémentaires :

- Le premier chapitre présente le cadre conceptuel et l'état de l'art relatif aux matériaux biocomposites à caractère industriel. Il expose les principaux travaux de recherche antérieurs portant sur les composites à base de plâtre et de fibres naturelles, en insistant sur les mécanismes d'adhésion, les propriétés mécaniques et thermiques, ainsi que les approches de durabilité.
- Le deuxième chapitre est consacré à la caractérisation physico-chimique des constituants du biocomposite, à savoir le plâtre et les fibres d'Agave americana. Il met en évidence leurs

propriétés intrinsèques, leur compatibilité interfaciale et les interactions chimiques au sein du composite.

- Le troisième chapitre aborde la caractérisation macroscopique du biocomposite élaboré. Il présente les résultats des essais de compression, de flexion et de conductivité thermique, suivis d'une discussion approfondie sur l'influence de la teneur en fibres et de la microstructure sur les performances globales du matériau.
- Le mémoire s'achève par une conclusion générale, rassemblant l'ensemble des résultats obtenus, ainsi que les perspectives et recommandations pour des investigations futures permettant d'approfondir davantage cette thématique et d'élargir ses champs d'application.

Chapitre I :

Revue de la littérature

Chapitre 1: Revue de la littérature

1.1. Prise de conscience internationale pour la protection de l'environnement

La montée en puissance de la conscience environnementale à l'échelle mondiale résulte d'un enchaînement d'initiatives majeures ayant progressivement façonné les politiques de développement durable. Le processus débute en 1951 avec la publication par l'Union Internationale pour la Conservation de la Nature (UICN) de son premier rapport sur l'état de l'environnement mondial, posant ainsi les jalons d'une réflexion globale sur la dégradation des écosystèmes [10]. Cette prise de conscience s'intensifie en 1970 avec le rapport du Club de Rome, « Halte à la croissance », qui alerte sur les effets délétères d'une croissance économique et démographique illimitée, notamment sur les ressources naturelles, la pollution et la pression exercée sur les systèmes écologiques [11].

Un tournant décisif est franchi en 1972 lors de la Conférence des Nations Unies sur l'environnement à Stockholm, première conférence mondiale en la matière. Elle débouche sur la création du Programme des Nations Unies pour l'Environnement (PNUE), qui devient rapidement un acteur clé dans la coordination des politiques environnementales internationales [10]. Cette dynamique se poursuit en 1980, lorsque l'UICN introduit le concept de « développement durable » dans son rapport sur la Stratégie mondiale de la conservation, définissant une nouvelle approche conciliant impératifs environnementaux et développement économique [12].

Le concept de développement durable atteint sa reconnaissance institutionnelle en 1987 avec la publication du rapport Brundtland, « Notre avenir à tous », qui en donne la définition désormais classique : « un développement qui répond aux besoins du présent sans compromettre la capacité des générations futures à répondre aux leurs ». Cette vision intégrée du développement et de l'environnement s'impose comme une référence lors du Sommet de la Terre de Rio en 1992, où plusieurs textes fondateurs sont adoptés, dont l'Agenda 21, la Déclaration de Rio, et deux conventions internationales sur le changement climatique et la biodiversité [13].

La dynamique se concrétise davantage en 1997 avec la signature du Protocole de Kyoto, qui engage les pays industrialisés à réduire leurs émissions de gaz à effet de serre de 5 % par rapport aux niveaux de 1990 [14]. Ces jalons historiques témoignent de l'évolution graduelle d'une conscience écologique globale, qui s'est traduite par des engagements concrets à l'échelle internationale.

Dans ce contexte, le secteur de la construction émerge comme un domaine stratégique prioritaire, représentant à lui seul environ 40 % de la consommation énergétique mondiale et contribuant à près de 50 % des émissions globales de CO_2 [15] [16]. L'introduction de matériaux biosourcés, renouvelables ou à faible empreinte carbone**,** tels que les fibres végétales, la terre crue ou encore le

plâtre renforcé par des fibres naturelles, s'inscrit pleinement dans cette transition écologique [17], [18]. Ces matériaux constituent une solution durable visant à minimiser l'empreinte environnementale des constructions, tout en optimisant leurs performances thermiques et acoustiques et en contribuant à la préservation de la qualité de l'air intérieur.

1.2. Impact du plâtre sur l'environnement

L'extraction du gypse naturel, principale matière première utilisée dans la fabrication du plâtre, s'effectue généralement en carrière, générant des émissions de poussières et de gaz. Par ailleurs, les déchets issus du processus de production sont souvent stockés, traités, puis rejetés dans l'environnement. Cette situation soulève des interrogations quant à l'impact environnemental du plâtre. Pour y répondre de manière rigoureuse, il est nécessaire d'examiner l'ensemble du cycle de vie de ce matériau. Plusieurs études, notamment celles menées par des professionnels du secteur, apportent des éléments de réflexion à ce sujet, dont nous présentons un aperçu ci-après

1.2.1. Fabrication du plâtre

La fabrication du plâtre commence par l'extraction du gypse, réalisée soit à ciel ouvert, soit en galeries souterraines. L'extraction souterraine, utilisée lorsque les couches de recouvrement sont importantes ou que le site est protégé, repose sur la méthode des chambres et piliers abandonnés, bien que cette technique soit de moins en moins courante en raison de son faible rendement. L'extraction à ciel ouvert, plus répandue, permet de récupérer la totalité du gypse, mais elle est sensible aux conditions climatiques.

Une fois extrait, le gypse est concassé afin de réduire sa taille à des fragments inférieurs à 100 mm, facilitant ainsi son transport et sa manipulation. Il peut également être séché selon les besoins du procédé de cuisson. Ensuite, le gypse est introduit dans des fours où il subit une cuisson qui peut s'effectuer selon deux procédés : la voie sèche, utilisée pour produire du plâtre β, et la voie humide, destinée à la production de plâtre α.

Après la cuisson, la matière est broyée, mélangée et enrichie par des adjuvants afin d'obtenir des propriétés spécifiques telles que la fluidité, le temps de prise ou l'expansion. Des contrôles de qualité sont effectués tout au long du processus, depuis l'extraction jusqu'à l'élaboration du produit fini, pour garantir la conformité du plâtre aux exigences techniques et commerciales [19].

Le gypse, en raison de l'abondance de ses gisements à travers le monde, n'est pas considéré comme une ressource non renouvelable. En 2024, les données de production mondiale confirment cette disponibilité : les États-Unis se positionnent comme premier producteur avec 22 millions de tonnes

extraites, suivis par l'Iran avec 16 millions de tonnes. L'Algérie, quant à elle, occupe la 15e place avec une production estimée à 2,5 millions de tonnes [20].

Par ailleurs, la fabrication du plâtre ne repose pas uniquement sur le gypse naturel. Le recours au gypse synthétique ainsi qu'aux matériaux recyclés constitue une alternative pertinente, permettant de réduire de manière significative l'exploitation des ressources naturelles. Cette approche contribue également à rendre le secteur plus durable. En termes d'impact environnemental, l'industrie du plâtre présente une empreinte carbone nettement inférieure à celle d'autres filières industrielles telles que la chimie, la sidérurgie ou la fabrication du verre, ce qui renforce son attractivité dans une perspective de développement durable.

1.2.2. Utilisation du plâtre

L'utilisation du plâtre (gypse) remonte à la période néolithique, notamment en Iran, à Chypre et en Égypte, où il servait comme mortier ou enduit. Il fut aussi utilisé à Harappa (actuel Pakistan) pour la décoration de céramiques. Dans l'Égypte ancienne, il servait à réparer des objets, mouler des statues, ou comme pigment. Durant la Renaissance italienne, le plâtre fut largement employé pour créer des reliefs religieux (notamment dans les ateliers de Donatello et Ghiberti), ou comme sous-couche pour la peinture (notamment le Gesso Sottile, un plâtre raffiné mêlé à de la colle animale). En Perse, l'usage décoratif du plâtre atteint un haut niveau, en particulier avec le Gach-e Koshteh, un plâtre transformé sans ajout de colle, utilisé depuis l'époque islamique. Ce procédé est encore transmis oralement aujourd'hui. Contrairement aux matériaux comme le métal ou la céramique, le plâtre est difficile à analyser archéologiquement car ses formes brutes et transformées sont très similaires. Toutefois, on sait que la transformation de la bassanite en gypse s'effectue par dissolution et recristallisation, ce qui permet de modifier la microstructure du matériau et donc ses propriétés de surface [21].

Jusqu'aujourduits, le plâtre présente une grande diversité d'usages dans le domaine de la construction et de l'aménagement intérieur. Il est couramment utilisé pour la réalisation de cloisons de distribution ou de séparation entre les logements, ainsi que pour les plafonds et le doublage des murs. Grâce à ses propriétés acoustiques, il contribue efficacement à l'atténuation des bruits d'impact et des nuisances sonores aériennes, ce qui le rend particulièrement adapté à des environnements tels que les salles de cinéma, les aéroports, les studios d'enregistrement ou encore les établissements hospitaliers. Sur le plan esthétiue, le plâtre se distingue par sa capacité à être moulé dans des formes variées et à accepter différents types de finitions, ce qui en fait un matériau privilégié pour la décoration intérieure. Par ailleurs, sa perméabilité à la vapeur d'eau lui confère une fonction de régulation hygrométrique : il absorbe l'humidité ambiante en période de chaleur et la restitue en période froide, contribuant ainsi à un meilleur confort intérieur. Associé à des matériaux isolants tels que le polystyrène expansé, la

laine minérale ou encore des films chauffants intégrés aux plafonds, le plâtre participe également à l'amélioration des performances thermiques des bâtiments. En matière de sécurité, le plâtre sous forme de semihydrate a été classé A1, c'est-à-dire sans contribution au feu, par la décision de la Commission Européenne du 4 octobre 1996, ce qui renforce son intérêt dans les constructions exigeant des normes élevées de protection contre les incendies [19].

1.2.3. Mise en décharge, le recyclage et le traitement des déchets

Dans le cadre de la transition écologique et de l'économie circulaire, la valorisation des matériaux de construction devient un levier essentiel pour réduire l'empreinte environnementale du secteur du bâtiment. Le plâtre, matériau minéral largement utilisé pour ses qualités isolantes et esthétiques, se distingue par son caractère entièrement recyclable sans altération de sa composition chimique, ce qui en fait un acteur stratégique dans cette dynamique [22] [23].

Selon un communiqué du Syndicat National des Industries du Plâtre, malgré un contexte économique difficile, le secteur français du plâtre a enregistré en 2024 205426 tonnes de déchets recyclés**,** soit 34,2 % du gisement total, franchissant ainsi le seuil symbolique des 200000 tonnes. Depuis la mise en œuvre de la charte de gestion des déchets en 2008, plus de 1,48 million de tonnes de plâtre ont été valorisées, et le carton utilisé dans les plaques de plâtre provient à 100 % de matières recyclées [24].

Bien que le plâtre soit couramment perçu comme un matériau inoffensif, il n'est pas classé comme un déchet inerte au sens strict. En décharge, en présence d'humidité et de matières organiques, le gypse ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) peut subir une réduction bactérienne, générant du sulfure d'hydrogène (H_2S)**,** un gaz toxique et corrosif [22] [25]. Ce comportement chimique diffère fondamentalement de celui des déchets inertes (béton, briques), qui ne subissent pas de transformations significatives. Cette réactivité du plâtre pose des défis en matière de gestion des déchets, notamment en termes de pollution potentielle des sols et des eaux lorsqu'il est éliminé sans précaution.

Malgré ces contraintes, le plâtre présente un fort potentiel de valorisation, sous réserve d'un traitement rigoureux. Il peut être recyclé à 100 % et réintroduit dans le processus de fabrication en tant que matière secondaire, contribuant à la réduction de l'extraction du gypse naturel et des émissions de CO_2 [22] [23]. Des usages alternatifs sont également envisageables, notamment dans la fabrication de sous-couches routières ou comme matériaux de remplissage, à condition que des analyses environnementales valident l'absence de risques de pollution [26].

Le processus de valorisation comprend plusieurs étapes techniques : tri, broyage, séparation des impuretés, régénération du gypse**.** La poudre obtenue est ensuite mélangée au gypse vierge pour

produire de nouveaux matériaux. Ce schéma circulaire permet non seulement de préserver les ressources naturelles**,** mais aussi de réduire significativement l'impact environnemental du secteur.

En France, le secteur du BTP génère 224 millions de tonnes de déchets, dont environ 91000 tonnes de plâtre sont recyclées annuellement. Un objectif ambitieux de 250000 tonnes a été fixé pour l'année 2020, témoignant de l'engagement des pouvoirs publics et des industriels [27].

En résumé, bien que le plâtre ne soit pas considéré comme un déchet inerte, sa recyclabilité totale et ses applications alternatives validées font de lui un matériau stratégique pour une construction durable**.** L'avenir de cette filière repose sur l'amélioration des technologies de traitement, l'élargissement des partenariats industriels, et la sensibilisation des acteurs du BTP à l'importance du tri à la source.

1.2.4. Bilan d'impacts environnementaux d'un exemple de produit de plâtre

Dans le cadre de l'analyse de cycle de vie de l'Unité Fonctionnelle (UF) « réaliser une fonction de cloison de distribution sur 1 m^2 de mur, pendant une annuité, en assurant les performances prescrites du produit », l'exemple de produit de plâtre de la société française Lafarge, le carreau de plâtre «Caroplatre standard 5 », a fait l'objet d'une étude. Les résultats de cette analyse sont présentés dans le Tableau 1-1 [28]. La durée de vie typique (DVT) de ce matériau est de 50 ans.

Tableau 1-1 :Indicateurs d'impacts environnementaux du « Caroplatre standard 5 » de Lafarge.

		Unités	Valeur totale cycle de vie/UF par annuité	Valeur totale cycle de vie/UF pour toute la DVT
1	Consommation de ressources énergétiques			
	Energie primaire totale	(MJ)	3,540E+000	1,770E+002
	Energie renouvelable	(MJ)	1,486E-001	7,430E+000
	Energie non renouvelable	(MJ)	3,400E+000	1,700E+002
	Energie primaire procédé	(MJ)	3,160E-000	1,580E+002
2	Epuisement des ressources	(kg eq. Antimoine)	1,238E-003	6,190E-002
3	Consommation d'eau totale	(L)	8,180E+001	4,090E+001
4	Déchets solides			
	Déchets valorisés (total)	(kg)	1,892E-002	9,460E+001
	Déchets éliminés			
	Déchets dangereux	(kg)	6,620E-004	3,310E-002
	Déchets non dangereux	(kg)	9,960E-001	9,980E+001
	Déchets inertes	(kg)	1,725E-003	8,630E-002
	Déchets radioactifs	(kg)	1,336E-005	6,680E-004
5	Changement climatique	(kg eq.CO_2)	1,784E-001	8,920E+000
6	Acidification atmosphérique	(kg eq. SO_2)	4,452E+004	2,226E-002
7	Pollution de l'air	(m^3 d'air)	1,915E+001	9,573E+002
8	Pollution de l'eau	(m^3 d'eau)	3,700E-001	1,850E+001
9	Destruction de la couche d'ozone stratosphérique	(kg eq. CFC)	0,000E+000	0,000E+000

10	Formation d'ozone photochimique	(kg eq. Ethylène)	9,060E-005	4,530E-003
	Indicateur optionnel			
	Eutrophisation	(kg eq. PO43-)	6,404-E002	3,202E+000

Les résultats présentés dans le Tableau 1-1 indiquent que l'analyse du cycle de vie du plâtre met en évidence son absence de radioactivité significative, son impact nul sur la dégradation de la couche d'ozone, ainsi qu'un très faible niveau de pollution et une production négligeable de déchets dangereux.

1.3. Matériaux Composite : état de l'art

1.3.1. Généralités sur les matériaux composites

1.3.1.1. Définition des matériaux composites

Les matériaux composites sont des matériaux solides, inhomogènes et anistropes, constitués d'au moins deux éléments aux propriétés distinctes, mais complémentaires, dont l'association permet d'atteindre des caractéristiques qui ne pourraient être obtenues avec un matériau homogène à l'échelle macroscopique. Le renfort, habituellement constitué de fibres, remplit un rôle crucial en offrant un soutien aux charges mécaniques, en restreignant les contraintes thermiques et en garantissant la rigidité ainsi que la résistance globale du composite. La matrice, quant à elle, remplit deux fonctions principales : d'une part, elle enrobe le renfort, ce qui le protège des agressions extérieures, et d'autre part, elle assure la transmission des efforts mécaniques vers les fibres par l'intermédiaire d'une interface efficace entre les deux phases [8].

1.3.1.2. Principes directeurs pour l'élaboration des matériaux composites

Les performances d'un matériau composite résultent en général des propriétés des matériaux constituants, de leur distribution géométrique, de leurs interactions, etc. Un composite peut donc se caractériser par la nature et les propriétés de ses constituants, par la géométrie et la distribution du renfort ainsi que par la nature de l'interface matrice renfort. Le renfort est caractérisé par sa forme, sa taille, sa concentration, sa disposition ou orientation, etc. Cette concentration se mesure en général par la fraction volumique ou par la fraction massique. La conception d'un matériau composite exige donc de prendre en considération ces caractéristiques en fonction du cahier des charges et, d'appréhender la nature du contact entre la matrice et la fibre.

a. Géométrie du renfort

- **Forme et taille du renfort**

Les renforts utilisés dans les matériaux composites se présentent sous diverses formes, chacune influant significativement sur les propriétés mécaniques et fonctionnelles du matériau final. Leur sélection revêt une importance capitale dans la conception de matériaux composites adaptés à des applications spécifiques [29].

Renforts de forme linéique :

Les fibres de forme linéique ont un diamètre de l'ordre de quelques micromètres, ce qui les rend peu manipulables individuellement. Pour pallier cette contrainte, elles sont regroupées sous forme de fils continus ou discontinus, souvent organisés en mèches. Ce conditionnement permet leur incorporation efficace dans une matrice et facilite leur mise en œuvre [30].

Renfort de forme surfacique :

Les fils et mèches peuvent être assemblés pour former des structures surfaciques (Figure 1-1) telles que les mats, tissus ou rubans :

– Les mats sont des nappes de fibres continues ou discontinues, sans orientation préférentielle dans le plan. Ils offrent ainsi des propriétés mécaniques relativement isotropes [31].

– Les tissus (Figure 1-2)sont obtenus par tissage, et comprennent deux ensembles : la chaîne (fils longitudinaux) et la trame (fils transversaux). Le mode d'entrecroisement des fils, appelé *armure*, peut prendre la forme de toile (taffetas), sergé, satin, etc. [32]. Une variante est l'armure unidirectionnelle, où la majorité des fibres sont orientées selon une seule direction (chaîne ou trame), maintenues par un fil de liaison fin, dont la contribution mécanique est négligeable.

Les performances mécaniques des tissus dépendent fortement du type de fibres utilisées, du schéma d'armure et de la contexture, c'est-à-dire de la densité de fils dans les deux directions [33].

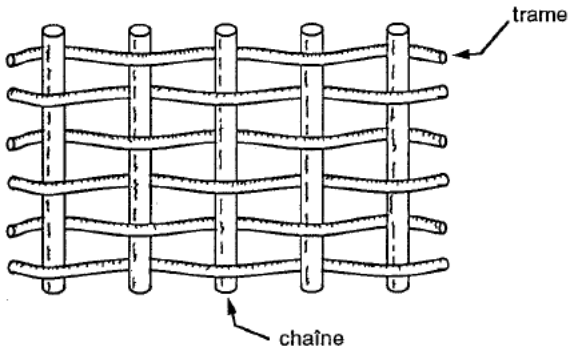


Figure 1-1 : Structure d'un tissu

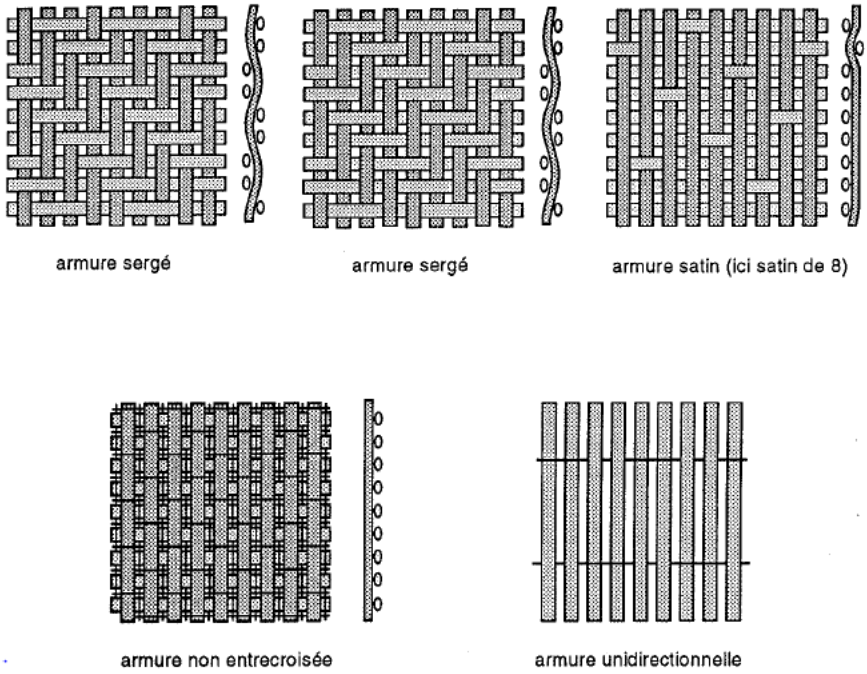


Figure 1-2 : Types d'armure de tissage d'un tissu.

Renforts tissés multidimensionnels

Pour améliorer la performance des composites dans des sollicitations tridimensionnelles, des structures tissées volumique ont été développées Figure 1-3 1.3.1.2 (Figure 1-3). Ces renforts multidirectionnels assurent une meilleure cohésion interlaminaire et une résistance accrue aux délaminages, ce qui est essentiel dans les applications aéronautiques et spatiales [34].

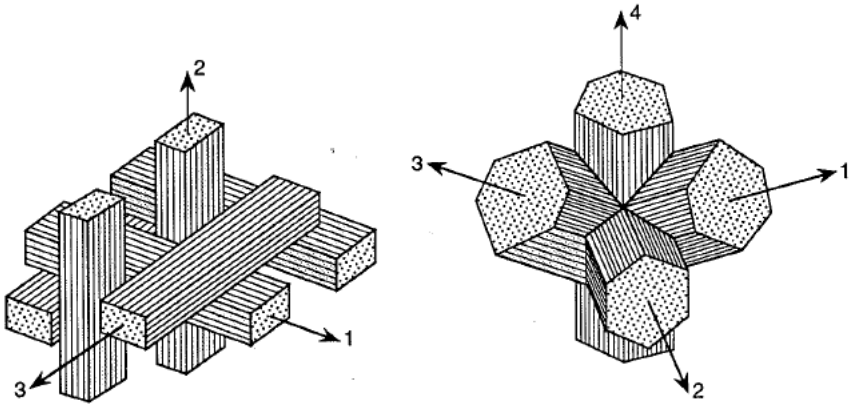


Figure 1-3 : Types de tissages volumiques.

- **Fraction volumique ou massique**

La fraction volumique ou massique correspond à la proportion relative des constituants principaux d'un matériau composite, à savoir la matrice et le renfort. Cette grandeur est un paramètre essentiel pour la caractérisation des propriétés mécaniques du composite, notamment en ce qui concerne sa rigidité, sa résistance et son comportement global sous sollicitation. Dans le cadre de la modélisation

analytique, la fraction massique constitue un outil courant pour la description et la prévision du comportement mécanique des matériaux composites. Cette approche méthodique permet notamment d'évaluer les propriétés physiques du matériau composite en fonction des caractéristiques intrinsèques de ses constituants élémentaires.

Selon Berthelot (2005) [35], pour un composite composé de *n* constituants, la fraction massique P_i du constituant *i* se définit par l'expression suivante :

$$P_i = \frac{\rho_i V_i}{\rho_c} \tag{1-1}$$

avec ρ_i la masse volumique de l'élémént i, ρ_c la masse volumique du composite et V_i la fraction volumique de l'élément *i*.

- **Disposition des renforts**

La disposition des fibres dans un matériau composite influe considérablement sur ses propriétés mécaniques. Les fibres longues sont caractérisées par leur capacité à être orientées de manière indépendante dans une direction spécifique. Cette orientation peut se faire de façon rectiligne au sein de la matrice ou dans un plan singulier. Lorsqu'elles sont organisées selon une armure toile, avec une trame légère, on obtient alors un composite unidirectionnel, caractérisé par une excellente résistance dans le sens des fibres [35]. Lorsque les fibres sont orientées selon plusieurs directions dans un même plan, elles peuvent être agencées sous forme de tissus, utilisant différentes armures telles que le satin, le sergé, ou bien en structures tridimensionnelles (3D), qui améliorent l'isotropie du comportement mécanique du composite [36]. En outre, la superposition de plusieurs plans de fibres selon des orientations spécifiques est une pratique courante. Le matériau ainsi obtenu est alors qualifié de stratifié. Cette configuration permet d'optimiser les performances dans plusieurs directions, en fonction des sollicitations prévues. Dans le cas des fibres courtes, leur orientation est généralement aléatoire. Cette caractéristique peut avoir des conséquences sur l'efficacité du renforcement, notamment en termes de rigidité et de résistance à la traction. Comme l'ont souligné plusieurs travaux [37] [38] [39], cette distribution désordonnée limite la capacité du composite à transmettre les efforts de manière optimale.

b. Adhésion de la matrice sur la fibre

- **Importance de l'interface**

Lors de la mise en œuvre d'un matériau composite, la matrice vient enrober le renfort, établissant une zone de transition très mince, généralement comprise entre 20 et 100 nanomètres, disposée

concentriquement autour de la fibre. Cette phase, désignée par le terme « interphase », se forme chimiquement à partir d'un ou de plusieurs constituants du composite au cours du processus d'élaboration. Les surfaces délimitant cette interphase avec la matrice d'un côté et la fibre de l'autre sont désignées comme des interfaces. Dans le cadre de la compréhension des propriétés mécaniques et physicochimiques du composite, l'étude de l'interphase/interface revêt une importance capitale, car elle correspond à l'élément déterminant de l'interface fibre/matrice. La qualité de cette liaison fibre/matrice est un facteur déterminant dans l'efficacité du transfert de contraintes au sein du matériau [40]. Cette interaction peut être de nature mécanique, impliquant l'ancrage par rugosité ou forme, ou chimique, incluant des liaisons covalentes ou des ponts hydrogène, entre autres. L'optimisation de ce procédé repose sur deux principes fondamentaux : la compatibilité naturelle entre les constituants et la préparation spécifique des fibres avant leur incorporation dans la matrice [41]. Selon les travaux de R. Ntenga (2007), il existe plusieurs techniques permettant d'améliorer l'adhésion interfaciale. Ces techniques peuvent être classées en deux catégories : les traitements chimiques, physiques ou par plasma, qui visent à accroître la réactivité de surface des fibres végétales utilisées comme renfort [42]. L'élaboration efficace d'un composite nécessite ainsi d'évaluer l'intégrité de la liaison fibre/matrice, tant du point de vue physicochimique que mécanique. Cette évaluation s'effectue par la mesure de la force d'adhésion entre les deux constituants. Cette mesure est généralement effectuée à l'aide de tests micromécaniques spécialisés, tels que les tests d'arrachement ou d'interface.

- **Techniques de mesure de la contrainte de décohésion**

Dans le cadre de l'évaluation des propriétés interfaciales des matériaux composites, plusieurs méthodes micromécaniques sont employées pour caractériser la résistance de l'interface fibre/matrice (Figure 1-4). Parmi les essais de traction, l'essai d'arrachement, également désigné par l'acronyme « Pull-Out Test », se distingue par sa prévalence. Cette approche méthodique implique la mesure de la force requise pour l'extraction d'une fibre unique de sa matrice. Cette méthode permet ainsi de déterminer la résistance au cisaillement interfacial (IFSS).

Cependant, cette approche est sensible aux singularités de contrainte aux extrémités de l'interface, ce qui peut compromettre la fiabilité des résultats si ces effets ne sont pas correctement pris en compte[43] [44]. Les essais de micro-traction et de micro-compression permettent quant à eux de caractériser le comportement mécanique à l'échelle microscopique. L'essai de micro-traction est une technique expérimentale permettant l'analyse des propriétés en traction, incluant la déformation plastique et le module de Young, particulièrement dans le contexte des nanostructures. En revanche, l'essai de micro-compression permet d'observer le comportement du matériau sous contrainte de

compression. L'essai de fragmentation, quant à lui, s'appuie sur le chargement progressif d'une fibre unique insérée dans une matrice jusqu'à sa fragmentation. En fin, le test d'indentation, quant à lui, fait appel à un pénétrateur contrôlé afin d'évaluer les propriétés mécaniques locales, telles que le module d'élasticité ou la résistance interfaciale. Cette méthode s'avère particulièrement adaptée aux matériaux mous ou aux géométries irrégulières. Lorsque les modèles et facteurs correctifs appropriés sont appliqués, les résultats obtenus par indentation peuvent être comparables à ceux des essais de compression. Bien que cette méthode soit sensible à la géométrie de l'échantillon et aux effets de bord, il est possible d'améliorer sa précision par le biais de corrections. Cette approche méthodologique est également employée pour caractériser les propriétés mécaniques régionales et dynamiques, notamment dans les tissus biologiques [44].

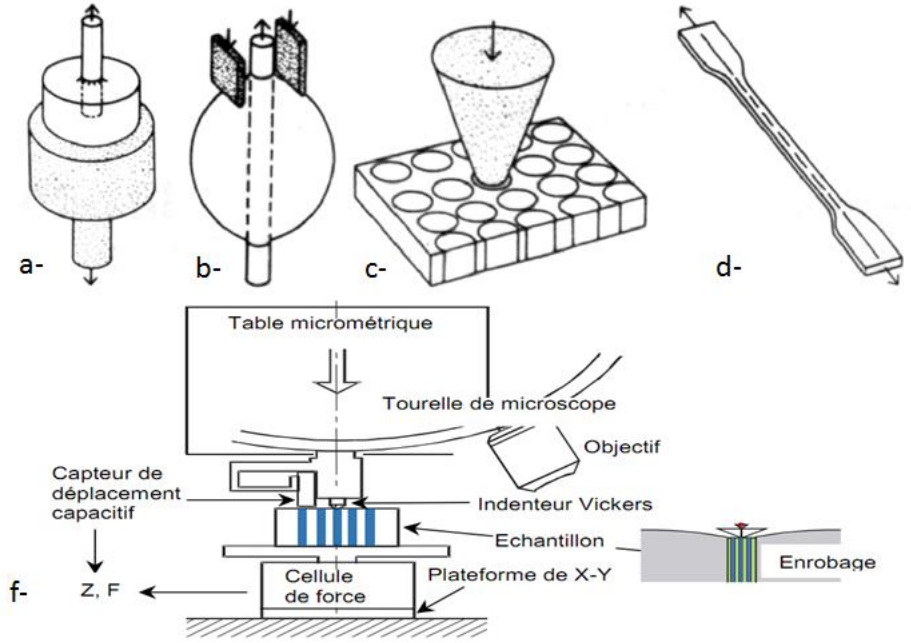


Figure 1-4 : Essais micro mécaniques de mesure de la résistance à l'interface fibre matrice : a- essai pull out, b- micro tension, c- micro compression, d- de fragmentation, f- test d'indentation.

- **Modèles utilisés**

Plusieurs approches théoriques ont été proposées pour l'évaluation des performances mécaniques de l'interface fibre/matrice. Parmi les plus reconnues, on trouve la théorie du "shear-lag", qui permet d'estimer la distribution des contraintes de cisaillement le long de l'interface. D'autres méthodes incluent la méthode de la Contrainte Moyenne à la Rupture de l'Interface par Cisaillement (CRIC), qui propose une approche simplifiée fondée sur l'hypothèse d'une répartition uniforme des contraintes, ainsi que le modèle de Greszczuk, utilisé pour l'analyse des critères de rupture basés sur les contraintes maximales. En complément, des modèles à base énergétique ont été développés, notamment ceux de Piggot, ainsi que de Penn et Lee, qui considèrent la rupture de l'interface comme un phénomène gouverné par la libération d'énergie. Enfin, le modèle micromécanique de Scheer et

Nairn propose une description plus fine du comportement interfacial à l'échelle de la fibre [45]. Dans le cadre des essais de déchaussement, l'estimation de la contrainte interfaciale apparente de cisaillement est généralement fonction du rayon r de la fibre et de la longueur l de son enchâssement dans la matrice, cette relation étant largement employée pour quantifier l'adhérence interfaciale [46], siot :

$$\tau_{app} = \frac{F_{max}}{2\pi r l} \tag{1-2}$$

avec F_{Max}, la force maximale atteinte pendant l'essai.

Dans le cadre de l'essai d'indentation, l'évaluation de la contrainte de cisaillement interfaciale s'appuie sur une analyse faisant intervenir des paramètres mécaniques et géométriques spécifiques à la fibre. La contrainte en question est déterminée en fonction de plusieurs paramètres : le déplacement U de l'extrémité de la fibre, le rayon r de celle-ci, le module d'élasticité E_f de la fibre, ainsi que la force F appliquée lors de l'essai. Cette approche a été notamment développée dans les travaux de Kaflou [47]. On a :

$$\tau = \frac{F^2}{4\pi^2 r_f^2 E_f U} \tag{1-3}$$

Cette propriété est également évaluée par l'essai de fragmentation [48], à l'aide de la contrainte critique σ_{crit} , de la densité de fissures à saturation δ_{sat} , de l'épaisseur de l'éprouvette e_c, et du module d'élasticité du composite E_c comme suit :

$$\tau = 1{,}337 e_c E_c \sigma_{crit} \delta_{sat} \tag{1-4}$$

La contrainte de cisaillement interfaciale peut être également s'exprimer en fonction de la longueur critique des fragments de fibre l_c, de la contrainte de la fibre σ_f et de son rayon r [28] comme suit:

$$\tau = \frac{3\sigma_f r}{4 l_c} \tag{1-5}$$

C. Bonnafous et al (2011). appliquent l'approche en contrainte de Kelly-Tyson pour estimer la contrainte apparente de cisaillement interfacial (IFSS), en la reliant au diamètre Φ de la fibre, à sa longueur critique l_c, et à la contrainte à rupture $\sigma_f(l_c)$ [49].

$$IFSS = \frac{\Phi \sigma_f(l_c)}{2 l_c} \tag{1-6}$$

➢ **Interaction entre constituants**

Il est communément admis que les performances mécaniques d'un composite sont étroitement liées à la qualité de l'adhésion fibre/matrice, comme en attestent les nombreuses études consacrées à ce sujet. Cette interaction est de nature physico-chimique. Comme le démontrent J.L. Stapper et al (2021), l'environnement alcalin du ciment a une incidence sur la dégradation des hémicelluloses des fibres de coir [50]. Cette dégradation se traduit par une augmentation de la rugosité des fibres et par une amélioration de l'adhésion, qui est favorisée par la fixation d'ions calcium. D'autres chercheurs, à l'instar de Mohammed Mohammed et al. (2022), préconisent l'application de traitements de surface afin d'optimiser cette compatibilité [51]. En outre, Merve Sönmez Tuğluca et al. (2023) met en exergue que la rugosité des fibres de bois favorise l'accrochage avec le plâtre, et qu'un traitement adéquat permet d'optimiser cette adhésion [52].

1.3.1.3. Classification des matériaux composites

a. Selon la nature des constituants

Les matériaux composites sont principalement classés en fonction de la nature chimique de leur matrice. Cette matrice est le facteur déterminant de leurs propriétés fondamentales, ainsi que de leurs domaines d'application.

Dans le secteur industriel, les composites à matrice polymère (CMP) sont les plus répandus. Ces matériaux se distinguent par leur faible densité et leur résistance notable à la corrosion. Ces propriétés les rendent particulièrement adaptés aux industries de l'aéronautique, de l'automobile et du sport. Cependant, leur efficacité est restreinte à des températures élevées.

Les composites à matrice métallique (CMM) présentent des avantages notables en termes de résistance mécanique et de propriétés thermiques par rapport aux CMP. Ces matériaux sont principalement utilisés dans des environnements exigeants, notamment dans les secteurs de l'automobile et de l'aéronautique. Cependant, il convient de noter que ces éléments présentent une masse plus importante et peuvent être sujets à la corrosion.

Les composites à matrice céramique (CMC) se distinguent par leur capacité à résister à des conditions extrêmes en termes de température et d'usure. Cette propriété les positionne comme des matériaux de choix pour des applications de haute technologie, telles que les moteurs de turbines, le secteur spatial ou encore le domaine militaire. Cependant, leur fragilité et leur coût élevé restreignent leur utilisation à des domaines d'application très spécialisés.

Cette classification met en exergue l'importance cruciale du choix de la matrice dans la conception des composites, en fonction des contraintes spécifiques à chaque domaine d'utilisation.

b. Selon la forme des constituants

Les matériaux composites sont aussi classées en fonction de la forme des constituants en deux groupes: les matériaux composites à particules ou à fibres.

- **Matériaux composites à particules**

Les composites à renfort particule se caractérisent par l'intégration de particules rigides dans une matrice, dans le but d'améliorer certaines propriétés spécifiques du matériau tout en réduisant son coût. Ces renforts ont pour effet d'accroître la rigidité, la résistance à l'usure et aux températures élevées, tout en réduisant le retrait dimensionnel. Le choix du système matrice/particules est étroitement lié aux propriétés ciblées. Par exemple, l'ajout de plomb dans des alliages de cuivre permet d'améliorer l'usinabilité ; de particules réfractaires telles que le tungstène, le molybdène ou le chrome dans une matrice métallique ductile accroît la tenue mécanique à haute température ; enfin, des particules élastomères dispersées dans une matrice polymère fragile renforcent la résistance aux chocs et à la rupture. Ce type de composite illustre ainsi la diversité des approches possibles pour adapter les performances d'un matériau aux exigences fonctionnelles d'une application donnée [53].

- **Matériaux composites à fibres**

Les matériaux composites à renfort fibreux se caractérisent par l'incorporation de fibres, qu'elles soient longues ou courtes, au sein d'une matrice. L'agencement et l'orientation de ces fibres sont des facteurs essentiels qui déterminent les propriétés mécaniques du matériau. La nature des constituants, leur proportion et leur orientation sont autant de paramètres modulables pour ajuster les caractéristiques mécaniques et physiques en fonction des exigences de performance. Cette grande flexibilité d'adaptation confère aux composites à fibres un intérêt particulier, tant sur le plan industriel que scientifique, ce qui explique l'importance croissante des recherches qui leur sont consacrées [28] [33] [45] [47].

1.3.1.4. Caractérisation de matériaux composites

Nous exposons dans ce paragraphe, les principales méthodes utilisées pour connaître ou prévoir le comportement qu'un matériau composite pourrait avoir en service lorsqu'il est soumis à des sollicitations mécaniques et thermiques.

a. Caractérisation mécanique

- **Essai de traction**

L'essai de traction est une méthode expérimentale permettant de déterminer les caractéristiques mécaniques d'un matériau. Il consiste à soumettre une éprouvette, dont la forme est normalisée, à un

effort de traction jusqu'à sa rupture. L'analyse des données recueillies permet d'établir une courbe contrainte-déformation, caractéristique du comportement mécanique du matériau testé. Cette courbe fournit des informations directes sur la loi de comportement du matériau et sur le mode de rupture. La Figure 1-5 présente trois formes typiques de courbes, chacune d'entre elles correspondant à un type de rupture spécifique.

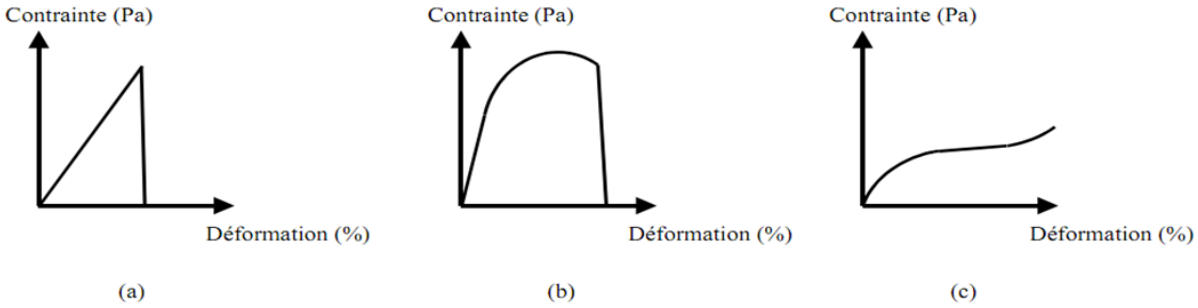


Figure 1-5 : Courbes représentatives des principaux types de comportement d'un matériau sollicité en traction uniaxiale : a- comportement fragile (fonte, verre), b- comportement ductile (acier doux), c- comportement élastique non linéaire (élastomère) [54].

Dans le premier cas, la rupture se produit dans la zone élastique linéaire du matériau. Autrement dit, la rupture se manifeste avant toute déformation plastique. Ce comportement est typique de matériaux tels que la fonte, certains aciers fortement alliés, le verre ou encore la céramique. Cette phase est communément régie par la loi de Hooke (1-7), laquelle établit une relation linéaire entre la contrainte σ, le module d'élasticité E et la déformation ε :

$$\sigma = E\varepsilon \tag{1-7}$$

Dans le second cas, le matériau présente initialement un comportement élastique linéaire, suivi d'une phase de transition marquée par une déformation plastique irréversible. La rupture se manifeste lorsque la contrainte dépasse la limite d'élasticité, marquant ainsi la transition vers le domaine élastique. Ce type de comportement est typique des aciers faiblement alliés ainsi que des aciers inoxydables. Dans le troisième cas, le matériau manifeste un comportement élastique non linéaire, où la relation entre contrainte et déformation devient non proportionnelle dès les premières sollicitations. Cette propriété est communément observée dans les élastomères et certains polymères.

La courbe de traction, illustrant la relation entre la contrainte appliquée (σ) et la déformation induite (ε), constitue un outil fondamental pour l'analyse du comportement mécanique des matériaux. Elle permet d'identifier plusieurs grandeurs caractéristiques, qui décrivent les différentes phases de réponse du matériau à une sollicitation uniaxiale. Premièrement, le module d'élasticité *E*, correspond à la pente de la phase initiale linéaire de la courbe. Il exprime la rigidité du matériau, autrement dit, sa capacité à résister à une déformation élastique. Plus la pente est élevée, plus le matériau est rigide.

Ensuite, la limite d'élasticité R_e désigne la contrainte maximale que peut supporter un matériau tout en conservant une déformation réversible. Au-delà de ce seuil, le matériau entre dans une phase de déformation plastique, qui correspond à une modification permanente de sa forme ou de ses dimensions, même après suppression de la charge mécanique. Ce phénomène traduit une transformation irréversible de la structure interne du matériau. Lorsque la sollicitation continue à augmenter, la contrainte atteint une valeur maximale, appelée résistance maximale à la traction R_m. Cette grandeur représente la contrainte nominale la plus élevée que l'éprouvette puisse supporter avant de commencer à se fissurer ou à se rompre. Elle constitue donc un indicateur clé de la résistance mécanique ultime du matériau. Enfin, au moment de la rupture, le matériau présente une déformation à la rupture ε_r, qui exprime l'allongement relatif total atteint juste avant la séparation complète. Cette grandeur est particulièrement importante pour évaluer la ductilité du matériau, c'est-à-dire sa capacité à se déformer plastiquement avant de rompre. Elle est généralement calculée à partir de la relation suivante :

$$\varepsilon_r = 100\frac{l - l_0}{l_0} \tag{1-8}$$

où l_0 est la longueur initiale de l'éprouvette et l sa longueur après rupture.

- **Essai de flexion**

La Figure 1-6 illustre le principe de l'essai de flexion trois points, une méthode couramment utilisée, en particulier pour la caractérisation des matériaux fragiles.

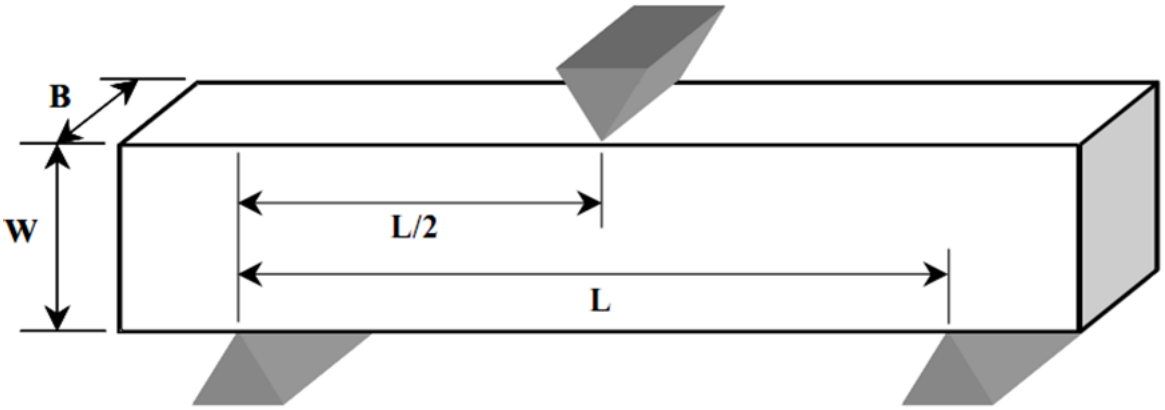


Figure 1-6 : Schéma de principe de l'essai de flexion 3 points.

La courbe force/déplacement qui résulte de cet essai permet de calculer la contrainte maximale à la rupture σ_{max} sur la face en tension en fonction de la charge P, soit :

$$\sigma_{max} = \frac{3PL}{2BW^2} \quad (1\text{-}9)$$

La relation (1-10 permet de calculer la déformation à la rupture puis, la flèche maximale V_c au centre de la poutre s'exprime par la relation suivante :

$$V_c = \frac{PL^3}{4EBW^3} \quad (1\text{-}10)$$

où E est le module d'Young du matériau.

- **Essai de compression**

L'essai consiste à appliquer deux forces axiales opposées sur une éprouvette afin d'évaluer ses propriétés mécaniques. Il est couramment utilisé pour les matériaux fragiles en substitution à l'essai de traction, permettant de déterminer la contrainte de rupture et le module d'élasticité. Toutefois, certaines précautions sont nécessaires pour éviter des biais dus au flambage ou aux frottements. Le flambage, causé par une instabilité de l'éprouvette sous contrainte, peut être évité en respectant un rapport hauteur/diamètre (h/d) inférieur à 3. Quant aux frottements entre les plateaux de compression et les extrémités de l'éprouvette, ils peuvent empêcher une déformation homogène du matériau. Il est donc essentiel de minimiser ces frottements autant que possible. La Figure 1-7 [55] illustre le principe de l'essai ainsi que les effets perturbateurs à éviter pour garantir des résultats fiables.

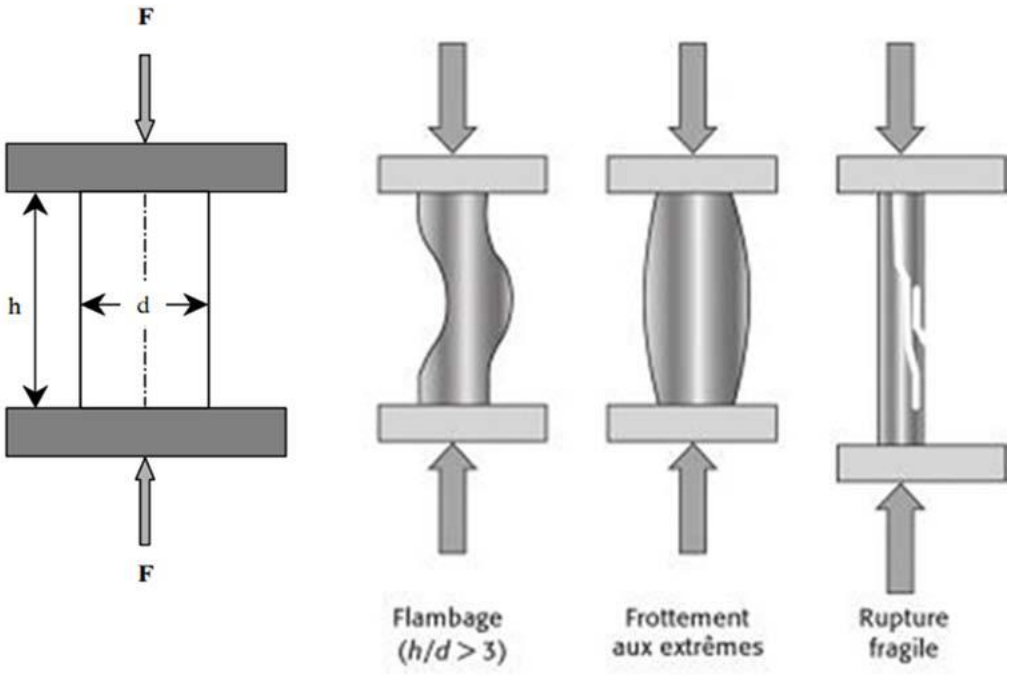


Figure 1-7 : Schéma de principe de l'essai de compression et les phénomènes observables

Les courbes obtenues sont similaires à celles de la traction (Figure 1-8) [55] et le mode de rupture est généralement fragile.

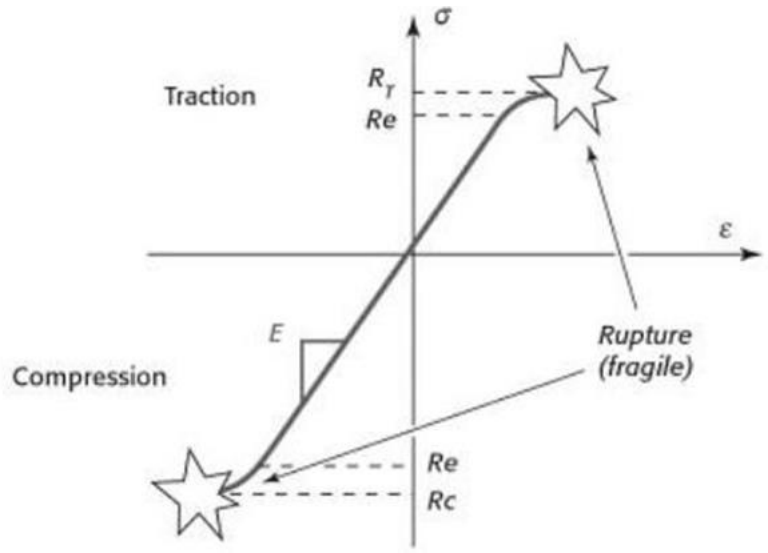


Figure 1-8 : Exemple de courbe de compression tracée à l'inverse par comparaison à celle de traction.

- **Ténacité**

L'étude des contraintes à la rupture révèle une forte dispersion, liée à la nature statistique des défauts présents dans le matériau. Pour limiter cette variabilité, une entaille de géométrie définie est introduite afin de provoquer l'amorçage contrôlé d'une fissure. La résistance du matériau à cette fissuration est caractérisée par la ténacité, un paramètre représentant le facteur d'intensité de contraintes critique nécessaire pour initier la rupture. Cette valeur est considérée comme indépendante du volume de l'échantillon. En cas de propagation de fissures en mode I sous flexion, la ténacité K_{IC} peut être calculée à l'aide d'une relation spécifique suivantes:

$$K_{IC} = \sigma_R \sqrt{\pi a}.\, Y\left(\frac{a}{W}\right) \qquad (1\text{-}11)$$

Avec : a l'allongement de l'entaille, W l'hauteur de l'eprouvette, Y facteur de forme de l'eprouvette σ_R contrainte à la rupture.

Les résultats de Coquard (1992) en flexion 3 points révèlent l'influence de la taille et de l'entaille sur la ténacité (Tableau 1-2) :

Tableau 1-2 : Mesure de la ténasité en fonction de l'epaisseur de l'entaille en flexion trois points, platre pris gaché à E/P = 0,8 [56].

Epaisseur de l'entalle (mm)	1	0,4	0,2	Lame de resoir (50 à 100 µm)

Ténasité mesurée ($MPa.m^{1/2}$)	0,17 ±10%	0,15± 6%	0,14 ±5%	0,13 ±7%

Les entailles utilisées ne sont pas assez fine pour que la ténacité mesurée reflète fidèlement les propriétés intrinsèques du matériau. Une étude menée par Péronnet (1994) a permis d'obtenir une mesure de ténacité moins influencée par le volume de l'échantillon et la profondeur de l'entaille. En utilisant une entaille très fine réalisée avec une lame diamantée, une bonne reproductibilité des résultats a été obtenue, avec une ténacité moyenne de 0,12 $MPa \cdot m^{1/2}$ pour un plâtre gâché à E/P = 0,8. Cette valeur est parmi les plus faibles rapportées [57].

- **Propagation lente de fissure**

Dans le cadre de l'utilisation des matériaux, il est à noter que des ruptures différées peuvent survenir à des contraintes inférieures. Il convient de mentionner les cas de rupture brutale, qui sont le signe d'une propagation sous-critique des fissures. Dans le cadre des céramiques, cet effet est communément attribué à un phénomène de corrosion sous contrainte. Cette dernière correspond à l'action conjointe d'une contrainte mécanique et d'un environnement extérieur, induisant une rupture progressive des liaisons au fond des fissures. Le comportement du matériau face à la propagation des fissures est représenté par le diagramme vitesse-facteur d'intensité de contrainte (v-K_I). Maugis a proposé une autre interprétation du phénomène observé dans les verres et céramiques. Cette interprétation repose sur l'existence de mécanismes dissipatifs situés au fond des fissures. Ces mécanismes sont sensibles à la vitesse de propagation [58]. Le seuil critique du facteur d'intensité des contraintes, noté K_{I_0}, correspond à une valeur en deçà de laquelle aucune propagation est possible. Cette propriété est étroitement liée à l'énergie de surface du matériau, comme l'ont démontré des études approfondies sur des céramiques techniques telles que l'alumine et la zircone [59], ainsi que dans le mica, par l'intermédiaire de Wan [60]. Dans ces travaux, la relation entre K_{I0} et l'énergie de surface a été rigoureusement confirmée, apportant ainsi une validation supplémentaire à la théorie.

Dans le cadre de l'étude sur la propagation lente des fissures dans différentes atmosphères, Takatus [57] a mis en œuvre la méthode de double torsion pour analyser les résultats obtenus en atmosphères ambiante normale. Dans le cadre de cette étude, l'auteur a mis en œuvre une approche méthodique visant à induire un état de relaxation. Cette approche s'est articulée autour du suivi de la diminution de la charge, étroitement liée à la propagation de la fissure à déplacement constant. Le diagramme v-K_I correspondant à des échantillons de plâtre secs est illustré dans la Figure 1-9.

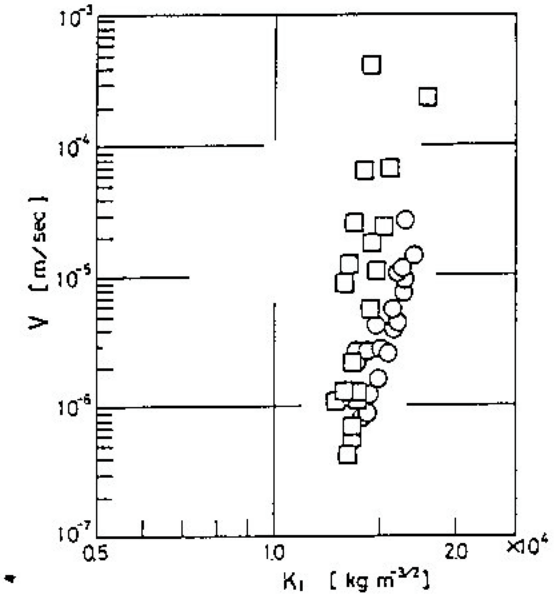


Figure 1-9 : Diagramme vK_I obtenue sur le platre pris en atmosphère ambiante, méthode de relaxation [57]

En effet, l'application d'une contrainte inférieure à celle induisant une rupture brutale provoque une diminution significative de la vitesse de propagation des fissures, comme l'illustre le diagramme v-K_I. Il ressort de l'étude que le plâtre pris sec présente une faible sensibilité à la rupture différée. À partir des travaux de Takatsu, Coquard (1992) a développé une approche thermodynamique pour modéliser la rupture brutale du plâtre sec [56]. Dans le cadre de la mécanique linéaire de la rupture, la ténacité K_{IC} est étroitement liée au taux de restitution de l'énergie G_{IC} par l'intermédiaire du module d'Young, comme l'illustre la relation présentée dans l'équation ((1-12) :

$$G_{IC} = \frac{K_{IC}^2}{E} \tag{1-12}$$

Dans le cadre de la théorie de la rupture énergétique proposée par Griffith (1921), l'énergie critique de rupture, désignée par G_{IC}, correspond à l'énergie requise pour induire de nouvelles surfaces de fissure [61]. Cette énergie peut être exprimée par la relation suivante : $G_{IC}= 2\gamma_S$, où γ_S représente l'énergie de surface du matériau. Dans le cadre de cette approche, Coquard (1992) a procédé à une extrapolation du facteur d'intensité de contraintes. Ce facteur est déterminant dans la propagation des fissures à vitesse très réduite, ce qui a pour effet de limiter l'influence des mécanismes dissipatifs. Pour un plâtre préparé avec un rapport E/P de 0,8, il a estimé une énergie de surface comprise entre 2 et 3 J.m^{-2}. Cependant, il convient de noter que cette valeur semble élevée par rapport à l'énergie de clivage du cristal de gypse, qui est d'environ 0,36 J.m^{-2} pour la face (010). Cette différence suggère que la rupture ne se produit pas par clivage cristallin, mais plutôt par séparation entre cristaux.

b. Caractérisation thermique

La maîtrise des propriétés thermiques des matériaux de construction revêt une importance capitale pour orienter leur utilisation de manière optimale. Dans le cadre de la recherche scientifique, les chercheurs et les ingénieurs ont recours à des méthodologies variées, en fonction des objectifs spécifiques de leurs travaux. Les méthodes les plus couramment utilisées sont basées sur l'utilisation de capteurs de température de contact, à l'instar de la méthode flash, du fil chaud, de la plaque chaude gardée ou des sondes thermiques [62].

- **Méthode Flash**

Un échantillon à faces parallèles (Figure 1-10), initialement à température uniforme, est soumis à une impulsion thermique brève et homogène sur une de ses surfaces. La température de la face opposée est mesurée à l'aide d'un thermocouple placé en contact direct. L'évolution de cette température, enregistrée dès l'application du flash, permet par modélisation du transfert thermique, de déterminer la diffusivité thermique du matériau étudié de manière précise et reproductible.

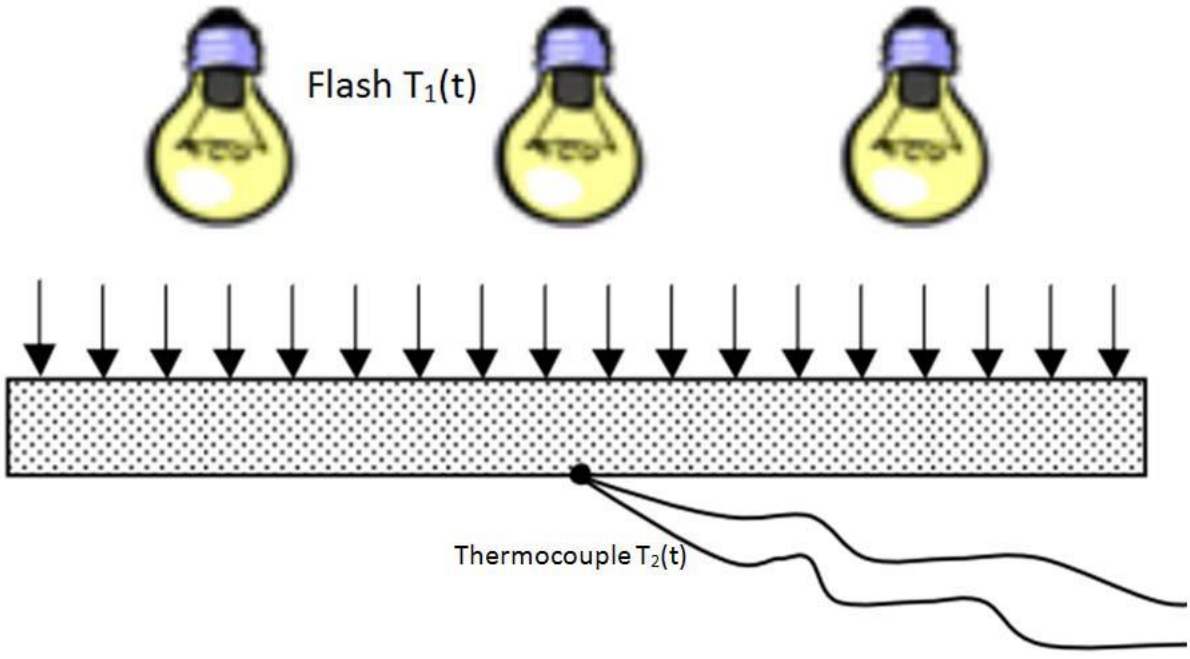


Figure 1-10 : Schéma de principe de la méthode Flash [63].

- **Méthodes à sondes**

Les techniques du fil chaud, de la plaque chaude, du disque chaud (« hot disc ») ou du ruban chaud appartiennent à la catégorie des méthodes à sonde. Elles visent à déterminer une propriété thermique spécifique du matériau, comme la conductivité thermique (selon la norme ISO 8894 pour le fil chaud) ou l'effusivité thermique (pour la plaque chaude), à partir de la variation de température enregistrée par la sonde chauffante. Le principe consiste à insérer cette sonde entre deux échantillons identiques,

supposés épais et initialement isothermes. Par exemple, la méthode du fil chaud, illustrée à la Figure 1-11, applique un flux de chaleur constant à la sonde. On mesure ensuite l'élévation de température au fil du temps. En supposant un transfert thermique radial autour de la sonde, un modèle thermique permet d'estimer la propriété recherchée. Ces méthodes sont particulièrement efficaces pour caractériser les matériaux fortement diffusifs.

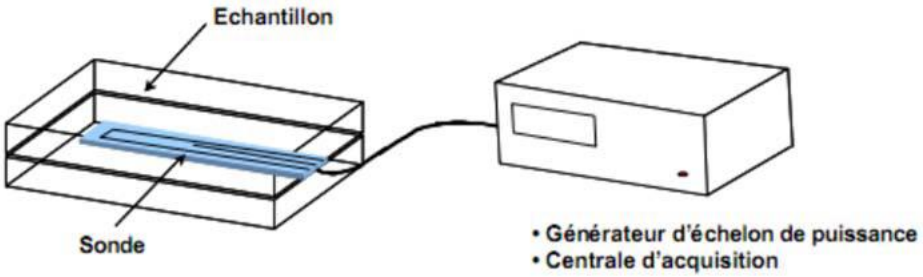


Figure 1-11 : Schéma de principe de la méthode du fil chaud [64].

➢ **Méthode de la plaque chaude gardée**

Cette approche méthodologique est conforme aux normes ISO 8302 et NF EN 1946-2 [65], qui définissent les exigences en matière de qualité et de sécurité. Cette méthode implique la mise en place d'une plaque chaude générant une puissance thermique uniforme et constante par effet Joule. Cette plaque est placée entre deux échantillons identiques du matériau à caractériser, comme illustré à la Figure 1-12 [63]. Les faces extérieures de ces échantillons sont en contact avec des plaques de refroidissement, constituées d'un matériau bon conducteur et maintenues à une température inférieure à celle de la plaque chauffante. Une température de garde φ_0 est maintenue aux abords de la plaque chaude afin de garantir un transfert thermique unidirectionnel vers les échantillons. La mesure des variations de température, désignées par $\Delta T\downarrow$ et $\Delta T\uparrow$, s'effectue par l'intermédiaire de thermocouples disposés de chaque côté des échantillons. La conductivité thermique est ensuite déterminée en appliquant l'équation (1-13), qui dépend de l'épaisseure *e* et de la surface S de la plaque chauffante, où *e.X.S* qui présente son volume. Cette approche, qui se distingue par sa précision, est principalement applicable aux matériaux d'isolation où les résistances de contact sont négligeables.

$$\lambda = \frac{e\varphi_0}{S(\Delta T\downarrow + \Delta T\uparrow)} \qquad (1\text{-}13)$$

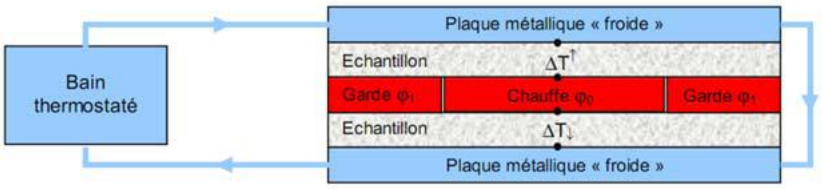


Figure 1-12 : Schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée.

1.3.2. Composites à fibres végétales

L'intégration de fibres naturelles, notamment d'origine végétale, en tant qu'éléments de renforcement dans les matériaux composites, présente deux avantages notables. D'une part, il convient de noter que ces fibres sont abondantes, peu coûteuses et représentent un débouché prometteur pour les résidus agricoles dans le secteur de la construction. Par ailleurs, leur valorisation s'inscrit dans une démarche de réduction de l'empreinte environnementale, en raison de leurs propriétés de renouvelabilité, de biodégradabilité, de faible consommation énergétique et de neutralité carbone. Dans le cadre de la transition vers un modèle économique plus respectueux de l'environnement, les fibres lignocellulosiques issues de tissus végétaux suscitent un intérêt grandissant. Ces ressources renouvelables s'inscrivent dans une dynamique de réduction de la dépendance aux produits pétrochimiques et des émissions de gaz à effet de serre. Cette approche est en cohérence avec les évolutions actuelles dans les modes de culture, de consommation et de production énergétique.

1.3.2.1. Fibres naturelles

Les fibres naturelles et leurs composites sont en pleine expansion, en raison de leurs propriétés écologiques, mécaniques et économiques. Ces matériaux sont employés dans de multiples secteurs industriels, dont les plus notables sont l'automobile, le bâtiment, l'électronique et même la médecine. Tableau 1-3, illustre la répartition sectorielle de ces matériaux, où le secteur du bâtiment (30 %) et l'industrie automobile (25 %) émergent comme les principaux domaines d'application. Cette large adoption trouve sa justification dans la capacité des composites à fibres naturelles (CFN) à offrir une alternative durable aux matériaux synthétiques, tout en répondant aux exigences techniques des applications modernes.

Tableau 1-3. Domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles [66].

Domaine d'application	Part de marché
Bâtiment	30%
L'industrie automobile	25%
Équipements industriels	10%
Electronique	9%
Sport	8%
La construction navale et l'industrie de l'acier	6%
Génie électrique	6%
Industries de l'aviation et l'espace	3%
Médecine	1%
Chemins de fer	1%
Les éoliennes	1%

L'utilisation de CFN a connu une augmentation significative au sein de l'Union européenne, où l'intégration des matières premières végétales dans la production industrielle s'inscrit dans un contexte

de transition vers une économie circulaire. Tableau 1-4 illustre les quantités de consommation de bioplastiques dans l'union européenne en 2009 pour diverses techniques d'application. Une analyse approfondie des données révèle une consommation supérieure à 450000 tonnes de produits en CFN, tous secteurs confondus. Les applications dominantes incluent le moulage par injection et extrusion de fibres de bois (plus de 120000 tonnes), suivi du moulage de fibres de coton (plus de 100000 tonnes) et des composites biodégradables utilisés principalement dans l'emballage (plus de 80000 tonnes). Ces données chiffrées traduisent une demande significative pour des matériaux qui associent légèreté, performance et durabilité environnementale.

Tableau 1-4. Consommation de bioplastiques dans l'union européenne en 2009 [66].

Composites à renfort naturels	Consommation (t)
CFN biodégradables (essentiellement d'emballage)	>80.000
CFN pour usage permanent	>60.000
CFN moulage par compression dans l'industrie automobile	>40.000
Moulage par compression de fibres de bois dans l'industrie automobile	>50.000
Moulage par compression de fibres de coton	>100.000
Moulage par injection et extrusion de fibres de bois (construction, meubles, automobiles)	>120.000
Moulage par injection et extrusion de fibres naturelles	>5.000
Total des produits en CFN	>450.000

L'examen approfondi des données recueillies révèle l'importance stratégique des CFN dans les secteurs industriels majeurs. Ces dispositifs répondent simultanément aux exigences de performance technique et aux impératifs de durabilité environnementale. Leur potentiel d'innovation, en particulier dans le domaine du développement de bioplastiques, suscite un intérêt croissant de la part de la communauté scientifique et des acteurs économiques. Cette dynamique s'inscrit dans un contexte plus large de réduction des émissions de gaz à effet de serre et de dépendance aux ressources pétro-sourcées, où les bioplastiques sont perçus comme un vecteur potentiel de transition vers des modèles de production et de consommation plus durables.

1.3.2.2. Classification des Fibres naturelle

En fonction de leur provenance, les fibres naturelles se classifient en trois grandes catégories : les fibres végétales, les fibres animales et les fibres minérales. Les fibres d'origine végétale sont les plus utilisées dans le renforcement des biocomposites, en raison de leur abondance, de leur légèreté et de leurs propriétés mécaniques intéressantes. Ces fibres se subdivisent en trois catégories : les fibres libériennes, issues des tiges et comprenant le chanvre, le lin, la jute et la ramie ; les fibres dures, provenant des feuilles ou des fruits et incluant le sisal, le coco et le chanvre de Manille ; et les fibres de graines, qui sont prélevées sur les poils séminaux et comprennent le coton et le kapok. Les fibres d'origine animale, telles que la laine et la soie, sont des protéines végétales qui se caractérisent par

leur élasticité et leur capacité d'absorption. Les fibres minérales, parmi lesquelles l'amiante, aujourd'hui interdite dans de nombreux pays en raison de sa toxicité. La Figure 1-13 présente une vue d'ensemble de cette classification des fibres naturelles.

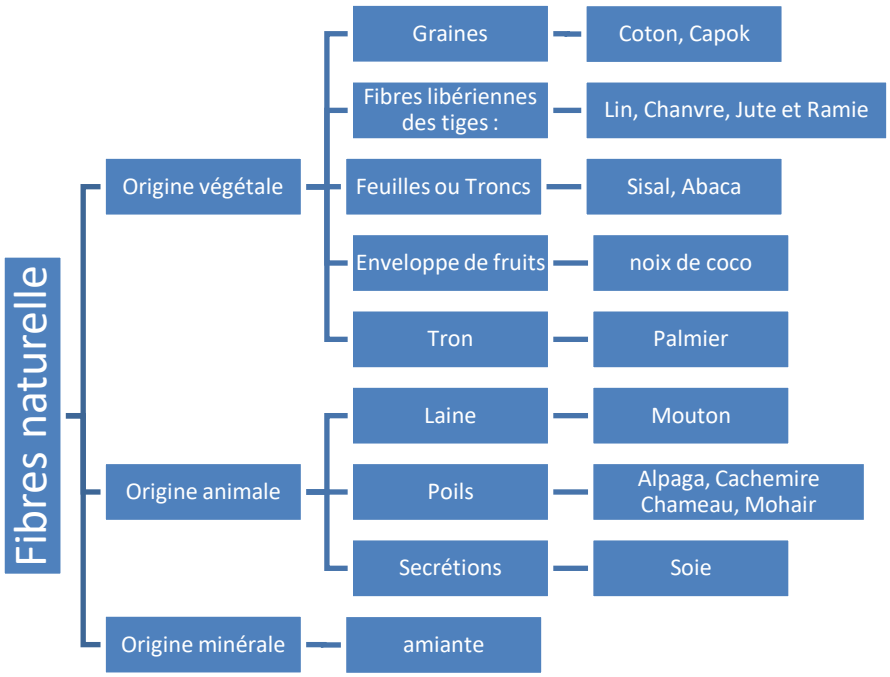


Figure 1-13 : Classification des fibres naturelles et quelques exemples [67].

1.3.3. Fibres Végétales

1.3.3.1. Introduction

L'emploi des fibres dans les matériaux composites à matrice fragile est une pratique qui remonte à plusieurs millénaires. Des recherches historiques ont mis en évidence l'utilisation de fibres végétales, telles que la paille, comme renforts naturels dans la construction, dès environ 3500 ans avant notre ère. Cette pratique était déjà documentée à Bagdad , où des fibres végétales ont été utilisées pour renforcer des briques séchées au soleil dans la construction d'un édifice de 57 mètres de haut [68]. Ces découvertes archéologiques et historiques soulignent l'importance des renforts naturels dans l'architecture et la construction depuis des millénaires. Ensuite, il y a environ un siècle, les fibres d'amiante ont été introduites dans les composites cimentaires, marquant ainsi une avancée significative dans le domaine des matériaux renforcés. L'introduction des fibres cellulosiques végétales dans les composites cimentaires, quant à elle, remonte à une cinquantaine d'années.

Il y a environ trente ans, le développement des fibres synthétiques a induit une transformation significative du secteur des composites. Des matériaux tels que les fibres de polypropylène, d'acier et de verre sont progressivement devenus des éléments incontournables dans les composites cimentaires

modernes. Cette tendance s'explique par leurs performances mécaniques et leur durabilité accrues [68].

Cette évolution historique témoigne d'une transition progressive, depuis l'usage empirique de fibres végétales traditionnelles vers des fibres techniques, qu'elles soient naturelles ou artificielles, adaptées aux exigences de performance et de durabilité dans les domaines de la construction et de l'ingénierie des matériaux.

1.3.3.2. Classification des Fibres Végétales

Les fibres d'origine végétale sont couramment employées en tant qu'agents de renforcement dans les matériaux composites, en raison de leurs propriétés mécaniques notables, de leur légèreté et de leur caractère renouvelable. En outre, une classification systématique des fibres selon leur origine morphologique permet de les diviser en quatre grandes catégories : fibres de feuilles, de tiges, de bois et de surface.

Les fibres de feuilles, dérivées de plantes monocotylédones, sont reconnues pour leur rigidité et leur organisation en faisceaux longitudinaux parallèles, qui leur procurent une résistance mécanique notable. Le sisal, l'henequen et l'abaca sont des exemples fréquemment étudiés en raison de leur efficacité dans le renforcement des matrices cimentaires. En effet, ces fibres végétales contribuent à améliorer la résistance à la traction et à la fissuration du matériau.

Les fibres de tiges, issues de plantes dicotylédones telles que le Jute, le Lin, la Ramie, le Chanvre, le Kenaf ou encore l'Urena, jouent un rôle crucial dans le soutien structurel de la plante. À la suite d'un processus de défibrage, ces fibres textiles sont employées dans la fabrication de produits tels que des textiles, des cordages ou encore des composites cimentaires. Les fibres de Sunn, de Jute et de Chanvre présentent une efficacité remarquable dans l'augmentation de la résistance mécanique de ces matériaux.

Les fibres de bois, issues du broyage de plantes ligneuses telles que le Bambou ou les Roseaux, se caractérisent par leur longueur réduite. Cependant, elles se révèlent efficaces pour renforcer la cohésion et la durabilité des composites, notamment dans des environnements humides ou soumis à des variations de température.

En outre, les fibres de surface, présentes autour des fruits, des graines ou des tiges (telles que le Coton ou la fibre de Coco), se caractérisent par leur aptitude à accroître la résistance à la flexion des matériaux. C'est notamment le cas des fibres de Coco et des fibres issues de l'enveloppe du tronc de palmier, dont l'intérêt pour les composites à base de ciment est en augmentation [69].

1.3.3.3. Morphologie de la fibre végétale

Du point de vue morphologique, les fibres végétales se caractérisent par une forte variabilité, étroitement liée à leur origine botanique, au stade de maturité de la plante, ainsi qu'aux conditions environnementales de croissance. Cette hétérogénéité se manifeste notamment au niveau des dimensions, telles que la longueur et le diamètre, qui peuvent varier significativement, même au sein d'une même fibre (Figure 1-14) [70]. Une autre caractéristique notable est la variation de l'épaisseur de la paroi cellulaire, qui est directement influencée par la porosité des microfibrilles constituant la fibre [71].

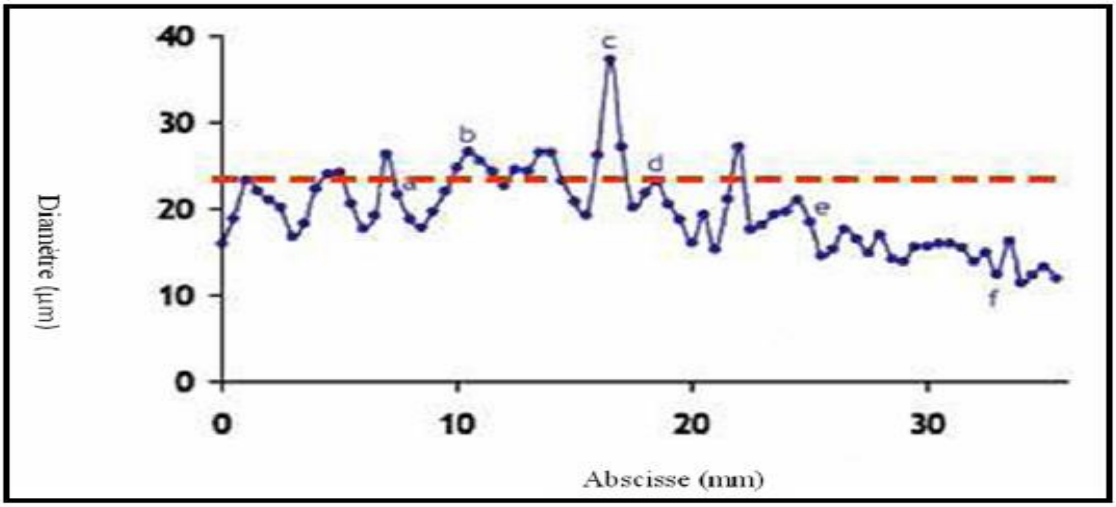


Figure 1-14: Variation du diamètre le long de la fibre de lin [70].

L'analyse morphologique détaillée du Tableau 1-5 met en lumière les propriétés distinctes de diverses fibres végétales, ce qui en fait un instrument précieux pour l'évaluation de leur potentiel en tant que renforts dans les matériaux composites. D'un point de vue technique, une grande variabilité interspécifique en termes de longueur, de diamètre du lumen et d'épaisseur de paroi cellulaire est observée. Ces paramètres ont une influence directe sur les performances mécaniques des fibres, leur capacité d'ancrage dans la matrice, ainsi que leur comportement à la traction ou à la flexion.

Les fibres longues, telles que celles issues de l'écorce de kenaf, se caractérisent par leur capacité de transfert de charge élevée. Cette propriété est avantageuse pour le renforcement des matériaux. L'épaisseur de la paroi cellulaire, associée à la rigidité et à la résistance, constitue un critère déterminant pour les applications structurelles. À titre d'illustration, les fibres provenant des nœuds de roseau se caractérisent par une grande épaisseur, ce qui laisse présager un excellent potentiel mécanique. En revanche, les fibres à fort diamètre de lumen, comme le coton, bien que plus légères, pourraient offrir des performances inférieures en termes de compression ou de rigidité.

Dans le cadre de l'ingénierie des biocomposites, cette caractérisation revêt une importance capitale, car elle permet une adaptation optimale des fibres en fonction des exigences spécifiques, telles que la flexibilité, la résistance et la densité. En somme, cette étude morphologique promeut une démarche rationnelle et optimisée dans le choix des fibres végétales pour des applications techniques durables.

Tableau 1-5: Caractéristiques morphologiques de quelques fibres végétales [70].

fibres végétales	Longueur(mm)	Diamètre (µm)	Diamètre de la Lumina (µm)	Épaisseur de la paroi cellulaire (µ m)
Fibres non-bois				
Kenaf (écorce)	2.32±0.21	21.9±4.6	11.9±3.4	4.2±0.8
Kenaf (cœur)	0.74±0.08	22.2±4.5	13.2±3.6	4.3±0.7
Kenaf (entier)[a]	1.29	22.1	12.7	4.3
Reed(entre-nœuds)	1.22±0.07	17.3±2.4	8.5±2.4	4.4±0.8
Reed(nœuds)	1.18±0.06	18.8±2.7	8.6±2.3	5.6±0.7
Miscanthus	0.97±0.08	14.2±2.5	5.9±2.2	4.1±0.8
Switchgrass	1.15±0.10	13.1±2.8	5.8±3.9	4.6±0.9
Coton[b]	0.83±0.08	19.6±3.2	12.8±2.9	3.4±0.7
Fibres de bois				
Olivier[c]	0.85±0.07	15.1±2.0	6.2±1.9	4.5±0.8
Almondier[c]	0.77±0.06	13.1±1.8	4.3±1.3	4.4±0.8

‘ ± ‘ fait référence à l'écart-type, [a] Sur la base d'une teneur en fibres de 65% du noyau et de 35% de l'écorce, [b] Tiges, [c] Troncs.

1.3.3.4. Structure de la fibre végétale

Les fibres végétales peuvent être considérées comme des composites naturels structurés de manière hiérarchique (Figure 1-15). Ces fibres sont essentiellement constituées de microfibrilles de cellulose partiellement cristallines, organisées en couches orientées parallèlement à l'axe longitudinal de la fibre. Ces microfibrilles, qui assurent le rôle de renfort, sont intégrées dans une matrice amorphe composée d'hémicellulose, de pectine et de lignine, liées entre elles par des liaisons hydrogène et covalentes.

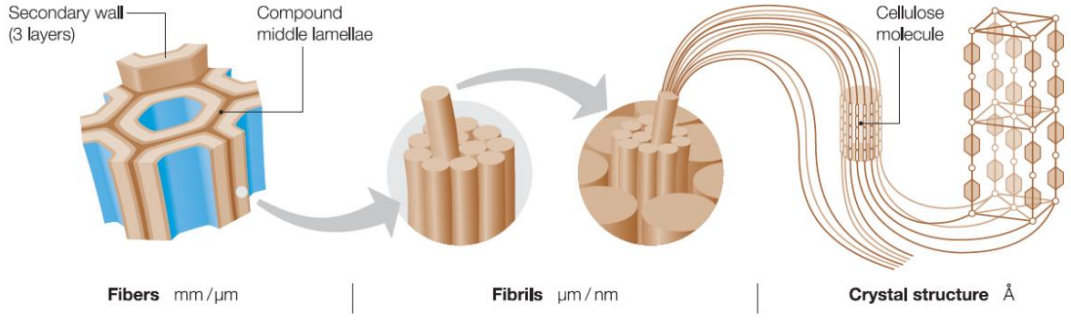


Figure 1-15:Arrangement des microfibrilles et la cellulose dans la paroi cellulaire végétale [8].

Du point de vue morphologique, la fibre est caractérisée par une structure en couches concentriques superposées, comprenant la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Cette dernière, qui présente une épaisseur supérieure, se compose de trois sous-couches distinctes (S1, S2 et S3) et est entourée d'un lumen central dont le diamètre varie selon l'espèce végétale (Figure 1-16). L'organisation des microfibrilles au sein de ces couches secondaires forme un angle par rapport à l'axe de la fibre, ce qui est appelé angle microfibrillaire (MAF). Cette configuration influe directement sur les propriétés mécaniques des fibres : plus l'angle est faible, plus la rigidité (modulée par le module de Young) est élevée, tandis qu'une augmentation de l'angle tend à améliorer l'extensibilité, mais au détriment de la rigidité.

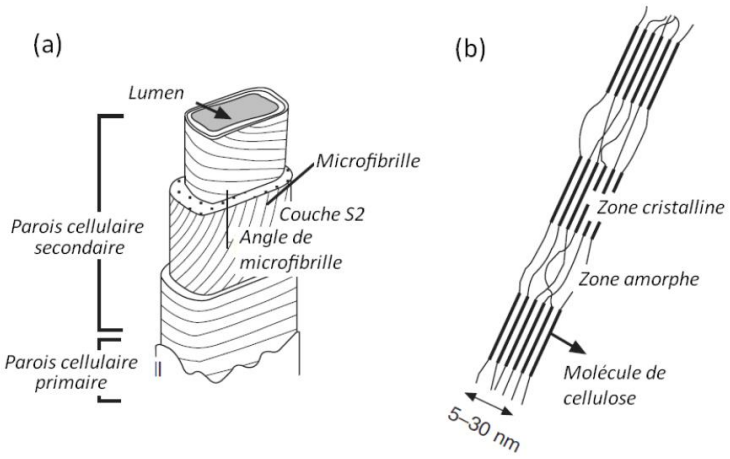


Figure 1-16 : (a) Schéma d'une microfibrille montrant les différentes couches. (b) Structure cristalline de la cellulose constituant les microfibrilles [8].

La paroi primaire, dont l'épaisseur est estimée à environ 0,2 micromètres, remplit une fonction de liaison entre les fibres. Cette dernière se caractérise par sa composition majoritairement pectinique et ligninique. La paroi secondaire, dont l'épaisseur est supérieure, joue un rôle crucial en tant que composante structurale principale de la fibre. Cette dernière se caractérise par la présence de microfibrilles dont la direction est fortement orientée. Ces dernières sont regroupées en mésophibrilles grâce à des agents de liaison tels que les hémicelluloses et les composés phénoliques. Des études menées par Page et El-Hosseiny en 1983 ont mis en évidence la relation inverse entre l'angle de microfibrilles et les performances en traction des fibres de bois. Une étude approfondie a révélé une baisse notable du module d'élasticité et de la contrainte à la rupture, lorsque les angles varient de 1° à 46° (Figure 1-17) [72]. À titre d'illustration, le chanvre présente un angle de contact extrêmement faible, compris entre 2° et 6,2°, ce qui explique ses excellentes performances mécaniques.

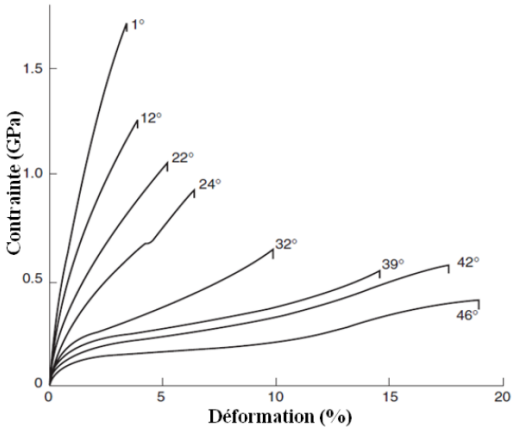


Figure 1-17 :Courbe contrainte-déformation de la fibre unitaire de bois avec différents angles de microfibrilles [72].

1.3.3.5. Composition chimique des fibres végétales

Les fibres végétales sont constituées majoritairement de polymères naturels, à savoir la cellulose, l'hémicellulose, la lignine et la pectine. Ces composants sont essentiels pour garantir la rigidité, la cohésion et la flexibilité des fibres. La teneur relative de chaque constituant varie en fonction de l'espèce végétale d'origine, ainsi que des procédés d'extraction appliqués (chimiques, mécaniques ou biologiques). La cellulose, en particulier, représente la fraction majoritaire de la masse des fibres, jouant un rôle clé dans leurs propriétés mécaniques. Le *Tableau 1-6* présente les compositions chimiques typiques des fibres naturelles les plus couramment utilisées, telles que le lin, le chanvre, le jute ou encore le sisal.

Tableau 1-6 Composition chimique de quelques fibres naturelles *[8]*.

Fibres naturelles	% Cellulose	% Hémicellulose	% Lignine	% Pectine	% Graisses	% Eau	Angle de microfibrille (°)
Chanvre	70 – 74	17,9-22,4	3,7-5,7	0,9	0,8	6,2-12	2-6,2
Lin	71	18,6-20,6	2,2	2,3	1.7	8-12	5-10
jute	61-71,5	13,6-20,4	12-13	0,2	0,5	12,5-13,7	8
Coton	85-90	5,7	-	0-1	0,6	7,85-8,5	-
Sisal	66-78	10-14	10-14	10	2	10-22	10-22
Ramie	68,6-76,2	13,1-16,7	0,6-0,7	1,9	7,5-17	0,3	7,5
Kénaf	45-57	21,5	8-13	3-5	-	-	-

L'analyse des données chimiques des fibres naturelles (*Tableau 1-6*) révèle une variabilité significative en fonction de leur origine botanique. La cellulose, constituant principal des fibres, est particulièrement élevée dans le coton (jusqu'à 90 % selon les sources), ce qui lui confère une excellente rigidité, mais avec une faible teneur en composants secondaires comme la lignine. En

revanche, des fibres telles que la jute et le sisal présentent un taux de lignine plus élevé (jusqu'à 14 %), ce qui renforce leur rigidité tout en réduisant leur flexibilité.

Le chanvre et le lin, qui sont des sources végétales de cellulose, présentent un équilibre optimal entre rigidité et flexibilité, ce qui les rend particulièrement adaptés aux applications structurelles. En outre, les taux de pectine et d'hémicellulose exercent une influence sur les interactions fibre-matrice au sein des composites. À titre d'illustration, la ramie, caractérisée par une faible teneur en lignine et un taux modéré de pectine, pourrait constituer un compromis optimal entre adhésion, flexibilité et biodégradabilité. Cette diversité, tant au niveau de la composition chimique que de l'architecture interne, atteste du potentiel de ces fibres pour diverses applications, notamment dans le domaine des biocomposites durables.

a. Cellulose

La cellulose est un composé organique naturel qui joue un rôle essentiel dans la structure et la protection des végétaux. Cette dernière, présente dans la paroi cellulaire des fibres, constitue le polymère organique le plus abondant sur Terre, avec une production annuelle estimée à près de 13 milliards de tonnes. À l'échelle d'un arbre, cette quantité correspond à environ 10 g de cellulose produits quotidiennement. Du point chimique, la cellulose est un homopolysaccharide constitué d'unités β-D-glucopyranose liées par des liaisons glycosidiques de type β. Chaque unité de glucose adopte une conformation en « chaise », qui s'avère plus stable que celle en « bateau » (Figure 1-17). Le degré de polymérisation (DP) est une propriété qui varie selon l'espèce végétale considérée. Pour illustrer cette diversité, on peut citer des valeurs extrêmes allant de 10000 pour le coton à 8000 pour l'épicéa, en passant par 9000 pour le chanvre, le lin et le ramie. La cellulose se distingue par une structure cristalline ordonnée en hélice supramoléculaire, qui lui confère un module d'élasticité remarquablement élevé, s'approchant de 135 Gpa [73]. Cette propriété lui confère une comparaison pertinente avec certains matériaux synthétiques, tels que la fibre de verre.

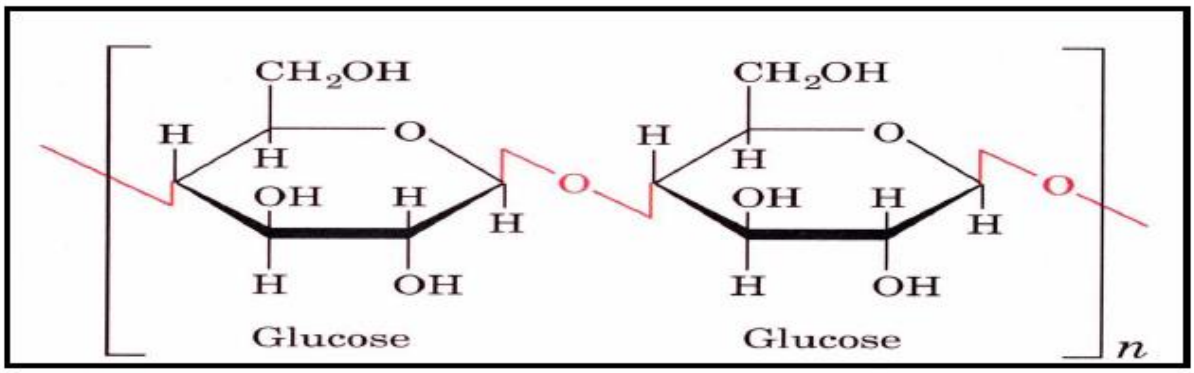


Figure 1-18**:** Représentation de la chaîne de cellulose, n : degré de polymérisation.

b. Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polysaccharides complexes, constitués principalement de monomères tels que le D-xylose, le D-glucose, le D-galactose, pour n'en citer que quelques-uns. Contrairement à la cellulose, elles se caractérisent par une conformation en chaînes courtes et fortement ramifiées, avec un degré de polymérisation significativement plus bas (entre 20 et 300 unités). Cette propriété leur confère une structure moins ordonnée [74]. Cette caractéristique, associée à leur diversité structurale selon les espèces végétales, confère à ces plantes une sensibilité particulière à l'humidité. En effet, la présence d'un nombre significatif de fonctions hydroxyles dans leur structure favorise les interactions avec l'eau. Cet aspect peut potentiellement influencer la stabilité dimensionnelle des fibres et accroître leur vulnérabilité face à la dégradation biologique et chimique (provoquée par des bactéries, des acides, entre autres). Parmi la diversité des familles d'hémicelluloses, les xyloglucanes (*Figure 1-19*) se distinguent par leur prévalence dans les recherches, attribuable à leur rôle crucial dans la structure de la paroi cellulaire végétale. Ces polymères se caractérisent par leur solubilité dans l'eau et peuvent être extraits par des solutions acides douces. Leur structure en chaînes principales est linéaire, composée de résidus de xylose, de mannose ou de galactose, accompagnés de ramifications latérales multiples [8].

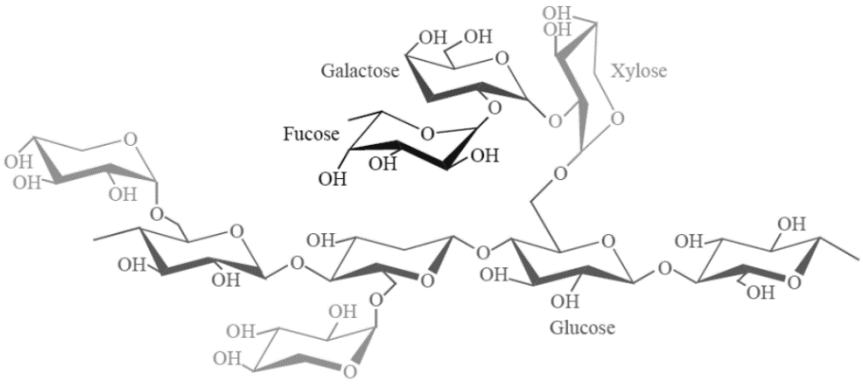


Figure 1-19 :Structure d'un type de xyloglucane *[8]*.

c. Pectines

Les pectines sont des hétéropolysaccharides majoritairement localisés dans les parois cellulaires primaires des fibres végétales, à l'exception notable du bois. Il convient de noter que leur structure chimique et leur proportion varient selon l'espèce végétale et la localisation dans la paroi cellulaire (Sakakibara, 1980). Dans le cadre de l'analyse structurale, il apparaît que les pectines se composent en majeure partie de chaînes linéaires d'acide uronique (*Figure 1-20*). Ces dernières sont reliées entre elles par des liaisons β-(1→4), au sein desquelles des résidus de rhamnose s'insèrent de manière récurrente par des liaisons (1→2) et (1→4). Ces unités de rhamnose peuvent être pourvues de chaînes

latérales portant des oses neutres, notamment le galactose et l'arabinose, qui sont les plus fréquents. Cette configuration moléculaire induit une conformation en zigzag, marquant la présence de coudes dans la chaîne macromoléculaire. En outre, cette disposition contribue à la flexibilité des tissus végétaux [8]. La présence de nombreux groupes acides carboxyliques confère aux pectines une hydrophilie marquée, les positionnant parmi les composants les plus hydrophiles des fibres végétales.

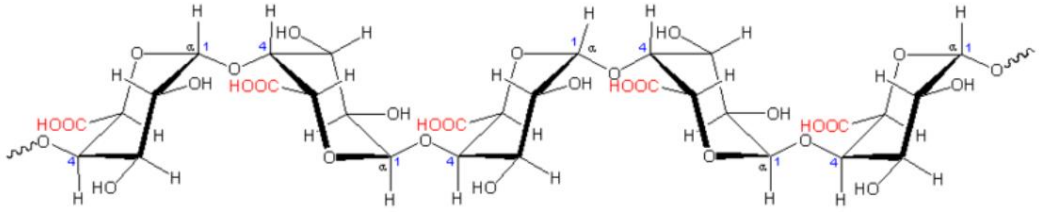


Figure 1-20 : Exemple de structure d'une chaine de pectine (acide polygalacturonique) *[8]*.

d. Lignine

La lignine, constituant secondaire de la biomasse végétale après la cellulose, est l'un des composants organiques les plus abondants sur Terre. Il s'agit de la principale fraction non saccharidique des fibres végétales, qualifiée de « protolignine » dans son état natif. D'un point de vue structural, la substance en question peut être définie comme un polymère tridimensionnel amorphe de nature phénolique, composé principalement de trois unités monomériques dérivées des alcools p-coumaryl, conifery et sinapyl [75]. La détermination de sa masse moléculaire s'avère ardue en raison de sa dégradation lors de l'extraction. Elle est ainsi estimée entre 5000 et 10000 g/mol pour les feuillus et jusqu'à 20000 g/mol pour les résineux.

Du point de vue fonctionnel, la lignine, qui agit comme une matrice naturelle, entoure les microfibrilles de cellulose. Elle joue ainsi un rôle essentiel dans la cohésion et la rigidité des tissus végétaux. Sa localisation se fait à la fois dans les parois cellulaires primaires et secondaires, avec une concentration plus élevée au niveau de la lamelle mitoyenne [76]. Cette « colle » végétale confère aux plantes la capacité de maintenir leur structure verticale, en particulier chez les arbres de grande hauteur.

La lignine se distingue par des propriétés mécaniques nettement inférieures à celles de la cellulose. En effet, le module d'élasticité de la lignine s'établit à environ 4 GPa, tandis que celui de la cellulose peut atteindre jusqu'à 136 Gpa [73]. En outre, elle présente une température de transition vitreuse d'environ 90 °C et un point de fusion d'environ 170 °C, caractéristiques qui lui confèrent un comportement thermoplastique [1]. Il a été démontré que des procédés tels que le séchage peuvent induire une élimination partielle de la lignine [77].

Par ailleurs, la lignine, malgré sa nature hydrophobe, joue un rôle de barrière contre la pénétration de l'eau. Cependant, elle demeure sensible aux rayons ultraviolets et aux agents chimiques, ce qui peut affecter sa stabilité à long terme [8]. La *Figure 1-21* illustre sa structure tridimensionnelle complexe.

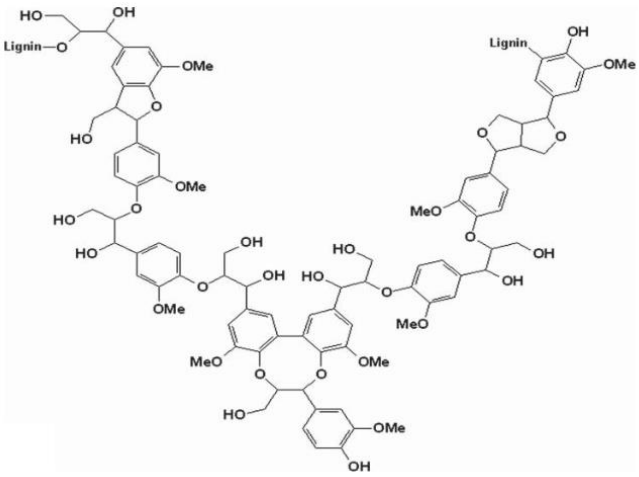


Figure 1-21 : Exemple de structure chimique de lignine *[8]*.

e. La cire

Les cires végétales, qui sont essentiellement constituées de la cuticule des parties aériennes des plantes, jouent un rôle essentiel dans leur protection contre les divers facteurs environnementaux et mécaniques qui peuvent altérer leur intégrité, tels que les rayons ultraviolets, la sécheresse ou les agents pathogènes [78]. Ces hormones interviennent dans la régulation des pertes hydriques, la mobilité des solutés et les interactions plante-insecte. La cuticule, couche externe de l'épiderme, se distingue par une composition en trois strates : la cutine, un polyester d'acides gras hydroxylés, une couche cuticulaire intermédiaire, et un dépôt externe de cires épicuticulaires. Ces cires peuvent se présenter sous forme de films amorphes ou de structures cristallines appelées cristalloïdes. La morphologie de ces structures est déterminée par la composition lipidique. À titre d'illustration, les tubules observés chez les Poaceae sont associés à des diols ou des β-dicétones (type I et II), tandis que les cristalloïdes en plaquettes, fréquents chez Eucalyptus sp., sont riches en alcools primaires ou triterpénoïdes. Ces structures se caractérisent par leur capacité à se disposer en rosettes, en amas compacts ou en lignes parallèles [79]. En outre, les cires végétales, caractérisées par leur solubilité dans des solvants organiques, sont également extraites des fibres naturelles. Il a été constaté que ces substances se composent d'alcools hydrophobes ainsi que de divers acides gras, parmi lesquels les acides palmitique, oléique et stéarique [79].

1.3.3.6. Propriétés mécaniques de la fibre végétale

Les fibres naturelles suscitent un intérêt croissant dans le domaine des matériaux composites en raison de leurs propriétés physico-chimiques. On peut notamment citer leur faible densité, leurs bonnes propriétés mécaniques spécifiques, ainsi que leur coût de production réduit [73]. Ces fibres sont issues de plantes à haut rendement, souvent cultivées dans des régions où la main-d'œuvre est peu onéreuse, et certaines espèces peuvent être récoltées plusieurs fois par an.

Du point de vue économique, les fibres naturelles présentent un avantage significatif en termes de coût. Elles sont environ trois fois moins coûteuses que les fibres de verre, quatre fois moins que les fibres d'aramide et cinq fois moins que les fibres de carbone. Bien que leurs propriétés mécaniques absolues soient inférieures à celles des fibres synthétiques classiques (Tableau 1-7), leur faible densité permet d'obtenir des rapports propriétés/densité comparables à ceux des fibres de verre. Cette propriété les rend adaptées à des applications faiblement sollicitées, mais exigeantes en légèreté et en coût.

Tableau 1-7 :Propriétés mécaniques des fibres végétales comparées aux renforts de synthèse traditionnels *[42]*.

Fibre	Masse volumique (g/cm^3)	Allongement (%)	Résistance(MPa)	Module de Young (GPa)
Coton	1,5-1,6	7,0-8,0	287 – 597	5,5 − 12,6
Jute	1,3	1,5-1,8	393-773	26,5
Lin	1,5	2,7-3,2	345-1035	50-70
Chanvre	-	1,6	690	-
Ramie	-	3,6-3,8	400-938	61,4-128
Sisal	1,5	2,0-2,5	511-635	9,4-22,0
Coco	1,2	30,0	175	4,0-6,0
Viscose (corde)	-	11,4	593	11,0
Bois kraft	1,5	-	1000	40,0
Verre-E	2,5	2,5	2000-3500	70,0
Verre-S	2,5	2,8	4570	86,0
Aramide (normal)	1,4	3,3-3,7	3000-3150	63,0-67,0
Carbone (standard)	1,4	1,4-1,8	4000	230,0-240,0

L'analyse comparative des propriétés mécaniques (Tableau 1-7) des fibres végétales et des renforts de synthèse révèle des différences notables en termes de performance et de densité. Les fibres végétales, à l'instar du lin, de la jute, du sisal ou du ramie, se caractérisent par une faible masse volumique (qui se situe typiquement entre 1,2 et 1,6 g/cm^3). Cette propriété représente un avantage significatif dans les applications où l'on requiert des matériaux à la fois légers et résistants. À titre de comparaison, il convient de mentionner que les fibres de verre et de carbone, bien que présentant des performances mécaniques notables, possèdent une densité supérieure (~2,5 g/cm^3), ce qui a une incidence directe sur le poids final des structures composites.

En ce qui concerne la résistance à la traction, certaines fibres naturelles, à l'instar du lin (jusqu'à 1035 MPa) ou du ramie (jusqu'à 938 MPa), démontrent des performances comparables, voire supérieures, à celles de certaines fibres synthétiques conventionnelles telles que l'aramide standard (~3000 MPa), tout en présentant une masse significativement réduite. En revanche, les fibres telles que le coco (175 MPa) ou le coton (287-597 MPa) présentent des résistances plus modestes, mais peuvent s'avérer pertinentes dans des contextes de faible sollicitation.

Le module de Young, qui est un indicateur de rigidité, présente des variations significatives entre les différentes fibres naturelles. En effet, les valeurs les plus élevées sont observées chez le ramie (jusqu'à 128 GPa) et le lin (50-70 GPa), tandis que des fibres telles que le coco ou le coton présentent des modules plus faibles (4-12 GPa), ce qui traduit une flexibilité supérieure. En comparaison, les fibres de carbone atteignent jusqu'à 240 GPa, offrant ainsi une rigidité exceptionnelle.

En ce qui concerne l'allongement à la rupture, certaines fibres naturelles telles que le coco (30 %) ou la viscose (11,4 %) se distinguent par une élasticité significative, tandis que d'autres, comme le jute (1,5–1,8 %), démontrent un comportement plus cassant, se rapprochant de celui des fibres techniques.

En synthèse, malgré leur incapacité à égaler les fibres de synthèse en termes de performances mécaniques absolues, les fibres naturelles présentent des avantages significatifs en termes de faible densité, de coût réduit, de biodégradabilité et d'abondance. Ces caractéristiques en font des candidats prometteurs pour des applications composites à faible ou moyenne contrainte, dans une perspective de développement durable et de transition vers des matériaux plus écologiques.

1.3.3.7. Application des composites à base des fibres végétales

Le développement des matériaux composites renforcés par des fibres naturelles s'inscrit dans une dynamique multidimensionnelle, conjuguant impératifs environnementaux, performances techniques et avantages économiques. Il est important de noter que ces matériaux répondent aux exigences croissantes en matière de durabilité. En effet, ils sont caractérisés par leur origine renouvelable et leur faible impact écologique. En outre, leur rapport coût-efficacité les positionne comme des solutions concurrentielles face aux fibres synthétiques traditionnelles.

L'adoption des biocomposites, matériaux composites issus de la biomasse, connaît une expansion significative dans divers secteurs industriels. Ces matériaux sont utilisés dans des domaines aussi divers que le transport, la construction, l'ameublement ou encore les loisirs. Cette évolution s'inscrit dans le cadre d'une démarche d'éco-conception, qui a pour objectif de réduire l'empreinte environnementale des produits tout au long de leur cycle de vie.

a. Automobiles [8]

Dans le contexte contemporain, l'optimisation des propriétés des composites à base de fibres naturelles (CFN) et l'élargissement de leurs applications se positionnent comme des axes stratégiques, aussi bien pour la recherche scientifique que pour le développement industriel. L'industrie automobile se distingue particulièrement en tant que pionnière dans l'adoption de ces matériaux, en raison des avantages économiques, environnementaux et techniques qu'ils présentent.

Dans le cadre de l'analyse des performances et du poids des véhicules, la faible densité des matériaux utilisés s'avère un critère déterminant, favorisant ainsi l'optimisation du rapport performance/poids, un aspect crucial dans le secteur automobile. Du point de vue fonctionnel, ces pièces sont dotées de propriétés notables, notamment en termes d'isolation thermique et acoustique, de réduction des vibrations et des charges électrostatiques.

De nombreux constructeurs automobiles européens ont d'ores et déjà intégré ces matériaux dans la fabrication de composants internes des véhicules. Par exemple, Daimler-Chrysler utilise du polypropylène renforcé par des fibres naturelles pour la fabrication de tableaux de bord, panneaux de portes et autres éléments de garniture. Cette approche permettrait de générer une économie d'énergie d'environ 83 % et une réduction des coûts de production de l'ordre de 40 % en comparaison avec les composites traditionnels à base de fibre de verre.

Par ailleurs, il est à noter que le groupe BMW a également engagé une politique volontariste en matière de durabilité, en intégrant jusqu'à 24 kilogrammes de matières premières renouvelables par véhicule dans la série 7. Cette initiative a pour objectif de réduire l'empreinte carbone des véhicules tout en répondant aux attentes des consommateurs en matière d'écoresponsable. Par ailleurs, Audi a été un pionnier dans le domaine de l'innovation automobile durable dès les années 2000, avec le lancement du modèle A2. Ce modèle, dont les panneaux de porte sont fabriqués à partir d'une combinaison de polyuréthane renforcée de mélanges de fibres de lin et de sisal, a démontré la viabilité industrielle des matériaux alternatifs.

Ces exemples mettent en exergue l'intérêt croissant pour les CFN dans le secteur automobile, où les aspects de performance, d'économie circulaire et de marketing « vert » s'articulent de manière convergente. L'adoption de ces matériaux par l'industrie permet une participation à la transition écologique, tout en conservant des critères de performance technique compatibles avec les exigences du marché. Le Tableau 1-8 présente une sélection de pièces automobiles fabriquées à partir de fibres naturelles .

Tableau 1-8 :Exemples de pièces en composite à renfort naturel utilisées par certains constructeurs automobiles *[80]*.

Constructeur auto/modèle	Pièces	Fibre végétale utilisée
Brazilian trucks	Garniture, coussins de sièges	jute coco
Mercedes Benz (Classe E)	Panneaux intérieur de portes	Sisal/lin
Mercedes Benz (Classe C)	Panneaux de lunette arrière	sisal, de coton
Mercedes Benz (Classe S)	Panneaux intérieurs de portes	Chanvre
Chevrolet Impala	Garniture de panneaux	Lin
Daimler Chrysler (MB Travego Coach)	Couverture du moteur et de la transmission	sisal, lin, fibre de coco, le chanvre, le coton
General Motors (Opel Astra/Vectra)	Panneaux intérieurs de portes, dossier de sièges	chanvre, kénaf et lin
Toyota	Tablette de coffre	Kénaf

b. Construction

Les biocomposites à base de fibres végétale sont des matériau de construction dont l'utilisation est en augmentation. Ils représentent une alternative écologique aux matériaux traditionnels à base de bois. Dans le cadre de l'étude menée sur les matériaux d'isolation et de construction, il a été constaté que plusieurs produits, tels que les panneaux stratifiés, les cloisons, les cadres de portes, les volets et les éléments de toiture, ont été développés à partir de fibres végétales. Dans leur étude, Singh et Gupta [81] ont rapporté la fabrication de cadres de portes en jute par pultrusion, de plaques de toiture en coir/ciment, ainsi que de plaques composites sisal/verre-époxy et sisal/polyester destinées au coffrage et à la couverture.

Dans le cadre de l'étude des bétons renforcés de fibres naturelles, Aziz (1981) a démontré l'importance de ces matériaux dans la construction de logements à moindre coût [82]. Les recherches menées ont permis de mettre en évidence un aspect spécifique des feuilles et panneaux en béton armé de fibres naturelles. En effet, ces éléments, qu'ils soient lisses ou ondulés, se caractérisent par une légèreté qui les rend particulièrement adaptés à leur utilisation dans des structures telles que les toitures, les plafonds et les cloisons.

L'efficacité de la fibre naturelle d'Agave lecheguilla dans les composites à base de ciment Portland exposés à des conditions environnementales sévères a fait l'objet d'une étude menée par Juárez et al. [83], tandis que Savastano (2009) ont analysé le comportement en rupture et en fatigue de ces composites cimentaires [84]. Leur étude expérimentale s'est concentrée sur la courbe de résistance à la fissuration et sur la croissance des fissures sous fatigue, mettant en exergue les performances des fibres écologiques dans les matrices cimentaires.

Dans un autre contexte, Rahman (2008) a étudié le processus de fabrication de cadres de fenêtres par moulage par injection à partir d'un mélange de coque de riz et de polyéthylène haute densité [85].

Dans le cadre de cette étude, deux modèles ont été comparés : creux et plein. Les résultats de l'étude ont mis en évidence l'avantage du design creux, en raison de ses bénéfices en matière de remplissage, de refroidissement et de coût de production. Cependant, ce modèle requiert des pressions d'injection et des forces de serrage élevées, ce qui constitue un inconvénient notable.

Enfin, Toledo (2009) ont étudié la durabilité de laminés de mortier renforcé par des fibres de sisal moulés par compression, soulignant la résistance de ces composites aux conditions d'usage prolongé [86].

1.4. Composites plâtre/fibres végétale

1.4.1. Plâtre renforcé de fibres Rhecktophyllum Camerunense RC

Dans le cadre de son étude, Fabien Betene Ebanda (2012) a mené une investigation approfondie sur les propriétés mécaniques d'un composite à base de plâtre renforcé par des fibres de RC. Ces fibres, dont la fraction volumique moyenne s'élevait à 18 %, ont été utilisées dans le composite en question. Les essais de traction réalisés ont permis d'établir un module d'élasticité moyen de 2 GPa, une résistance moyenne à la traction de 5,2 MPa, et un allongement moyen à la rupture atteignant 39 % [28].

Ces résultats suggèrent une amélioration significative des performances mécaniques du plâtre, attribuable à l'incorporation des fibres de RC. En effet, le module d'élasticité du plâtre s'établit à 1,72 GPa, tandis que celui de la fibre de carbone se situe à 2 GPa. De plus, la résistance à la traction est multipliée par cinq, et l'allongement à la rupture augmente de manière significative, atteignant près de 40 %. Cette performance, rarement observée avec d'autres types de fibres appliquées à cette matrice, est le résultat d'une interaction optimale entre les propriétés mécaniques du plâtre et celles de la fibre de carbone. Cette propriété ductile exceptionnelle représente une avancée significative dans le domaine des matériaux composites à base de plâtre.

Cependant, une comparaison avec les prévisions théoriques issues de la loi des mélanges indique une certaine divergence : le module d'élasticité attendu était de 3,7 GPa, bien supérieur à la valeur mesurée. Cette différence trouve son explication dans une adhésion insuffisante à l'interface fibre/matrice et dans une imprégnation incomplète des fibres internes des faisceaux. Il a été démontré que certaines fibres, en particulier celles situées au cœur des agrégats, ne contribuent pas de manière optimale à la transmission des efforts, ce qui réduit le bénéfice global en termes de rigidité du matériau [87].

1.4.2. Plâtre renforcé de fibres d'Hibiscus cannabinus L. (Kénaf)

Dans le cadre de l'étude menée par Beli Neya (2018), trois formulations de matériaux ont été évaluées, avec ou sans fibres : un plâtre seul avec un rapport (E/P) de 0,7, un mélange plâtre/sable avec un rapport (E/P+S) de 0,84, et un second mélange plâtre/sable avec un rapport de 0,98. La teneur en fibres de kénaf a été fixée à 1 % dans toutes les formulations renforcées. Les éprouvettes employées dans cette étude présentaient des dimensions standards de 200 mm de longueur, 40 mm de largeur et 15 mm d'épaisseur [88].

Les résultats de l'étude révèlent une augmentation modeste de la résistance à la flexion avec l'incorporation de sable. L'incorporation de fibres de kénaf permet une amélioration modérée de la résistance maximale à la flexion (R_f), mais surtout, elle induit l'apparition d'un comportement post-fissuration caractérisé par une résistance à la flexion résiduelle (R_{fres}) absente dans les formulations sans fibres, même en présence de sable.

L'analyse des ratios R_f/R_{fres} indique une résistance résiduelle équivalente à environ un tiers ou la moitié de la résistance maximale. Cette proportion s'accroît en fonction de la proportion de sable : elle s'établit à 2,13 pour le mélange plâtre-fibres, 2,27 pour le mélange plâtre-fibres avec 20 % de sable, et 2,90 pour celui contenant 40 % de sable. En dépit de certaines imperfections constatées sur les éprouvettes, attribuables principalement au procédé de fabrication, les résultats de l'étude révèlent que l'incorporation de sable n'entraîne pas de dégradation notable des performances mécaniques du plâtre.

En conclusion, les composites renforcés par des fibres de kénaf présentent des caractéristiques de pseudo-ductilité, liées à la capacité des fibres à ponter les fissures et à assurer une cohésion certaine après la fissuration. En effet, les composites à base de fibres de kénaf présentent des performances nettement supérieures en flexion, comme le démontrent les résultats de cette étude par comparaison avec ceux obtenus par d'autres auteurs, notamment ceux de [28] utilisant des fibres de sisal.

1.4.3. Plâtre renforcé de fibres de sisal

Selon les travaux de D.A. St. John et J.M. Kelly (1975), l'utilisation du sisal en tant que renfort dans les composites à base de plâtre entraîne une variabilité significative de la résistance ultime à la flexion, ce qui complique considérablement la prédiction des performances mécaniques [89]. Cette variabilité a suscité l'intérêt de plusieurs chercheurs, dont Singh Manjit (2012), qui a étudié le renforcement de plaques de plâtre à l'aide de fibres de sisal, en vue de remplacer les panneaux de bois utilisés dans les portes [2].

Dans le cadre de cette étude, des plaques de dimensions 750 × 560 × 12 mm³ ont été fabriquées selon une structure de type « sandwich », composée d'une couche de fibres courtes de sisal (5 cm), non orientées, insérées entre deux couches de plâtre gâché à 66 %. Une fois le démoulage effectué, les plaques ont été soumises à une étape de cure dans un environnement à humidité relative contrôlée (> 90 %) pendant une durée de 28 jours. Elles ont ensuite été séchées à une température de 42 °C, puis soumises à des tests. Les essais ont porté sur l'humidité, la flexion, la traction, le choc, le gonflement par absorption d'eau et la dureté de surface.

Les résultats, exposés dans le Tableau 1-9 [2], mettent en évidence que ces panneaux renforcés présentent une résistance efficace à une exposition prolongée à l'humidité (28 jours), sans dégradation notable. En revanche, le plâtre non renforcé montre des signes de détérioration dès le troisième jour d'immersion, indiquant une vulnérabilité accrue à l'humidité. En matière de résistance aux chocs, les performances s'avèrent comparables à celles des panneaux renforcés par des fibres de verre, et supérieures à celles de nombreux matériaux standards. En outre, il a été constaté que la résistance à la flexion obtenue après 28 jours est supérieure à celle des plaques de plâtre classiques ou des panneaux de plâtre fibreux.

Tableau 1-9 :Propriétés mécaniques des panneaux de plâtre renforcé de fibres de sisal comparées à d'autres matériaux (PPS: Panneau de Plâtre renforcé de Sisal; PPV: Panneau de Plâtre renforcé de fibres de Verre PP: Panneau de Plâtre; PPart: Panneau de particules; CA: Ciment d'Asbestos PPF: Panneau de Plâtre fibreux; PPartCC: Panneaux de Particules de Ciment Collées).

Proriétés	PPS	PPV	PP	Ppart	CA	PPF	PpartCC
Humidité	1,5	1	1	0,8-1	2	1,5	1
Résistance à la flexion (N/mm2)							
1 jour	3,5	17,30	4-5	14	-	4-6	9-15
3 jours	6,5	-	-	-	-	-	-
7 jours	8	-	-	-	-	-	-
28 jours	10	-	-	-	18-23	-	-
Résistance au choc (Nmm/mm2)							
28 jours	16	14-18	8-10	4,5	2	10	-
Gonflement (24hrs) (%)	0,8	0,68	3	14	-	30	12
Absorption d'eau (24hrs) (%)	10	25-30	50	70	-	30	12

1.4.4. Plâtre renforcé de fibres de bois

Pascal Boustingorry (2002) s'est intéressé à la résistance au vissage des plaques de plâtre renforcées par des fibres de bois. La préparation du composite consiste à mélanger manuellement des fragments de bois avec de la poudre de plâtre (sous forme de semihydrate) dans de l'eau de gâchage, puis à couler le mélange dans des moules. Après la prise, les échantillons sont démoulés pour être testés [90].

Les résultats obtenus indiquent que le comportement en flexion du plâtre renforcé diffère notablement de celui du plâtre pur. La présence de fibres de bois améliore la résistance à la propagation des fissures, ce qui confère au matériau une meilleure tenue mécanique. De plus, les plaques renforcées présentent une résistance accrue à l'arrachement des vis, démontrant ainsi une amélioration de la cohésion structurelle par rapport aux plaques non renforcées.

Dans une autre étude menée par Carvalho Magaly Araújo C. (2008), l'effet du renforcement du plâtre par des fibres de cellulose issues de cartons d'emballage de ciment a été évalué. Des essais de flexion ont été accompagnés d'observations des faciès de rupture au microscope électronique à balayage (MEB)**.** Les résultats montrent une bonne adhérence des fibres à la matrice**,** ainsi qu'une amélioration notable de la résistance mécanique du matériau composite [91].

Dans son étude sur les propriétés mécaniques des composites à base de plâtre renforcés par des fibres de bois**,** Markéta Hošťálková (2019) a exploré l'impact de l'ajout de fibres végétales sur la résistance à la compression et à la flexion du matériau. Le composite testé est constitué de plâtre de construction et de fibres de bois introduites à différents pourcentages en masse, avec un dosage en eau constant de 750 ml. Les résultats expérimentaux révèlent une diminution significative des performances mécaniques à mesure que la teneur en fibres de bois augmente. Contrairement à l'hypothèse initiale selon laquelle le renforcement par fibres améliorerait la résistance à la flexion, les tests ont montré l'effet inverse : à un taux d'incorporation de 7,5 % en masse, la résistance à la compression diminue de 78 %, tandis que la résistance à la flexion est réduite de 55 %. Cette perte de performance est attribuée à une mauvaise dispersion des fibres dans la matrice de plâtre, engendrant la formation d'agglomérats ou de zones non homogènes. L'auteure suggère que des fibres plus fines pourraient favoriser une meilleure cohésion et améliorer la résistance à la compression, tandis que des fibres plus longues seraient susceptibles d'augmenter la résistance à la flexion. Elle propose également d'agir sur la qualité intrinsèque du plâtre utilisé pour optimiser les performances mécaniques globales du composite [92].

1.4.5. Plâtre renforcé des fibres de palmier dattie

Dans une étude expérimentale récente , HE Benchouia (2024) a évalué les propriétés d'un biocomposite hybride à base de fibres de pétioles de palmier dattier (DPP), de déchets de polystyrène expansé (EPS) et de plâtre, dans le but de développer un matériau isolant durable pour le secteur du bâtiment. L'objectif principal était la valorisation de deux déchets largement disponibles en Algérie — les DPP et les EPS — afin de concevoir un matériau alternatif au plâtre pur NGP (neat gypsum plaster), aux performances comparables, voire améliorées. Pour ce faire, des échantillons artisanaux ont été fabriqués avec différents taux massiques de DPP (0, 5, 10 et 15 %)**,** un rapport constant de

0,3 % d'EPS**,** ou une combinaison des deux. Les matériaux produits ont ensuite été soumis à une série d'analyses morphologiques, mécaniques et thermophysiques**.** L'analyse FTIR a permis d'identifier les bandes caractéristiques du plâtre, du polystyrène et des fibres végétales, confirmant leur intégration dans la matrice composite. Les résultats de la diffraction des rayons X (XRD) ont révélé des taux de cristallinité de 71,58 % pour le NGP, 29,91 % pour l'EPS et 52,93 % pour les fibres DPP. Sur le plan mécanique, l'introduction de DPP, d'EPS ou de leur combinaison a entraîné une diminution significative de la résistance à la compression, à la flexion et du module de Young**,** traduisant une perte de rigidité du matériau. Cependant, les résultats thermophysiques mettent en évidence une réduction notable de la conductivité thermique (λ) des composites (comprise entre 0,265 et 0,414 W/m·K à 24 °C**)** par rapport au plâtre pur **(**0,425 W/m·K**).** De plus, une diminution de la densité apparente (ρ) a été constatée, allant de 852 à 925 kg/m³, contre 977 kg/m³ pour le plâtre de référence. Ainsi, bien que le renforcement avec des fibres de palmier dattier et des déchets de polystyrène compromette certaines propriétés mécaniques, il permet d'améliorer les performances isolantes du matériau. Ce biocomposite hybride à base de plâtre présente donc un potentiel prometteur en tant que matériau de construction durable**,** offrant une solution écologique et économique pour l'isolation thermique dans le secteur du bâtiment [93].

1.5. Conclusion

L'évolution de la conscience environnementale mondiale s'est construite à travers plusieurs jalons majeurs, depuis les premières alertes de l'UICN (1951) et du Club de Rome (1970), jusqu'à l'émergence du concept de développement durable (UICN, 1980) et sa définition consolidée par le rapport Brundtland (1987) . Ces orientations ont été renforcées lors du Sommet de la Terre de Rio (1992) avec l'Agenda 21 et les conventions internationales, puis concrétisées par des engagements tels que le Protocole de Kyoto (1997) visant à réduire les émissions de gaz à effet de serre.

Dans ce contexte, le secteur du bâtiment, responsable d'une part importante de la consommation énergétique et des émissions mondiales de CO_2, constitue un levier stratégique pour la transition écologique. L'intégration de matériaux biosourcés et à faible empreinte carbone, comme les composites à base de plâtre et fibres végétales, apparaît comme une voie prometteuse, conciliant performance technique et durabilité.

Le plâtre, utilisé depuis le Néolithique et issu principalement de la déshydratation du gypse naturel ou synthétique, est un matériau polyvalent, recyclable et doté de propriétés acoustiques, thermiques, hygrométriques et ignifuges. Son cycle de vie débute par l'extraction du gypse — activité génératrice de poussières et d'émissions gazeuses — suivie d'un processus industriel (concassage, cuisson, adjuvants) pouvant recourir à des gisements naturels, synthétiques ou recyclés. Bien qu'il ne soit pas

totalement inerte en fin de vie, il peut être réintroduit dans la chaîne de production dans le cadre d'une économie circulaire.

Sur le plan physico-chimique, la prise du plâtre résulte de l'hydratation exothermique de l'hémihydrate, avec formation d'une microstructure poreuse dont les propriétés mécaniques dépendent du type d'hémihydrate (α ou β), du rapport E/P, de la porosité et des conditions de préparation. Sa bonne résistance au feu découle de sa déshydratation endothermique, mais sa sensibilité à l'humidité peut altérer ses performances mécaniques.

L'incorporation de fibres végétales dans le plâtre permet d'améliorer ou de moduler ses propriétés en fonction du type de renfort et de sa dispersion dans la matrice. Certaines fibres (Rhecktophyllum camerunense, kénaf) renforcent la résistance à la traction et à la flexion tout en conférant un comportement pseudo-ductile, tandis que d'autres (sisal, fibres de bois) optimisent la résistance à l'humidité, à l'arrachement ou aux chocs, avec parfois une diminution de la rigidité. L'association de fibres de palmier dattier et de polystyrène recyclé permet de réduire la densité et la conductivité thermique, répondant ainsi à des besoins d'isolation.

Ainsi, les biocomposites à base de plâtre et fibres végétales s'inscrivent pleinement dans les objectifs de réduction de l'empreinte environnementale du secteur du bâtiment, tout en offrant des performances adaptées à des usages structurels, décoratifs ou isolants, et en valorisant des ressources renouvelables.

Chapitre 2 :

Caractérisation Physico-Chimiques des Marériaux de l'étude.

Chapitre 2: Caractérisation physico-chimique des matériaux de l'étude

Introduction

Les biocomposites examinés dans le cadre de cette étude sont élaborés à partir d'un mélange de plâtre et de fibres végétales issues de l'Agave americana. L'objectif principal de ce chapitre est d'établir une caractérisation approfondie de chacun des constituants de ces biocomposites. Cette approche s'appuie sur une analyse critique des travaux scientifiques antérieurs, complétée par une série d'investigations expérimentales destinées à actualiser certaines données, à confirmer des propriétés déjà rapportées et à approfondir l'étude de caractéristiques encore peu explorées ou insuffisamment documentées dans la littérature.

2.1. Plâtre

2.1.1. Evolution de l'utilisation du plâtre

L'utilisation du plâtre, un matériau dont l'existence remonte au Néolithique, soit il y a environ 9000 ans, est documentée depuis cette période lointaine. Des découvertes archéologiques effectuées sur le site de Çatal Höyük, situé en Anatolie, témoignent de son utilisation dès 7000 av. J.-C., notamment en tant qu'enduit mural. Les civilisations sumérienne, assyrienne et égyptienne l'ont largement employé, notamment pour la réalisation de masques funéraires. L'exemple le plus ancien dont nous avons connaissance à ce jour est celui du roi Téty, datant de 2400 avant J.-C. et retrouvé à Saqqarah.

Selon Pline l'Ancien, le premier moulage en plâtre sur un corps humain aurait été réalisé par Lysistrate de Sicyone, frère du sculpteur Lysippe, afin d'en produire une reproduction en cire. Cette pratique s'est perpétuée aux époques hellénistique et romaine, bien que l'Égypte ait conservé sa position centrale dans la production du plâtre, utilisé également pour des éléments décoratifs et des objets utilitaires.

L'introduction du plâtre en Gaule durant l'époque impériale romaine est étroitement liée à la disponibilité du gypse, notamment dans la région du bassin parisien. Cette disponibilité a joué un rôle déterminant dans la propagation de son utilisation dans le secteur de la construction et des arts.

Depuis lors, le plâtre s'est imposé comme un matériau de construction de premier plan, grâce à ses qualités esthétiques, sa légèreté, sa résistance au feu, ses propriétés d'isolation thermique et acoustique, ainsi que son faible coût. Par ailleurs, de nombreux travaux de recherche ont été consacrés à l'étude de sa structure, de ses propriétés physiques et à l'amélioration de ses performances mécaniques [94].

2.1.1.1. Matière première

La matière première désigne un matériau d'origine naturelle destiné à subir une transformation artisanale ou industrielle. Le plâtre, matériau largement utilisé, a fait l'objet de nombreuses études récentes qui ont permis d'enrichir les connaissances sur sa composition et son mode de fabrication. Il est obtenu à partir du gypse, une roche minérale dont on distingue deux types principaux : le gypse naturel, extrait directement des carrières, et le gypse de synthèse, issu de procédés industriels, notamment comme sous-produit de certaines réactions chimiques. Cette distinction est essentielle, car la nature du gypse influe sur les propriétés finales du plâtre.

2.1.1.2. Fabrication du plâtre pris

a. Principe

Le plâtre pris résulte de la réhydratation du semihydrate dans l'eau. Elle s'effectue selon l'équation :

$$(CaSO_4, 1/2H_2O) + \ 3/2H_2O \leftrightarrow (CaSO_4, 2H_2O) \qquad (2\text{-}1)$$

Cette réaction chimique est accompagnée d'un dégagement de chaleur. Dans les travaux de, P. Coquard (1992) décrit le protocole de gâchage en ces termes : La poudre de semihydrate est versée dans l'eau pendant environ 30 secondes, puis laissée au repos pendant le même laps de temps. Une première agitation de 30 secondes est ensuite réalisée, suivie d'un nouveau repos de 30 secondes, avant une dernière phase d'agitation de 30 secondes jusqu'à obtention d'un mélange homogène. Ce mélange, qui était initialement liquide, devient progressivement pâteux, marquant ainsi le début de la prise. Celle-ci aboutit à la formation d'un matériau compact : le plâtre pris [56].

Le rapport eau/plâtre (E/P) varie généralement entre 0,5 et 1,2 pour les semihydrates β destinés aux usages courants en construction, et entre 0,3 et 0,5 pour le semihydrate α, utilisé notamment dans la fabrication de céramiques ou en dentisterie. Sur l'ensemble de l'eau utilisée durant le gâchage, seule une fraction réduite — environ 18,6 % — participe directement à la réaction chimique. Le reste de l'eau joue un rôle essentiel dans la fluidité de la pâte et influence directement la porosité du plâtre une fois durci [54].

b. Mécanisme d'hydratation

Lors du gâchage du plâtre, la poudre se dissout progressivement dans l'eau, formant un liquide blanc homogène. Peu après, le mélange commence à durcir, un phénomène accompagné d'un léger rejet d'eau à la surface et d'un dégagement de chaleur. Après un certain temps, le durcissement s'achève : c'est la fin de la prise. Une fois complètement sec, le matériau devient solide, mais reste relativement fragile.

Depuis le XVII^{e} siècle, de nombreux chercheurs se sont penchés sur le mécanisme intervenant pendant la prise du semihydrate. Plusieurs modèles explicatifs ont été proposés : certains évoquent un processus de cristallisation, tandis que d'autres suggèrent des phénomènes colloïdaux, de germination hétérogène ou encore topochimique [57].

En 1988, Amathieu reprend la théorie formulée par Lavoisier dès 1768, puis développée par Le Chatelier au XIX^{e} siècle, selon laquelle la prise du plâtre suit une séquence : dissolution, germination, puis croissance. Il démontre que les phénomènes de dissolution et de cristallisation se produisent simultanément et que la dissolution obéit à une loi d'ordre 2 (Equation **Error! Reference source not found.**), dépendant de la surface disponible pour la réaction [95].

$$\frac{d(Ca^{2+})}{dt} = kS(t)([Ca^{2+}] - [Ca^{2-}]^2) \qquad (2\text{-}2)$$

avec *S(t)* l'aire des graines d'hémihydrate au temps *t* et $k = 2{,}2 g^{-1}m^{-2}ls^{-1}$, concluant à un processus d'interface limitant.

Beretka et Van Der Touw (1989), après avoir confronté les modèles proposés par SCHILLER, RIDGE, TAPLIN, COMBE et un modèle de produit, trouvent un modèle de dissolution [96]:

$$\frac{d\alpha}{dt} = k\alpha(1-\alpha) \qquad (2\text{-}3)$$

Avec $\alpha = \frac{T_T_0}{T_f_T_0}$: le degré d'avancement de la réaction,

T_f : la température finale quand tout le semihydrate est hydraté,

T_0 : la température initiale,

k: le coefficient cinétique dépendant de la température $k = \mathrm{k_0}\exp(\frac{-A}{T})$

avec $A = 4500 cal/mol$ et $k_0 = 4{,}3.10^5.S^{-1}$.

Ce modèle rendrait le mieux compte de la réalité expérimentale [28].

Dans le prolongement des recherches sur les mécanismes d'hydratation du plâtre, l'étude menée par Jaffel (2006) remet en question l'adéquation de la seule théorie de Le Chatelier pour expliquer l'ensemble des phases de la réaction [94]. En effet, le processus d'hydratation du plâtre s'articule autour de plusieurs étapes successives, à savoir la dissolution initiale, la période de latence, la phase d'accélération, et enfin la phase de fin de réaction. L'existence de ces étapes a été confirmée par des techniques expérimentales telles que la conductimétrie et la calorimétrie.

Afin d'éclaircir ces phénomènes de manière plus précise, Jaffel (2006) propose une nouvelle interprétation fondée sur des mesures de relaxation magnétique du proton à bas champ. Ses travaux ont permis d'identifier la présence constante de deux formes d'eau distinctes durant l'hydratation. La première, majoritaire, est directement impliquée dans la réaction chimique et contribue de manière déterminante à la formation de la porosité. La seconde, en quantités inférieures, demeure emprisonnée dans les parties les plus restreintes de la matrice hydratée post-ingestion, à l'instar des amas d'aiguilles ou des espaces intercristallins.

À la lumière de ces résultats, l'approche expérimentale de Jaffel (2006) s'impose comme un complément pertinent et nécessaire à la théorie classique de Le Chatelier. Elle permet d'offrir une lecture plus fine et détaillée des mécanismes physico-chimiques intervenant lors de la prise du plâtre [94].

c. Gypse naturel

Le sulfate de calcium, ou calcium sulfate, est caractérisée par une solubilité élevée dans l'eau. Ce minéral se présente principalement sous deux formes cristallographiques distinctes et bien définies, comme l'indiquent des études récentes [56].

- Le gypse, ou sulfate de calcium dihydraté ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), est une forme d'hydrate de sulfate de calcium.
- L'anhydrite, ou calcium sulfate, se présente sous la forme anhydre, ce qui signifie qu'elle est dépourvue d'eau de cristallisation.

Figure 2-1 met en exergue les différences morphologiques et physiques notables entre ces deux variétés cristallines, soulignant ainsi la diversité de leurs structures et propriétés respectives.

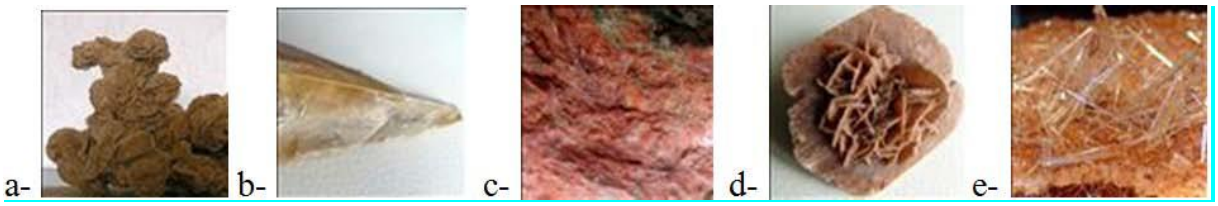


Figure 2-1 :Images de gypses naturelles : (a, d) Gypse rose des sables, (b) gypse en fer de lance, (c, e) gypse.

La quantité de sulfate de calcium pouvant se dissoudre, exprimée en grammes par kilogramme d'eau, est présentée dans le tableau Tableau 2-1 [19].

Tableau 2-1 : Solubilité en grammes, du sulfate de calcium, par kg d'eau.

N°	Température (°C)	Solubilité (g/Kgd'eau)	Observation

1	3	1,81	Solubilité maximale
2	20	2,04	
3	38	2,10	
4	100	1,69	

d. Gypse de synthèse

Ce composé chimique est le résultat d'un processus industriel de grande envergure. Sa synthèse est notamment induite par la production d'acides tels que l'acide phosphorique, l'acide borique, l'acide fluorhydrique, l'acide citrique ou encore l'acide tartrique. En outre, sa formation est associée à la fabrication de l'oxyde de titane et aux procédés de désulfuration des fumées dans les centrales thermiques [97].

2.1.1.3. Structure cristalline du gypse

Les recherches menées par Meille (2001) offrent une description détaillée de cette structure. Le cristal de gypse, de symétrie monoclinique, se compose d'un agencement en couches alternées d'ions calcium Ca^{2+} et de groupements sulfate SO_4^{2-}. Ces derniers possèdent une structure tétraédrique avec un atome de soufre central entouré de quatre atomes d'oxygène. Dans le cadre de l'étude de la structure des cristaux, il est important de noter que ces derniers sont séparés par des doubles couches d'eau. Cette caractéristique est à l'origine de la structure lamellaire du cristal, qui est particulièrement observable selon la direction cristallographique 001, comme l'illustre la Figure 2-2[64].

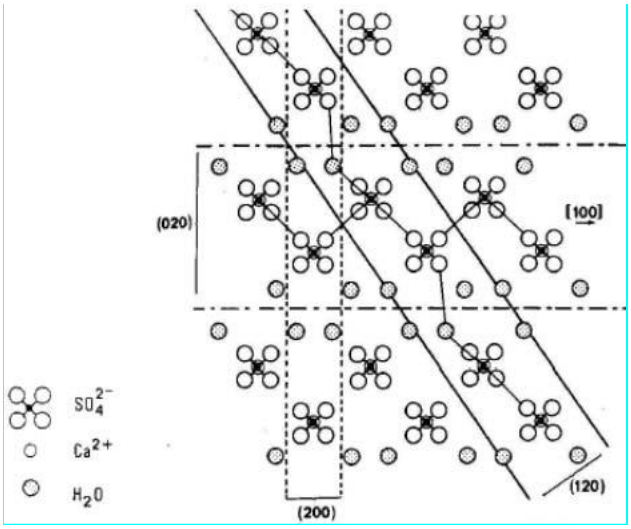


Figure 2-2 :Projection de la structure cristalline du gypse selon la direction 001.

2.1.1.4. Fabrication du semihydrate

Le terme « plâtre » fait référence, d'une part, à une poudre, désignée sous le nom d'« hémihydrate », et d'autre part, au matériau solide obtenu après son gâchage, dénommé « plâtre pris ». La fabrication de cette poudre implique une déshydratation partielle du gypse, visant à éliminer une partie de son eau de constitution. Ce processus thermique, qui induit des phénomènes de cristallisation, a fait l'objet

d'une attention particulière de la part de plusieurs chercheurs [98] [21]. Lors d'une cuisson s'échelonnant de 100 à 140 °C, il est possible d'observer l'apparition de deux formes d'hémihydrate distinctes : l'α-hémihydrate, qui se forme dans un environnement humide (vapeur d'eau), et le β-hémihydrate, qui se développe dans un milieu sec (à l'air libre). Le semihydrate obtenu présente une structure cristalline monoclinique. Cette transformation du gypse en hémihydrate peut être exprimée par l'équation suivante :

$$CaSO_4, 2H_2O \leftrightarrow CaSO_4, 1/2H_2O + 3/2H_2O \quad (2\text{-}4)$$

Lorsque la cuisson se prolonge jusqu'à environ 200 °C, on obtient l'anhydrite III, également appelée anhydrite soluble. Cette forme se caractérise par une instabilité structurelle qui favorise une réhydratation rapide en hémihydrate lorsque l'ion s'expose à la vapeur d'eau. Cette dernière se distingue par une configuration cristalline hexagonale. La transformation chimique correspondante peut être représentée par l'équation suivante :

$$CaSO_4, 2H_2O \leftrightarrow CaSO_4III + 2H_2O \quad (2\text{-}5)$$

L'anhydrite III subit une transformation en anhydrite II, qui se distingue par une structure cristalline orthorhombique, lorsque la température atteint approximativement 250 °C dans le cas du semihydrate α, et environ 400 °C à partir du semihydrate β :

$$CaSO_4III \leftrightarrow CaSO_4II \quad 2\text{-}6)$$

Lorsqu'une température de plus de 1200 °C est atteinte, on obtient l'anhydrite I, qui se distingue par une structure cristalline cubique à faces centrées. Cette transformation s'opère selon l'équation (**Error! Reference source not found.**) :

$$CaSO_4II \leftrightarrow CaSO_4I \quad 2\text{-}7)$$

Les formes α et β du semihydrate représentent les principaux produits issus de la déshydratation du gypse. Il a été démontré que l'ajout d'une faible quantité d'eau au semihydrate α permet d'obtenir un matériau aux excellentes propriétés mécaniques. Il est notamment utilisé pour des applications de précision telles que les moulages spéciaux ou la fabrication de prothèses dentaires. En revanche, le semihydrate β, une fois gâché, donne un matériau plus léger et moins résistant, ce qui le rend adapté aux usages courants tels que les enduits muraux et les plafonds.

Comme présenté dans le Tableau 2-2 **Error! Reference source not found.**, élaboré par Eve (2003), les principales caractéristiques du gypse ainsi que des produits dérivés issus de sa cuisson y sont

synthétisées. Cette compilation met en évidence les propriétés essentielles associées aux différentes phases de transformation du matériau [54].

Tableau 2-2 :Caractéristiques du système $CaSO_4$ et ses hydrates.

Phase	Gypse	Semihydrate α	Semihydrate β	Anhydre III	Surcuit
Système cristallin	Monoclinique	Rhomboédrique	Rhomboédrique	Hexagonal	Orthorhombique
Teneur en eau	20,93%	6,21%	6,21%	ε%	0
Masse moléculaire	172,17g	145,15g	145,15g	136,14g	136,14g
Masse volumique	2,31g/cm^3	2,76 g/cm^3	2,63 g/cm^3	2,95 g/cm^3	2,95 g/cm^3
Solubilité à 25°C	2,4 g/l d'eau	6,5 g/l d'eau	9,0 g/l d'eau	9,0 g/l d'eau	2,7 g/l d'eau
Préparation		Voie humide	Voie sèche		
Chaleur d'hydratation		- 4100 cal/mol	-4600 cal/mol		
Cristallisation		Compacte	spongieuse		
Surface spécifique		Faible	Elevée		

2.1.1.5. Structure cristalline du semihydrate

La structure cristallographique des semihydrates α et β a fait l'objet de plusieurs études [99] [100]. Comme le montre Figure 2-3 :Structure atomique du semihydrate sur le plan (001).Figure 2-3 [54], ces deux formes présentent une structure rhomboédrique. La distinction majeure entre ces deux formes réside dans leur degré de porosité. Le semihydrate α se distingue par une structure compacte et non poreuse, tandis que le β présente une texture poreuse, comme l'illustrent clairement les images MEB présentées dans la Figure 2-4 [94]. Cette différenciation s'avère déterminante dans l'exploration des divers champs d'application qui caractérisent ces dispositifs.

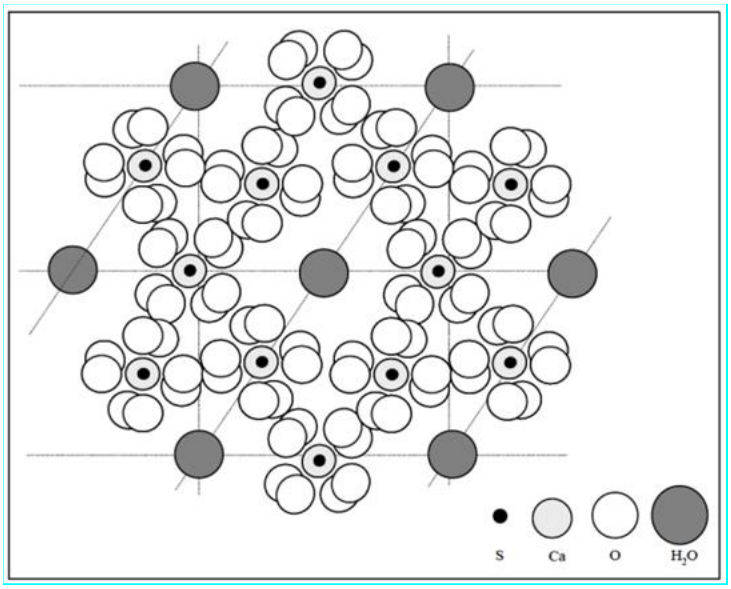


Figure 2-3 :Structure atomique du semihydrate sur le plan (001).

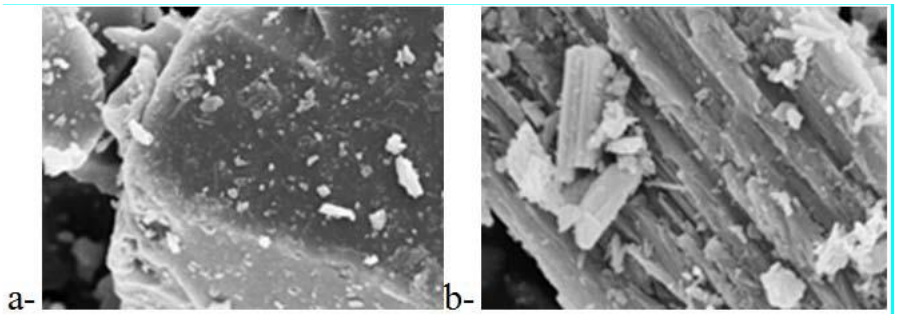


Figure 2-4 :Images MEB (5mμ) des plâtres Prestia (usine Mériel du groupe Lafarge) : a-semihydrate α; b-semihydrate β.

2.1.1.6. Microstructure du plâtre pris

Plus récemment, des études sur la microstructure du gypse durci ont été menées par [57]. Les résultats de l'étude ont révélé que le matériau en question présente une porosité significative, avec un taux d'environ 55 % lorsque le rapport (E/P) est de 0,8. La microstructure se caractérise par la présence de cristaux entrelacés, présentant une forme cristalline en aiguilles ou en plaques. La nature des liaisons entre ces cristaux est également sujette à variation, certains cristaux présentant des connexions lamellaires, tandis que d'autres cristaux présentent des interconnexions de type tenon et mortaise. L'image SEM de Figure 2-5 illustre visuellement cette disposition microstructurale du gypse.



Figure 2-5 :Enchevêtrement des cristaux du plâtre pris gâché à E/P =0,8 (Image MEB d'un faciès de rupture - 20μm) [57].

2.1.1.7. Comportements du plâtre

a. Comportement mécanique

Le gypse se caractérise par une dureté significative, mais cette propriété s'accompagne d'une fragilité notable. Les propriétés mécaniques de ce matériau sont grandement influencées par divers facteurs, notamment le type d'hémihydrate employé (α ou β), les conditions de préparation, et plus particulièrement le rapport (E/P), ainsi que l'effet de masse. En conséquence, la littérature scientifique fait état de variations considérables du comportement mécanique du gypse en fonction des paramètres appliqués lors du traitement. En 1992, Philippe Coquard a mené une étude approfondie sur la

résistance mécanique du gypse à l'état sec et humide, marquant ainsi une avancée significative dans le domaine de la compréhension des propriétés physiques du matériau [56]. Les résultats de l'étude menée ont permis de mettre en évidence une dispersion significative des valeurs de résistance. Cette dispersion semble être influencée par deux facteurs principaux : la taille des échantillons et les conditions dans lesquelles le matériau a été préparé. Par ailleurs, une loi de variation de la porosité (p) a été déterminer par Coquard (1992) établie pour le module d'Young (E) sous flexion en trois points, correspondant à des valeurs de porosité comprises entre 25 % et 75 % [56] :

$$E = 27(1 - 1{,}15p)^{1{,}84} \quad (2\text{-}8)$$

Dans le cadre de l'analyse du module d'Young du plâtre, il est établi que l'expression de ce module est principalement déterminée par les modalités de sa mise en œuvre. En effet, il a été constaté que la porosité, caractéristique intrinsèque du matériau, joue un rôle significatif dans cette expression. L'impact de la porosité sur les propriétés mécaniques du semi-hydrate a été confirmé par l'étude de Sylvain Meille en 2001, apportant un complément significatif à ces résultats [57]. Dans le cadre de ses recherches, il s'est intéressé aux interactions entre la mécanique des matériaux et leur microstructure. Dans le cadre de cette étude, l'approche fondée sur la propagation des ondes ultrasonores a été mise en œuvre afin de calculer le module d'élasticité (E) et le coefficient de Poisson (ν) du plâtre. Pour ce faire, les formules suivantes ont été utilisées :

$$E = \frac{\rho(1 + \nu\,(1\ \ 2\nu))}{1 - \nu} C_L^2 \quad (2\text{-}9)$$

$$\nu = \frac{2C_T^2 - C_L^2}{2(C_T^2 - C_L^2)} \quad (2\text{-}10)$$

ρ représente la masse volumique du matériau, tandis que C_L et C_T désignent respectivement les vitesses de propagation des ondes ultrasonores longitudinales et transversales à travers ce dernier.

Il convient de souligner que l'expression des propriétés mécaniques du plâtre ne peut être réalisée que de manière paramétrée, en considérant les conditions spécifiques de mise en œuvre. En effet, les caractéristiques mécaniques du matériau en question varient sensiblement en fonction des paramètres de préparation, à savoir le rapport (E/P), le type de plâtre utilisé ou encore le mode de sollicitation mécanique.

Dans cette optique, Peronnet (1996) a étudié le comportement à la rupture d'un plâtre de type semi-hydrate β, gâché avec un rapport E/P de 0,8. Les résultats de l'expérience ont permis de déterminer

une contrainte de rupture en traction de 2,3 MPa, une résistance en flexion à quatre points de 3,7 MPa, et une résistance en flexion à trois points de 3,2 MPa. Ces résultats suggèrent l'existence d'une corrélation significative entre les conditions de préparation et les performances mécaniques du matériau [101].

En guise de complément, le Tableau 2-3 des travaux de Peroglio Martynovitch (2008) rassemble diverses valeurs de caractéristiques physiques et mécaniques (notamment en compression) du plâtre durci. Ces valeurs sont obtenues en fonction des paramètres de mise en œuvre [102]. Ce tableau illustre de manière concrète la variabilité des performances du plâtre en fonction des conditions expérimentales appliquées.

Tableau 2-3:Propiétés mécaniques du plâtre pris en fonction des paramètres de mise en oeuvre.

	Plâtre α				Plâtre β			
E/P	$\rho(g.cm^{-3})$	E(GPa)	σ_{Max}(MPa)	ϵ_{Max}(%)	$\rho(g.cm^{-3})$	E(GPa)	σ_{Max}(MPa)	ϵ_{Max}(%)
0,35	1,6 ±0,02	21±0,7	41±7	2,3±0,3	-	-	-	-
0,4	1,6±0,02	16±0,3	39±4	3,8±0,2	1,4	4,9±0,6	24±2	2,5±0v8
0,5	-	-	-	-	1,3	1,3±0,3	17±1	2,6±0,2
0,6	-	-	-	-	1,2	1,4±0,5	12±2	1,7±0,6

b. Comportement hygrométrique

Le plâtre est un matériau qui présente une sensibilité particulière à l'humidité. Cette propriété justifie l'attention portée à l'étude de son comportement hygrométrique, notamment en raison de son impact direct sur les performances structurelles. Selon l'hypothèse de Sattler, le plâtre, lorsqu'il est pris et mouillé, manifeste des propriétés plastiques [103]. Cette affirmation a fait l'objet d'une vérification expérimentale par Philippe Coquard (1992). Ce dernier a mené un essai de flexion comparatif entre une poutre de plâtre sèche et une autre mouillée, confirmant ainsi le comportement attendu [56]. Il convient de préciser que cette notion de plasticité, telle qu'elle est employée ici, ne doit pas être confondue avec la plasticité classique. En effet, cette dernière fait référence à une capacité à changer de forme ou de comportement, tandis que la plasticité décrite ici est le résultat de glissements au niveau des interfaces intercristallines. Dans cette même perspective, Saâdaoui et al. ont démontré que l'accroissement du taux d'humidité facilite le glissement entre les cristaux, ce qui permet d'expliquer le comportement viscoélastique du plâtre humide [103]. Précédemment, Meille avait abouti à des conclusions similaires en analysant la corrélation entre la microstructure du plâtre et ses propriétés mécaniques dans un état humide [57]. Boustingorry a établi l'isotherme de reprise d'humidité d'une poutre en plâtre (16x4x4 cm^3), établissant ainsi sa correspondance avec l'isotherme de Nelson du gypse (Figure 2-6) [90]. Cette découverte a permis de souligner l'importance de l'humidité dans l'évolution des propriétés physiques du matériau.

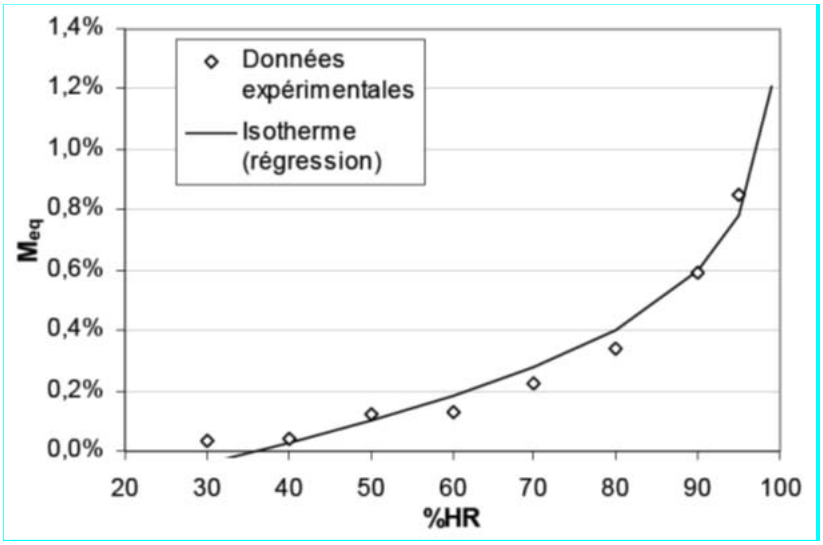


Figure 2-6 :Données expérimentales de reprise d'humidité d'une poutre de plâtre.

Il ressort de ces observations que le plâtre présente une capacité d'absorption d'eau accrue lorsque l'humidité relative de l'environnement est élevée. L'étude du comportement du plâtre en présence d'eau s'avère donc essentielle afin de mieux comprendre sa réponse face à l'humidité dans le cadre d'applications fonctionnelles. Des expérimentations menées en laboratoire [19] ont mis en évidence que ce matériau de construction joue un rôle important dans l'atténuation des variations hygrométriques de l'environnement où il est mis en œuvre.

c. Comportement thermique et au feu

Depuis ses premières applications, le plâtre a été reconnu pour ses propriétés de résistance au feu. Cette capacité a conduit à l'instauration, en 1667, d'un décret royal par Louis XIV imposant le revêtement de toutes les habitations avec du plâtre, dans le but de limiter la propagation des incendies.

Des recherches contemporaines ont démontré qu'après sa prise, le plâtre renferme environ 21 % d'eau de cristallisation par rapport à sa masse totale. Cette eau est libérée progressivement, dont les trois quarts s'échappent vers 150°C, tandis que le quart restant est libéré aux alentours de 290°C. La vaporisation de cette eau nécessite une énergie importante, soit environ 710 kJ pour la rupture des liaisons cristallines, auxquels s'ajoutent 543 kJ correspondant à la chaleur latente de vaporisation — représentant un total de plus de 1250 kJ/kg de plâtre. Ainsi, lors d'un incendie, l'eau contenue dans le plâtre absorbe une quantité considérable de chaleur au moment de sa vaporisation, retardant la montée en température et conférant au matériau une résistance accrue au feu. À titre d'illustration, une cloison de 10 m² constituée de carreaux de plâtre d'une épaisseur de 7 cm peut absorber environ 150000 kJ pour libérer et vaporiser près de 132 kg d'eau, démontrant la remarquable capacité thermique du plâtre dans des conditions extrêmes [104].

La structure poreuse du plâtre, résultant de la déshydratation et de l'évaporation de l'eau lors du processus de séchage, confère à ce matériau une conductivité thermique réduite. Le Tableau 2-4 [19] expose les propriétés thermiques majeures de l'objet d'étude, mettant en exergue son rôle de conducteur thermique de faible performance. Cette faible conductivité thermique permet au plâtre de se distinguer comme un excellent isolant thermique.

Tableau 2-4 :Caractéristiques thermiques du plâtre.

Masse volumique (kg/m^3)	Conductivité thermique utile $\lambda(w.m^{-1}k^{-1})$	Capacité thermique massique $c_p(J.kg^{-1}.K^{-1})$	Facteur de résistance à la vapeur d'eau μ	
			Sec	Humide
600	0,18	1000	10	4
900	0,30	1000	10	4
1200	0,43	1000	10	4
1500	0,56	1000	10	4

2.1.1.8. Applications du plâtre

Le plâtre, matériau de construction à la fois protecteur, décoratif et fonctionnel, est largement utilisé dans le secteur du bâtiment. Les recherches récentes ont permis d'élargir ses domaines d'application, notamment dans les constructions écologiques, l'efficacité énergétique et la sécurité incendie. Dans le contexte de la construction et de la décoration intérieure, ce matériau est traditionnellement employé en tant que revêtement mural. Il confère une esthétique agréable ainsi qu'une protection contre les influences extérieures, telles que les intempéries ou la pollution. Il est également employé dans la fabrication d'éléments décoratifs pour les édifices patrimoniaux et contemporains [105]. Du point de vue hygrothermique, les enduits modernes, tels que ceux enrichis en matériaux comme les polymères superabsorbants, la perlite ou la vermiculite, offrent la possibilité d'améliorer l'isolation thermique et de réguler l'humidité ambiante. Cette amélioration du confort intérieur, conjuguée à la réduction de la consommation énergétique, est une avancée significative dans le domaine de l'efficacité énergétique des bâtiments [105] [3]. En outre, les enduits à base de terre crue ou d'argile présentent des propriétés équivalentes en contribuant à l'équilibre naturel de l'humidité intérieure [105]. Sur le plan de la composition matérielle, le plâtre figure parmi les matériaux composites légers, élaborés en vue de la préfabrication de panneaux, de faux plafonds et de cloisons. Cette intégration s'explique par leur faible densité et leur résistance mécanique satisfaisante, contribuant ainsi à une optimisation du transport et de la mise en œuvre [106]. En outre, dans une perspective de développement durable, l'intégration de matériaux recyclés tels que le polystyrène expansé, les fibres de pneus ou les déchets de chantier permet de produire des produits écologiques tout en conservant de bonnes performances physiques [106]. Dans le domaine de la sécurité, certains plâtres techniques, enrichis en microsphères aluminosilicatées, ont la capacité de former des couches protectrices en cas

d'incendie. Ces couches permettent de ralentir efficacement la propagation de la chaleur et d'améliorer la sécurité des constructions [107] [108].

2.1.2. Présentation physico-chimique

La matrice minérale utilisée est un plâtre blanc de type semi-hydrate ($CaSO_4 \cdot ½H_2O$), communément appelé plâtre à modeler. Ce matériau est fourni par l'usine COLPA (Cosider – Lafarge Plâtres Algérie), située à El-Adjiba, dans la wilaya de Bouira, avec un siège commercial établi à la RN5, Zone industrielle, Rouiba – Haouch Sbaat, Alger [109].

Le plâtre est obtenu par cuisson du gypse naturel provenant du gisement de Manhar, suivie d'un processus de broyage selon les méthodes décrites au paragraphe (2.1.1.4). Ce traitement thermique permet la déshydratation partielle du gypse ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) pour donner le semi-hydrate ($CaSO_4 \cdot ½H_2O$). Le produit final se présente sous forme de poudre blanche fine (voir *Figure 2-7*-a). Lorsqu'il est mélangé à de l'eau — une étape appelée gâchage — il forme une pâte fluide blanche (*Figure 2-7*-b) qui durcit progressivement (*Figure 2-7*-c), conformément au mécanisme de réhydratation décrit au paragraphe (2.1.1.2.b).

Ce plâtre semi-hydrate commercialisé sous le nom de Manhargypes est conditionné en sacs de 40 kg, facilitant ainsi sa manipulation et son utilisation sur chantier. Il est largement utilisé dans le secteur du bâtiment, notamment pour :

- les travaux de rebouchage, de lissage et d'enduisage intérieur sur différents types de supports (béton, ciment, plaques de plâtre, etc.) ;
- la fabrication d'éléments décoratifs (corniches, moulures, rosaces) ;
- ainsi que pour la réalisation d'éléments préfabriqués tels que carreaux, panneaux ou revêtements de surface.

a-  b-  c- 

Figure 2-7 : Phases du plâtre : a-poudre de semihydrate , b-solution plâtre-eau, c-plâtre solide.

2.1.3. Paramètres de gâchage :

L'hémihydrate est préparé en éliminant partiellement l'eau du gypse. Au contact de l'eau, il récupère cette quantité perdue pour revenir à son état d'origine de gypse, dès qu'il atteint le degré d'hydratation complet. Ce phénomène unique est connu sous le nom de processus de prise ou de durcissement propre au gypse [110].

La préparation du gypse s'effectue selon le protocole de mélange (gâchage) décrit dans le chapitre précédent, en utilisant de l'eau déminéralisée avec un rapport (E/P) égal à 0.75, sans ajout d'additifs, d'accélérateurs ou d'inhibiteurs de prise. À ce rapport, la pâte d'hémihydrate présente une fluidité suffisante, ce qui ralentit relativement la vitesse de prise et offre un temps de manipulation approprié pendant le moulage.

Le mélange s'effectue selon des étapes précises, car la méthode de mélange a une influence directe sur les propriétés finales du matériau:

- Le gypse est pesé en quantités calculées avec précision, en tenant compte de la densité apparente du gypse, la concentration des fibres, ainsi que de la densité des fibres, du rapport E/P et le volume du moule.
- Le gypse est dispersé à la surface de l'eau en 30 secondes, en évitant d'introduire des bulles d'air.
- Laisser reposer le mélange pendant une minute afin d'assurer une humidification homogène de toutes les particules de poudre.
- Mélanger à l'aide d'un mélangeur manuel pendant 30 secondes, en effectuant 30 mouvements hélicoïdaux.
- Laisser reposer le mélange pendant 30 secondes supplémentaires.
- Remélanger de la même manière pendant 30 secondes supplémentaires.
- Verser la pâte directement dans le moule préparé au préalable.
- **Traitement et séchage des échantillons à l'étuve**

  Après démoulage, les échantillons sont placés à l'étuve pour éliminer l'excès d'eau. La température doit être maintenue avec précision entre 40 et 45 °C, conformément aux pratiques de laboratoire standard pour ce type de matériau. Le séchage dure généralement 48 heures, mais doit se poursuivre jusqu'à obtention d'une masse stable, ce qui peut prendre jusqu'à 72 heures. Pour garantir une élimination efficace de l'humidité et une homogénéité thermique

optimale à l'intérieur de l'étuve, l'utilisation d'une étuve à ventilation forcée (équipée d'un ventilateur) est indispensable.

2.2. Renfort Agave americana

2.2.1. Présentation de la fibre

Agave americana, communément appelée agave, est une plante succulente appartenant au genre *Agave* et à la famille des Agavaceae (Figure 2-8). Probablement l'espèce la plus connue parmi les agaves ornementaux, elle est largement répandue dans les zones tempérées et tropicales, avec une forte présence dans les régions arides et semi-arides. Cette plante se caractérise par une grande rosette de feuilles charnues, épaisses et rigides, bordées d'épines et terminées par une pointe particulièrement acérée. Ces feuilles, longues et résistantes, possèdent des pointes suffisamment dures pour perforer tissus et cuir. Les fibres qu'elles contiennent sont généralement plus grossières que celles des fibres libériennes. L'agave présente une capacité d'adaptation notable à son environnement : en saison sèche, elle réduit sa surface d'évaporation en recroquevillant ses feuilles ; face à une chaleur intense ou à un ensoleillement excessif, elle modifie l'angle de celles-ci pour optimiser la réception ou limiter l'exposition solaire. Traditionnellement, les populations rurales extraient ses fibres pour la confection de cordages et de textiles grossiers.



Figure 2-8 : La plante Agave americana.

2.2.2. Extraction des fibres à partir de plantes

L'Agave americana, plante sauvage de la famille des Agavaceae, se distingue par ses feuilles en forme de sandwich pouvant atteindre 2,30 m de long. L'un des principaux défis de la recherche consiste à optimiser les techniques d'extraction afin de développer des méthodes économiques préservant les

propriétés physico-chimiques des fibres. À cette fin, plusieurs protocoles basés sur la biodégradation et le rouissage ont été mis au point. Belaadi [111] propose deux variantes : l'enfouissement des feuilles dans le sol à 30 cm de profondeur pendant 90 à 100 jours, ou une immersion plus rapide dans un milieu aqueux clos (fût) pendant 15 à 21 jours à température ambiante (25-30 °C) afin d'accélérer la dégradation bactérienne. Dans une approche similaire de rouissage à l'eau, Idres [112] recommande une immersion dans de l'eau potable à une température contrôlée de 37 °C pendant une dizaine de jours, ce qui permet d'obtenir des fibres blanchâtres après plusieurs lavages. Parallèlement, pour une caractérisation chimique approfondie, des techniques de macération à froid avec des solvants de polarité croissante (hexane puis chloroforme) sont utilisées après conservation des feuilles à -10 °C ([113], [112]). Cette diversité de procédés, combinant biodégradation naturelle et extractions chimiques, permet une compréhension globale des propriétés de l'agave en vue de son intégration optimale comme renfort dans les biocomposites.

Les échantillons d'Agave americana (Figure 2-8) utilisés dans cette étude ont été prélevés dans leur habitat naturel, au sein du massif montagneux de Sidi Raghis, situé dans la wilaya d'Oum El Bouaghi (est de l'Algérie). Afin d'assurer une séparation optimale des faisceaux fibreux tout en préservant leur intégrité structurelle, un protocole d'extraction hybride a été mis au point. Ce procédé (Figure 2-9) repose sur la synergie entre des contraintes mécaniques précises et un processus de rouissage biologique contrôlé. L'approche expérimentale adoptée se déroule selon les étapes suivantes :

1. Prétraitement et fragmentation : Dans un premier temps, l'épiderme externe vert, ainsi que les épines latérales et terminales, sont retirés manuellement à l'aide d'un côteau. Pour faciliter la manipulation et l'immersion, les feuilles sont ensuite coupées en trois sections transversales distinctes.

2. Séchage et macération préliminaires : Les segments obtenus sont exposés à la lumière directe du soleil pendant 48 heures, une étape cruciale pour réduire leur teneur en eau initiale et favoriser leur retrait. Les échantillons sont ensuite immergés dans un bain d'eau pendant au moins deux semaines. Cette phase de macération biologique est essentielle pour induire la biodégradation des tissus charnus (parenchyme) entourant les faisceaux de fibres.

3. Extraction et raffinage mécaniques : Afin d'optimiser le rendement et de réduire le temps de traitement, une technique d'abrasion mécanique directe est appliquée aux tissus ramollis pour extraire les fibres et éliminer mécaniquement toute trace de lignine et d'hémicellulose.

4. Traitement de finition : Enfin, les fibres isolées sont immergées pendant 72 heures dans de l'eau distillée. Ce rinçage prolongé purifie les fibres en éliminant les traces résiduelles de composants non cellulosiques, ce qui permet d'obtenir des renforts prêts pour les tests de caractérisation .

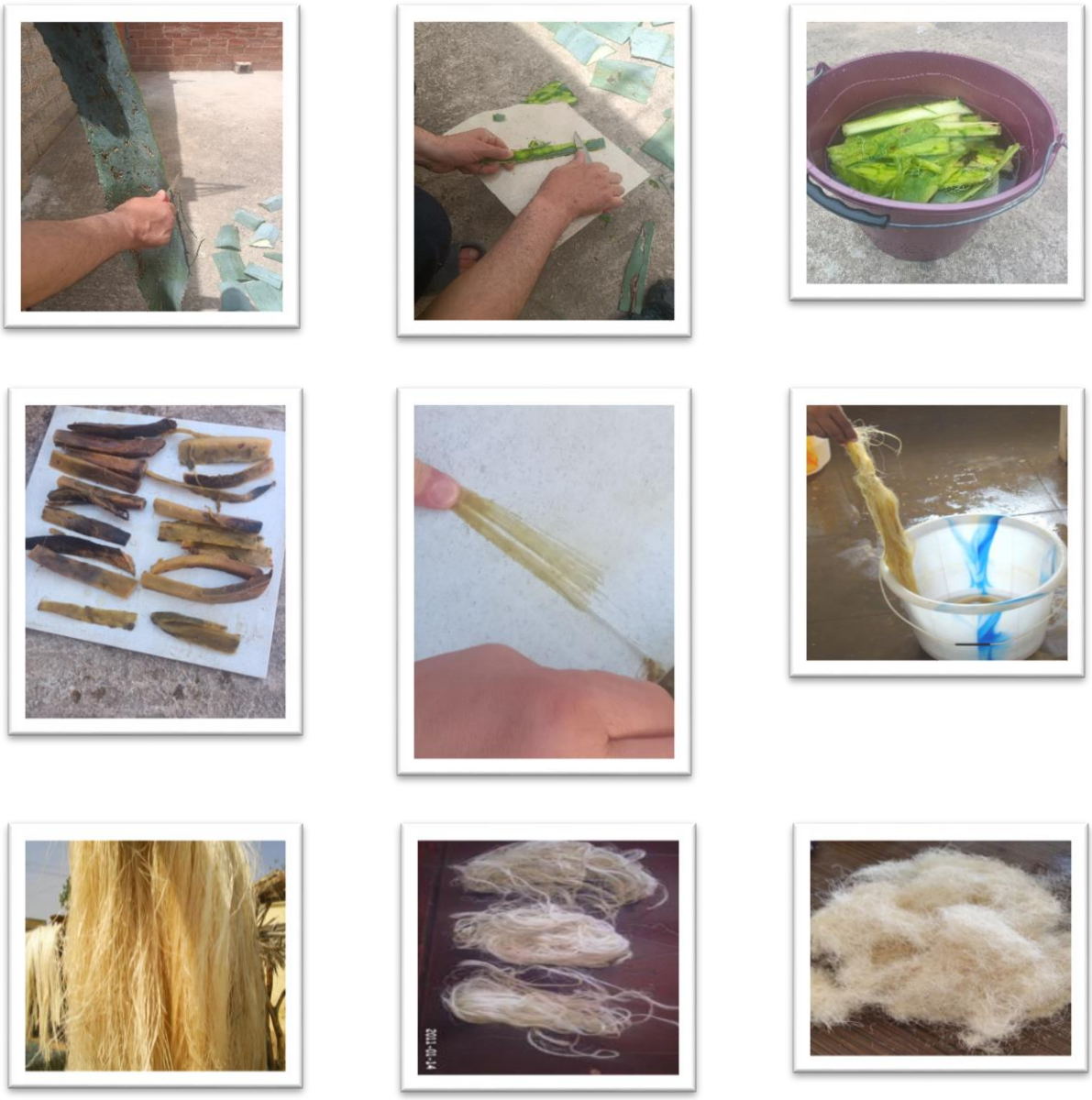


Figure 2-9 :Extraction des fibres d'Agave americana.

2.2.3. Présentation physico-chimique

Les recherches menées par M. Mylsamy K. (2011) a permis de révéler des informations détaillées sur les fibres d'agave [114], tandis que plusieurs travaux récents [6], [115], [116], [117], [118], [7], [5] et [119] se sont penchés sur ce sujet. Dans les paragraphes suivants, nous procéderons à la présentation des principaux éléments issus des recherches menées.

2.2.3.1. Evaluation de la masse volumique

D'après les travaux de Tesfamariam Teklu Gebretsadik, l'analyse comparative de la densité linéaire (exprimée en tex) révèle que les fibres d'Agave americana présentent systématiquement des valeurs plus élevées et une plus grande stabilité structurelle que celles d'Agave sisalana lors des trois sessions de test. En effet, Gebretsadik souligne que lors du premier test, Agave americana affiche une densité linéaire de 30,59 ± 0,45 tex, contre 28,13 ± 0,79 tex pour Agave sisalana. Bien que l'auteur ait constaté une diminution générale de la masse linéaire lors du deuxième test, Agave americana a conservé sa supériorité avec 28,46 ± 1,04 Tex, tandis qu'Agave sisalana a atteint son niveau le plus bas avec 24,08 ± 1,48 Tex. Enfin, le troisième test a montré une tendance à la hausse et un resserrement de l'écart entre les deux espèces, les valeurs se stabilisant respectivement à 30,03 ± 0,97 Tex et 29,21 ± 2,03 Tex. Il convient de noter que les écarts-types obtenus par le chercheur, généralement plus élevés chez Agave sisalana, indiquent une plus grande dispersion des mesures, suggérant une plus grande hétérogénéité morphologique de ses fibres par rapport à l'homogénéité relative observée chez Agave americana [5]. Cette stabilité relative est cependant en désaccord avec les valeurs de Msahli qui sont plus faibles (24 tex) [115] [118]. L'écart observé peut être expliqué par des facteurs tels que les conditions environnementales de culture, les méthodes d'extraction et de traitement, ou encore des facteurs physiologiques comme le stade de maturité ou la position des fibres dans la feuille.

Pour la densité des fibres, les chiffres sont aussi différents selon les sources. Msahli et al. [115] citent une densité plus élevée que celle de Mylsamy (2011) pour les fibres brutes [114], ce qui montre encore une fois l'effet des espèces, des conditions de culture et des méthodes de préparation. L'action d'un traitement alcalin joue un rôle crucial : une concentration modérée de soude entraîne une densité plus élevée, due à l'élimination partielle des constituants amorphes tels que l'hémicellulose, la lignine et les cires [114]. Ce processus permet la purification de la cellulose et un compactage de la structure fibreuse. Par contre, des traitements plus concentrés entraînent une diminution de la densité, témoin d'une dégradation de la matrice cellulosique et d'une augmentation de la porosité due à une dissolution excessive des constituants.

Ces résultats confirment que le traitement alcalin doux est un bon compromis pour améliorer la densité et donc le potentiel mécanique des fibres, alors que les traitements plus agressifs sont destructeurs pour leur intégrité et leurs performances globales.

2.2.3.2. Analyse par microscope électronique à balayage

L'observation des surfaces (*Figure 2-10*) montre des rugosités, des fissures longitudinales et des revêtements, probablement dus à la méthode d'extraction. Cela implique qu'il faut améliorer ou ajuster davantage le procédé pour minimiser les dommages constatés, surtout sur les fibres d'Agave

americana. De plus, ces modifications de surface peuvent être un avantage potentiel, car elles améliorent l'adhérence entre les constituants lors de la fabrication de matériaux composites [5].

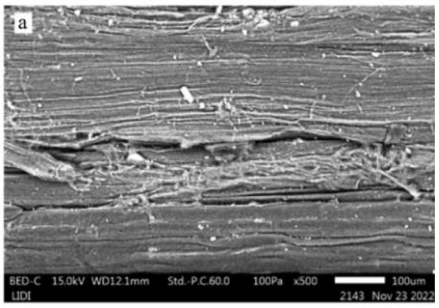


Figure 2-10 :Observation micriscopique de la fibre d'agave americana *[5]*.

La Figure 2-11 présente les vues longitudinale (Figure *2-11*a) et transversale (Figure *2-11*b) d'une fibre d'Agave americana. L'observation au MEB révèle des stries longitudinales typiques des fibres végétales longues. La structure est composite : les fibres élémentaires (Figure *2-11*c) sont collées entre elles par des substances naturelles adhésives (lignine, pectine, hémicelluloses) qui enrobent aussi la surface extérieure. Ce revêtement donne aux fibres une meilleure résistance à certains agents extérieurs, tels que les produits chimiques doux (acides et alcalis) et les rayons UV (jusqu'à 108 h) [117]. Les fibres d'Agave americana sont des fibres techniques, de sections ovales et irrégulières avec un lumen large, et une structure hélicoïdale en spires carrées. Deux paramètres morphométriques les définissent : la longueur moyenne d'un côté de la spirale (10,1 μm) et le diamètre moyen (3,1 μm).

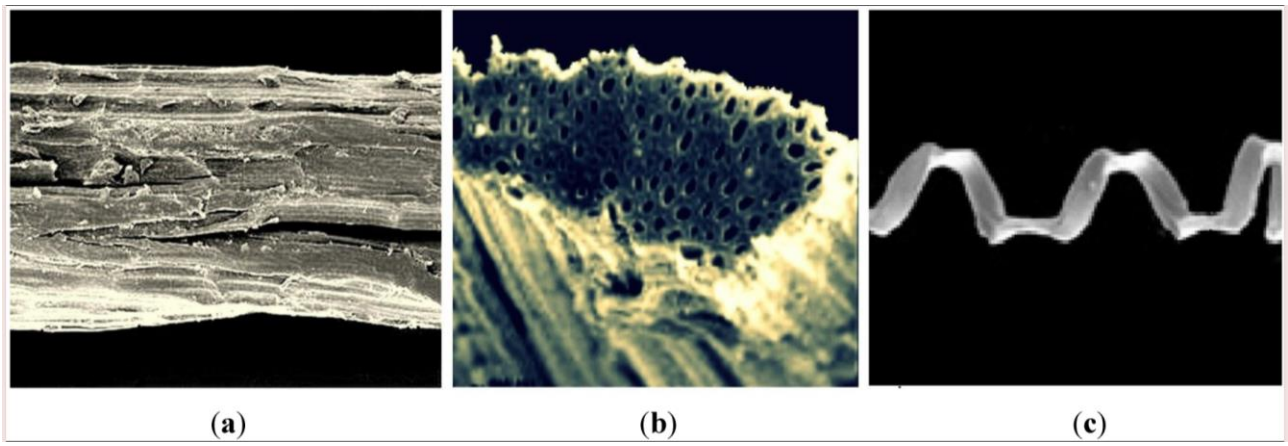


Figure 2-11 : (a) Vue longitudinale de la fibre; (b) Coupe transversale de la fibre ; (c) Fibre élémentaire [117].

La Figure 2-12 présente la mesure du diamètre et une image microscopique par le logiciel Mesdan Image Analyser. On constate une grande variabilité du diamètre le long d'une même fibre, due aux conditions environnementales et locales de croissance. Cette disparité dimensionnelle, fréquente dans les fibres naturelles, est une contrainte majeure à leur polyvalence [5].

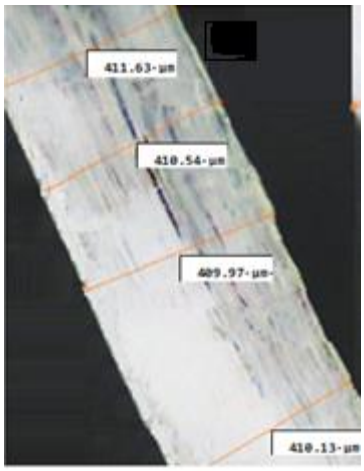


Figure 2-12 : Image microscopique optique des fibres d'agave américain [5].

2.2.3.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

La spectroscopie FTIR est une méthode non destructive, en particulier les spectroscopies de réflectance totale atténuée (ATR) et de proche infrarouge (NIR) qui sont largement utilisées aujourd'hui. Il s'agit d'une méthode puissante pour analyser les matériaux, en particulier la structure des fibres. C'est un moyen rapide d'obtenir des informations sur la composition des fibres et de détecter d'éventuels changements après des traitements physiques et chimiques. La technique des granules de bromure de potassium (KBr) a été utilisée pour mesurer les spectres de transmittance infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les échantillons ont été préparés en broyant 2 mg de fibres d'agave séchées, puis en ajoutant 100 mg de bromure de potassium (KBr). Le mélange a ensuite été comprimé pour former des pastilles de 1 mm d'épaisseur (pression de 8 bars). Le spectre étudié représente une moyenne de dix. Au total, dix balayages ont été effectués pour chaque échantillon, à l'aide d'un spectromètre Avatar 330 d'une résolution de 4 cm^{-1}. Les spectres infrarouges ont été enregistrés dans la gamme de 4000-400 cm^{-1}.

L'analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des fibres d'agave (*Figure 2-13*) révèle la présence de plusieurs groupes fonctionnels caractéristiques des principaux composants de la biomasse végétale, notamment la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. En lien avec l'étude menée par El Oudiani (2017) sur les fibres d'agave, une analyse FTIR a été réalisée sur ces dernières et des résultats satisfaisants ont été obtenus [7]. La bande entre 3600 et 3100 cm^{-1} correspond aux liaisons hydrogène (O-H) présentes dans les molécules de cellulose, indiquant la présence de groupes hydroxyles impliqués dans la structure des polysaccharides. En outre, les bandes entre 2950 et 2854 cm^{-1} sont indicatives de la présence de groupes hydroxyle dans la structure des polysaccharides : Ces pics sont associés aux vibrations d'élongation des liaisons C-H des groupes méthyle (CH_3) et méthylène (CH_2), présents dans la cellulose et l'hémicellulose. Bande entre 1740 et 1600 cm^{-1} : Cette

zone correspond aux vibrations des groupes carbonyles (C=O) des groupes acétyles présents dans l'hémicellulose, caractérisant leur structure chimique. Le pic de 1440 cm-¹ est attribué à l'allongement symétrique des groupes CH_2, qui font partie des chaînes polymériques des polysaccharides. Le pic de 1291 cm-¹ correspond à la déformation des liaisons C-O des groupes acétyl xylan, caractéristique de la lignine, composant essentiel des fibres végétales. Le pic de 1022 cm-¹ est lié aux vibrations d'élongation des liaisons C-O et O-H, qui font partie intégrante des polysaccharides constituant la structure cellulaire. Le pic de 568 cm-¹ est lié à la déformation de la liaison C-OH, confirmant la présence de cellulose. Ces résultats corroborent donc la composition des fibres d'agave, soulignant la prévalence de la cellulose, en conjonction avec la présence d'hémicellulose et de lignine, qui jouent un rôle déterminant dans leurs caractéristiques structurelles et mécaniques [120] [121] [5].

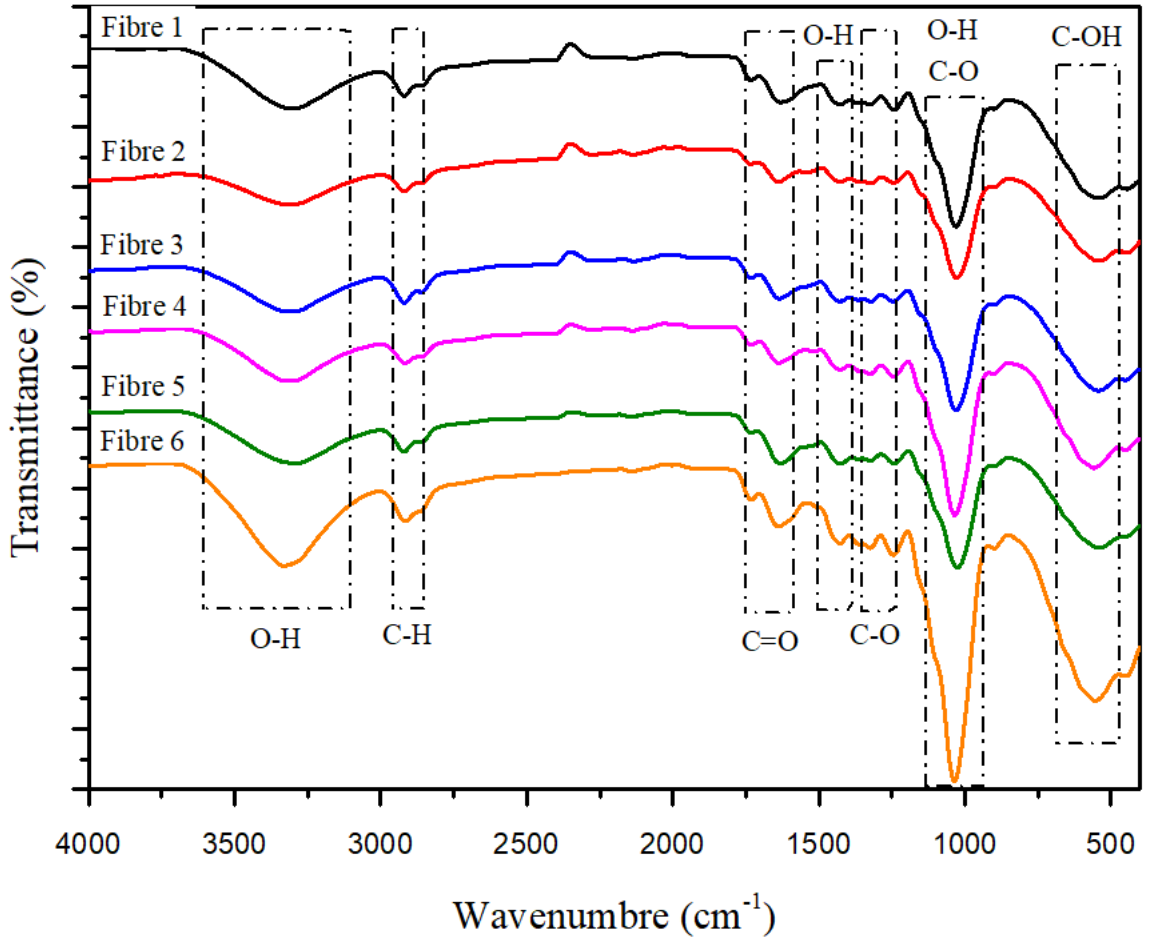


Figure 2-13 : Spectroscopie FTIR des fubres d'agave pour différents diamètres.

2.2.3.4. Composition chimique

L'étude des propriétés chimiques des fibres d'agave est essentielle à la compréhension des mécanismes d'adhésion interfaciale et à la prédiction des performances mécaniques des biocomposites à base de gypse. L'analyse comparative menée par Gebretsadik et al. (2023) révèle des

variations structurales importantes entre Agave americana et Agave sisalana (sisal). Premièrement, les fibres de sisal se distinguent par une teneur en cellulose plus élevée (66,44 %) que celle d'Agave americana (59,5 %). La cellulose étant le principal polymère structural responsable de la rigidité et de la résistance à la traction des fibres végétales, cette concentration élevée confère au sisal un potentiel de renforcement mécanique initial supérieur [5]. Cependant, les données de la littérature nuancent cette hiérarchie : Hulle et al. (2015) rapportent une variabilité importante chez Agave americana, la teneur en cellulose variant de 68 % à 80 % selon la maturité de la plante et la méthode d'extraction [117]. Cette forte proportion, confirmée par Mylsamy (2011) à 68,42 % pour les fibres brutes, démontre que l'Agave americana reste parfaitement compétitive pour assurer un transfert de charge efficace au sein d'une matrice fragile comme le plâtre [114].

Outre la fraction cellulosique, les composants amorphes non cellulosiques (hémicellulose, pectine) et les cires jouent un double rôle, souvent antagoniste. D'une part, les fibres brutes d'Agave americana présentent, selon Gebretsadik et al. (2023), des proportions plus élevées d'hémicellulose (17,4 %) et de pectine (6,80 %), ce qui est directement corrélé à leur hydrophilie et à leur teneur en eau plus élevée (environ 8 % selon Hulle et al., 2015). Dans le cadre du développement des composites de plâtre, cette hydrophilie représente un paramètre critique. En absorbant une partie de l'eau de gâchage, ces fibres modifient le rapport eau/plâtre effectif, perturbant ainsi la cinétique d'hydratation et le temps de prise de la matrice. De plus, la présence de ces fractions cimentaires amorphes et de cires de surface (estimée à 0,26 % par Hulle et al., 2015) tend à affaiblir l'adhérence interfaciale en limitant le contact direct avec la matrice. À l'inverse, la lignine, dont les teneurs restent relativement homogènes et varient de 5 % à 17 % selon l'étude et l'espèce (13,6 % pour Agave americana et 15,9 % pour le sisal selon Gebretsadik et al., 2023), agit comme une barrière protectrice bénéfique, conférant aux fibres une stabilité thermique importante et une protection biologique intrinsèque contre les milieux alcalins.

Compte tenu des limitations imposées par la présence de composés amorphes en surface, un traitement chimique est essentiel pour optimiser l'ancrage mécanique. Les travaux de Mylsamy (2011) sur l'alcalinisation (traitements au NaOH) soulignent l'efficacité de cette stratégie. Un traitement optimal à 5 % de NaOH permet la dissolution sélective des composants non cellulosiques, entraînant l'élimination complète des hémicelluloses et le lessivage total des cires (de 0,26 % à 0,00 %). Ce procédé purifie la surface de la fibre, augmente sa rugosité et expose directement les microfibrilles de cellulose, dont la teneur relative atteint alors un pic de 86,27 % en poids. Simultanément, la stabilité relative de la lignine (qui ne diminue que légèrement, de 4,85 % à environ 4,15 %) préserve la rigidité structurale de la fibre. Cependant, Mylsamy (2011) met en garde contre une alcalinité excessive : à des concentrations de NaOH de 10 % et 15 %, une diminution progressive

de la teneur en cellulose est observée (de 84,58 % à 78,89 %), indiquant une dégradation partielle des chaînes polymères.

2.3. Conclusion

Le plâtre utilisé dans cette étude est un semi-hydrate blanc ($CaSO_4 \cdot ½H_2O$) commercialisé sous le nom Manhargypes et fourni par la société COLPA. Issu de la cuisson et du broyage du gypse naturel, il se présente sous forme de poudre fine dont la prise repose sur un mécanisme de réhydratation caractéristique [110]. Préparé avec un rapport E/P de 0,75, sans additifs, ce matériau est couramment employé dans le bâtiment pour le rebouchage, l'enduisage, la préfabrication et les éléments décoratifs.

Les fibres végétales utilisées proviennent de l'Agave americana, plante succulente adaptée aux environnements arides et traditionnellement valorisée pour la confection de cordages et textiles. Leur extraction, réalisée à partir de feuilles matures récoltées en Algérie, combine procédés mécaniques et traitements aqueux, visant à éliminer lignine et hémicellulose pour obtenir des fibres homogènes. Ce protocole d'extraction influence fortement la qualité et la performance mécanique du matériau obtenu [5] [6].

Sur le plan physico-chimique, les fibres présentent une densité et une morphologie variables selon les conditions de culture, de maturation et de préparation, avec un effet marqué des traitements alcalins sur leur compacité et leur résistance [114]. Les observations morphologiques révèlent une structure complexe, composée de fibres élémentaires liées par lignine, hémicelluloses et pectines, conférant à la fois protection et rugosité favorable à l'adhésion dans les composites [5] [117].

L'analyse spectroscopique FTIR confirme la présence de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, identifiables par leurs bandes caractéristiques [7] [120] [121]. La cellulose, prédominante, assure rigidité et stabilité, tandis que l'hémicellulose et la lignine influencent la flexibilité, la résistance chimique et la durabilité des fibres.

Dans l'ensemble, la combinaison du plâtre semi-hydrate et des fibres d'Agave americana offre un matériau biocomposite présentant un fort potentiel, mais dont les performances restent étroitement liées aux méthodes de préparation et aux caractéristiques intrinsèques des fibres naturelles.

Chapire 3 :

Approche expérimentale du comportement mécanique et thermique

Chapitre 3: Approche expérimentale du comportement mécanique et thermique

Introduction

Après avoir exposé, dans le chapitre précédent, les propriétés physiques et chimiques des matériaux étudiés — à savoir le plâtre et la fibre d'Agave americana —, le présent chapitre est consacré à l'analyse de leurs propriétés mécaniques. La méthodologie adoptée repose dans un premier temps sur la caractérisation individuelle des constituants, notamment la fibre d'Agave americana et le plâtre gâché avec un rapport (E/P) de 0,75 sans renforcement. Dans un second temps, l'étude s'attache à examiner le comportement mécanique du biocomposite Plâtre/Agave à travers des essais de compression et de flexion trois points. Enfin, une analyse complémentaire est consacrée à l'évaluation du comportement thermique de ces biocomposites.

3.1. Caractérisation en traction de la fibre d'Agave

3.1.1. Matériel et méthodes

3.1.1.1. Eprouvettes

Une fois les fibres élémentaires isolées, elles sont déposées manuellement sur des cadres en papier à fenêtre (Figure 3-1). Une goutte de colle est ensuite déposée à chaque extrémité de la fibre. Ce cadre en papier permet de manipuler la fibre et d'éviter toute rupture prématurée lors de la mise en place sur les morts de la machine de traction.

On remarque que le diamètre extérieur de la fibre n'est pas constant (Figure 2-12). Cela a amené plusieurs auteurs à proposer des méthodes approchées pour estimer le diamètre des fibres, comme la méthode de mesure par diffraction de la lumière de C. Romão (2004) [122], la méthode de mesure par microscopie électronique SEM de LY Mwaikambo (2006) [123], afin de minimiser les erreurs, R. Schledjewski (2019) a mesuré le diamètre en trois points le long de chaque fibre à l'aide de micrographies optiques et le diamètre moyen a été utilisé pour calculer les propriétés de la fibre [124], ou la méthode de mesure ponctuelle en tenant compte de la non-circularité de la section de Munawar (2007) [125].

Il a été constaté que, quelle que soit la position des fibres dans la plante, la morphologie d'une fibre élémentaire d'Agave est généralement polygonale irrégulière et non uniforme sur toute sa longueur. Cette enveloppe extérieure, assez complexe, peut être différente d'une fibre à l'autre ou d'une zone à l'autre. Par conséquent, il est impossible de connaître précisément le diamètre de cette fibre. Une méthode approximative a donc été utilisée, consistant à prendre plusieurs mesures du diamètre le long de la fibre pour en déduire le diamètre extérieur moyen.

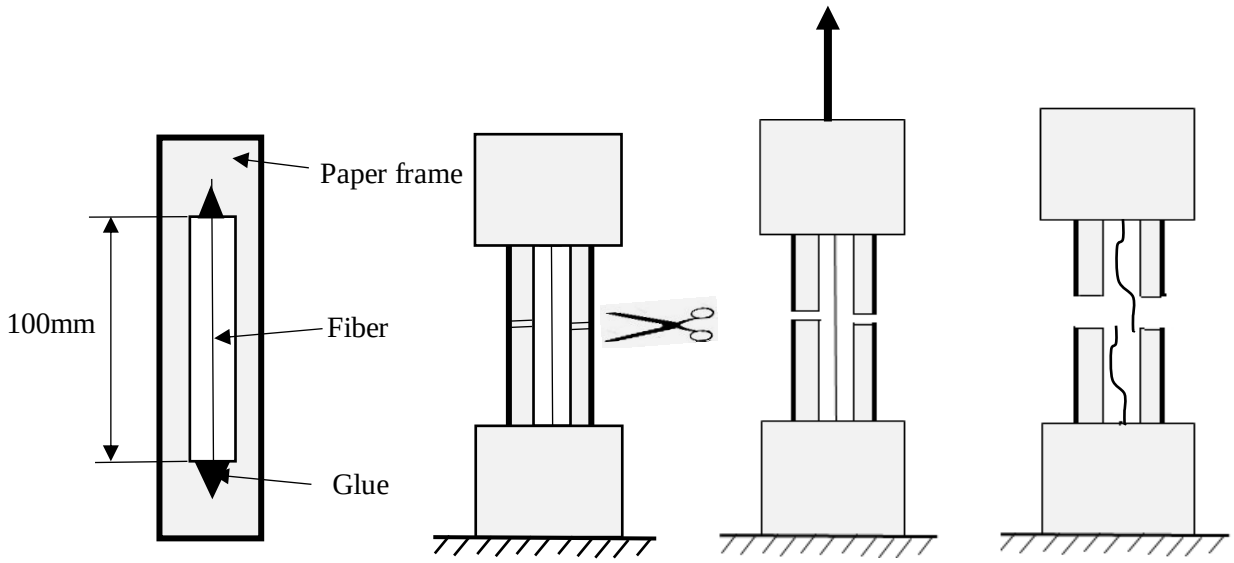


Figure 3-1 : Préparation de la fibre élémentaire d'AGAVE pour les essais de traction et méthode de montage sur la machine.

3.1.1.2. Méthodes

Les essais de traction ont été réalisés à l'aide d'une machine INSTRON 5969 (Figure *3-2*), pilotée par un micro-ordinateur, disposant d'une capacité de charge maximale de 50 kN et d'une vitesse de déplacement fixée à 2 mm/min. Un lot de sept fibres d'Agave a été soumis à ce protocole expérimental. La distance initiale entre les mors (L_0) a été fixée à 100 mm. Avant chaque essai, le diamètre des fibres a été déterminé à partir des mesures effectuées avec un pied à coulisse électronique, puis converti en millimètres. Afin de garantir une meilleure précision, trois mesures ont été relevées pour chaque fibre et leur valeur moyenne a été retenue.

Chaque éprouvette a été soumise à une traction jusqu'à la rupture de la fibre, avec un enregistrement en temps réel de la force en fonction du déplacement de la traverse. Après les essais, les données numériques ont été exportées et traitées en fichiers EXCEL.

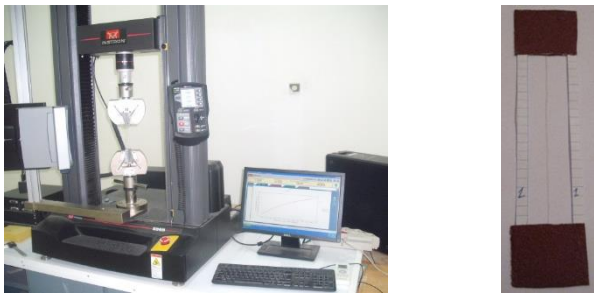
Les propriétés mécaniques recherchées étaient :

- Le mode de rupture, identifié par une analyse qualitative de la courbe force-déplacement,
- Le module d'Young, déterminé à partir de la pente de la courbe contrainte-déformation dans la région élastique,
- La résistance à la rupture (R_m) , obtenue en divisant la force maximale (F_{max}) par la section initiale (S_0) de l'éprouvette (Equation (3-1),

$$R_m = \frac{F_{max}}{S_0} \quad (3\text{-}1)$$

- L'allongement à la rupture (*A%*), calculé à partir de la variation relative de longueur (L-L_0) entre l'état initial (L_0) et l'état rompu (L).

$$A\% = \left(\frac{L - L_0}{L}\right) 100 \quad (3\text{-}2)$$



(a) (b)

Figure 3-2 : a- Machine de traction INSTRON, b- Eprouvette non rompue.

3.1.2. Résultats et discussion

3.1.2.1. Comportement mécanique d'une seule fibre

La courbes contrainte déformation est un outil indispensable pour étudier le comportement mécanique des matériaux et notamment le mode de rupture. La *Figure 3-3* présente un exemple typique du comportement de la fibre d'Agave americana lors d'un essai de traction. L'interpritation de ce comportement et décompose en trois phase différentes. La première phase (I) correspond à un accroissement apparent de la régidité dû à la déformation élastique de tous les éléments de la fibre. La deuxième phase (II) montre une diminution de la rigidité avec une déformation irréversible, souvent attribuée à des glissements saccadés dans la paroi cellulaire. Enfin, la troisième phase (III) montre une rigidification progressive, liée à la cristallisation de la cellulose amorphe sous l'effet des contraintes de cisaillement, entraînant des réarrangements structuraux à l'interface matrice/microfibrille et un réalignement global des microfibrilles dans l'axe longitudinal de la fibre. Cette division et cette analyse de la courbe de comportement mécanique des fibres d'Agave americana sont très proches du comportement mécanique des fibres de chanvre étudiées par Ousseyenou (2014) [126].

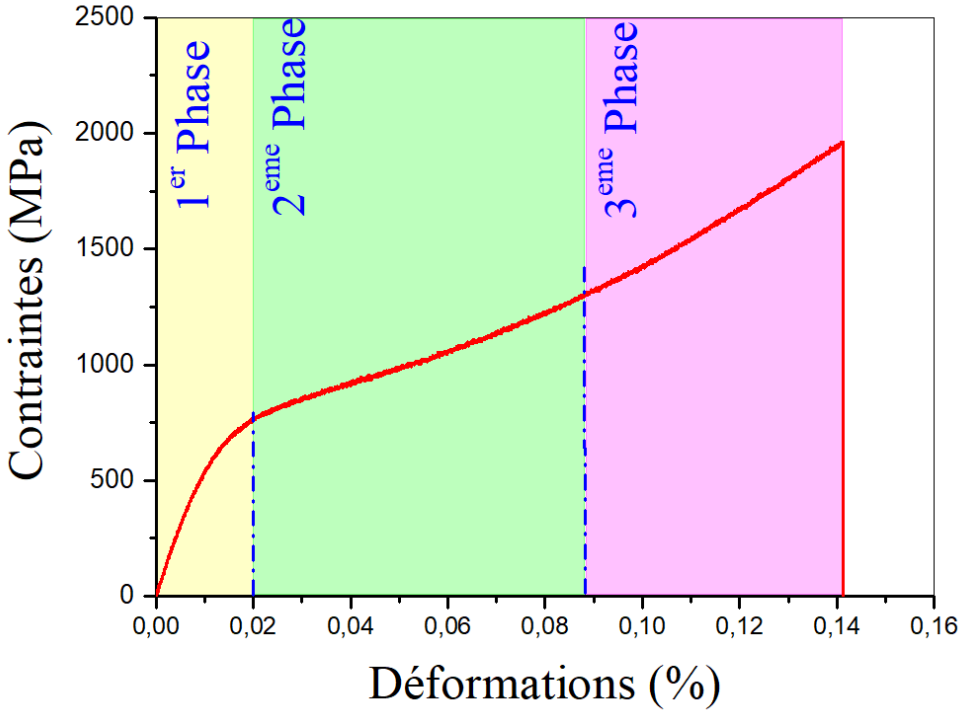


Figure 3-3 :Comportement en traction : courbe contrainte/déformation de la fibre d'Agave americana.

3.1.2.2. Variabilité et dispersion des propriétés mécaniques

Lors de l'étude du comportement mécanique d'un ensemble de fibres d'Agave (Figure 3-4), une dispersion importante des propriétés mécaniques a été constatée (

Tableau 3-1). Cette variabilité est due à la composition biochimique des fibres, à leur morphologie, aux conditions environnementales de croissance, à la présence des zones de dislocation à la surface, aux méthodes d'extraction et d'essai.

De plus, des disparités se manifestent dans l'homogénéisation des composants internes de la fibre à chaque couche. Dans ce contexte, Placet (2012) propose un modèle incluant la cellulose amorphe, en homogénéisant d'une part les propriétés mécaniques des hémicelluloses et de la lignine, et d'autre part celles de la cellulose cristalline et amorphe, afin de représenter chaque sous-couche par un matériau équivalent [127].

L'anisotropie du comportement mécanique des fibres a été aussi démontrée dans plusieurs études [128] [129]. Cette propriété est due à l'anisotropie des constituants de la paroi cellulaire, notamment la cellulose et les hémicelluloses. Une partie de cette dispersion est donc due à la nature du matériau comme le mentionnent Aslan (2011) [130].

De plus, les fibres ont souvent des zones de dislocation, les « genoux », qui affectent grandement leurs performances mécaniques, notamment la résistance, et contribuent à la dispersion des résultats.

Fanti (2015) a utilisé la microscopie optique et MEB pour révéler ces défauts et impuretés dans les fibres de lin, confirmant leur impact sur les propriétés mécaniques [131].

La méthode d'extraction est un autre élément clé. L'extraction mécanique (décortication) peut endommager les fibres et diminuer leur intégrité structurelle. Gumarães et al. (2024) ont révélé que ce processus a tendance à produire plus de défauts, ce qui réduit la résistance à la traction et le module d'élasticité [132].

Enfin, la dispersion dépend également de l'espèce botanique, de la présence ou non d'une lumière centrale, des conditions de culture et de récolte et de l'origine géographique des fibres [133]. Les méthodes de préparation comme le teillage ou le peignage peuvent aussi causer des dommages à la structure fibrillaire et donc une perte de résistance [134].

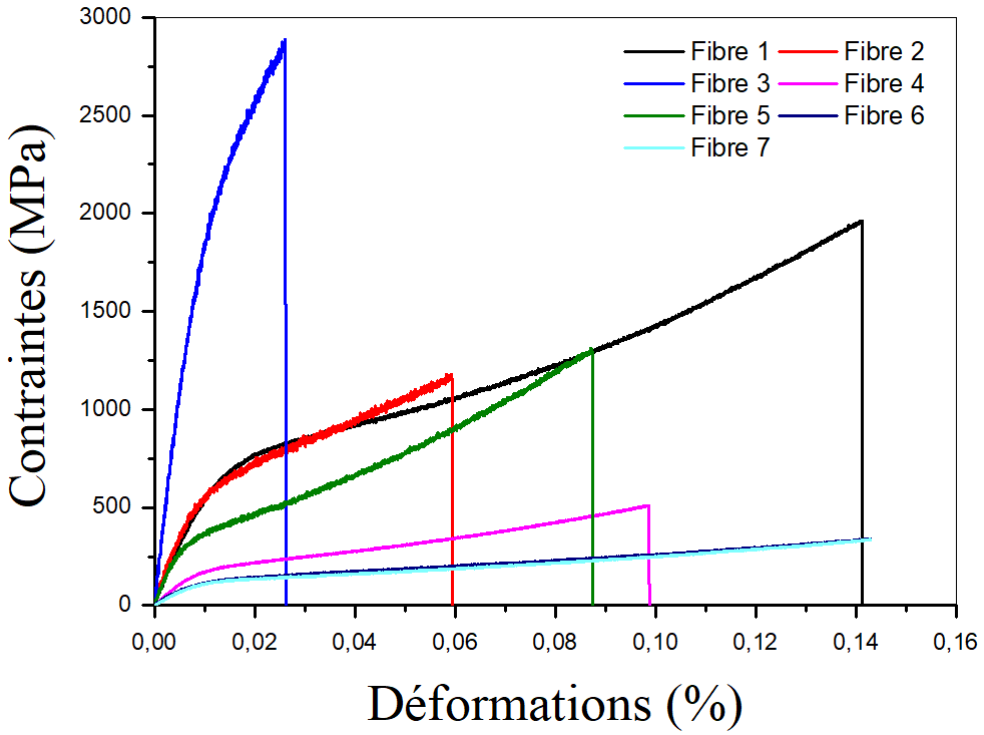


Figure 3-4 :Courbe de contrainte/déformation des différents fibres Agave americana.

3.1.2.3. Module d'élasticité, résistance à la traction et allongement à la rupture

Les résultats expérimentaux (Tableau 3-1) confirment que les propriétés mécaniques des fibres végétales sont fortement dépendantes de leur diamètre. En effet, les fibres de plus petit diamètre (0,03 mm) présentent généralement une résistance à la traction (≈ 2853 MPa) et un module de Young (≈ 226 GPa) plus élevés, associés à une faible déformation à la rupture (2,6 %), alors que l'augmentation du diamètre s'accompagne d'une diminution notable de la résistance et de la rigidité, mais d'un allongement plus important. Cette tendance peut être attribuée à la structure interne des fibres : celles de faible diamètre renferment une proportion plus importante de la couche externe, caractérisée par une orientation cristalline favorable, tandis que les fibres plus épaisses contiennent davantage de

matière centrale, moins performante sur le plan mécanique. De plus, une augmentation du diamètre accroît la probabilité de défauts structuraux et d'irrégularités, ce qui affaiblit leur résistance et leur fiabilité [135].

Des études complémentaires sur différentes fibres naturelles, comme celles de carnauba, ont confirmé que les propriétés mécaniques diminuent généralement avec l'augmentation du diamètre moyen. Cette observation est liée à la présence réduite de vides dans les fibres plus fines, qui leur confère une meilleure résistance. L'analyse de la distribution diamétrale constitue ainsi un outil pertinent pour identifier les fibres offrant les meilleures performances mécaniques à partir d'une simple sélection morphologique [136].

De manière similaire, les travaux sur les fibres de chanvre ont montré que l'accroissement du diamètre des faisceaux s'accompagne d'une baisse significative de la résistance en traction, liée à une probabilité plus élevée de défauts et d'hétérogénéités, alors que le module de Young tend à croître grâce à une meilleure interaction entre fibres. Les observations au microscope électronique à balayage (*Figure 3-5*) ont révélé la présence fréquente de faisceaux de fibres, plutôt que de fibres individuelles, expliquant la variabilité importante des résultats. Cette complexité morphologique souligne la difficulté de tester des fibres unitaires et l'impact de l'agrégation sur la performance mesurée [137].

Par ailleurs, la précision de la mesure du diamètre est déterminante. Gelgelu (2024) a montré que la surestimation du diamètre entraîne une sous-estimation notable de la résistance réelle, ce qui peut biaiser les analyses micromécaniques et la modélisation. Leur approche, combinant observation microscopique, pycnométrie et corrélation d'images numériques, permet une évaluation plus fiable des performances, en tenant compte des phénomènes de glissement et de la structure lignocellulosique des fibres [138].

Enfin, bien que la tendance générale mette en évidence une diminution des propriétés mécaniques avec l'augmentation du diamètre, certaines études rapportent une variabilité significative, suggérant que le diamètre n'est pas le seul facteur explicatif. La présence de défauts internes, l'importance des interactions interfaciales entre fibres et la nature même de la structure composite contribuent également à cette dispersion [139].

Tableau 3-1 :Propriétés mécanique de la fibre d'Agave Americana en fonction du diamètre.

Eprouvette	Diamètre (mm)	σ_{max} (MPa)	E (GPa)	ε_{max} (%)
1	0.03	2853.03	225.83	2.6
2	0.04	1156.2	71.46	5.9
3	0.05	529.63	56.74	8.7
4	0.06	1958.77	59.12	14.1

5	0.1	76.75	12.51	2
6	0.11	510.25	21.48	9.8
7	0.12	449.95	12.63	18.4

Dans l'ensemble, ces résultats confirment que le diamètre constitue un paramètre critique pour la performance des fibres naturelles, dont la maîtrise est essentielle pour optimiser le comportement mécanique des composites à fibres végétales. Le choix du diamètre le plus adapté dépendra ainsi des exigences en termes de résistance, rigidité et flexibilité des applications visées.

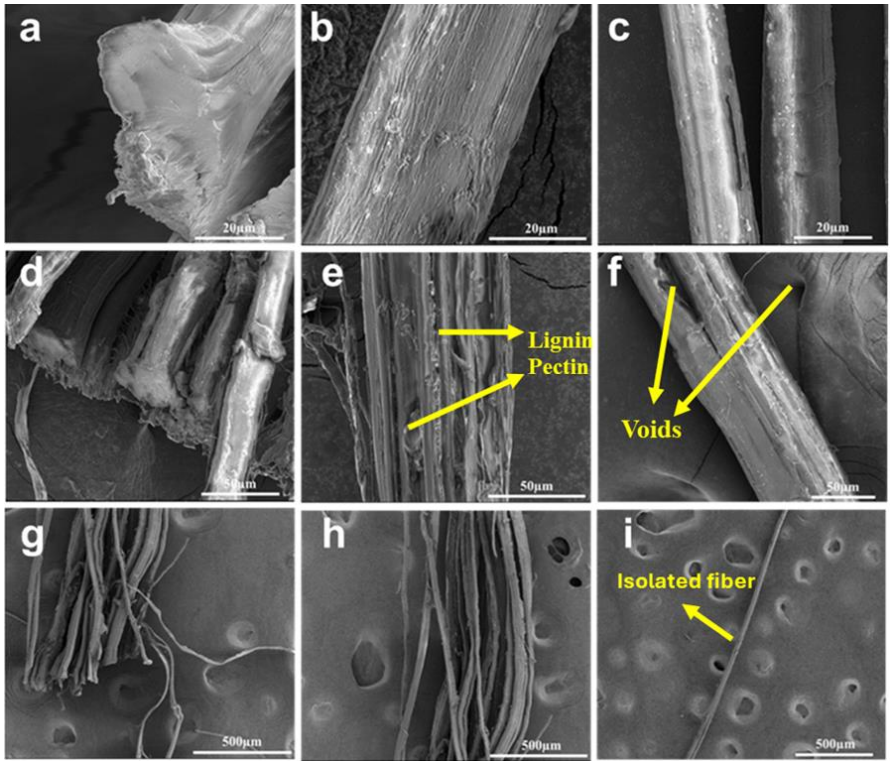


Figure 3-5. Images MEB de faisceaux de chanvre. (a,d) Images en coupe transversale de fibres de chanvre, (b,c) surface d'une fibre de chanvre unique, (e,f) vides et défauts dans les faisceaux de chanvre, (g,h) faisceaux de chanvre et (i) fibre de chanvre unique. *[137]*.

3.1.2.4. Analyse statistique des propriétés mécaniques des fibres d'Agave americana

La Figure 3-6 présente les caractéristiques mécaniques du comportement mécanique des fibres d'Agave americana lors de l'essai de traction. Ces graphiques montrent une dispersion des résultats. Après l'interprétation des résultats, le module d'Young est inversement proportionnel au diamètre moyen des fibres. Autrement dit, plus le diamètre des fibres est grand, plus le module d'Young est faible (Figure 3-6-a). Le module d'Young a été exprimé par une projection de la droite de tendance linéaire :

$$y = -1554x + 178{,}9 \qquad (3\text{-}3)$$

Où son coefficient de détermination : R^2=0,575.

Pour la courbe de contrainte maximale (Figure 3-6-b), on remarque que les résultats sont dispersés, mais la projection approximative de la ligne de tendance linéaire :

$$y = -19553x + 2500{,}9 \quad (3\text{-}4)$$

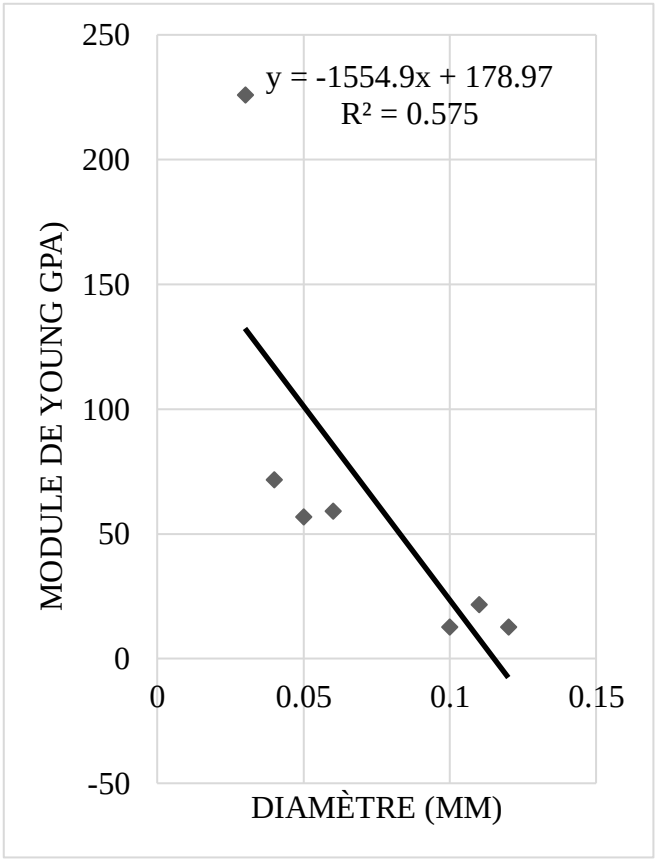
dont le coefficient de détermination : R^2=0,510 , Comme on peut le voir, plus le diamètre est grand, plus la contrainte maximale est faible.

Pour la déforamtion maximale (Figure 3-6-c), les résultats sont très différents, et l'equation de la ligné de tendance prend la forme suinante :

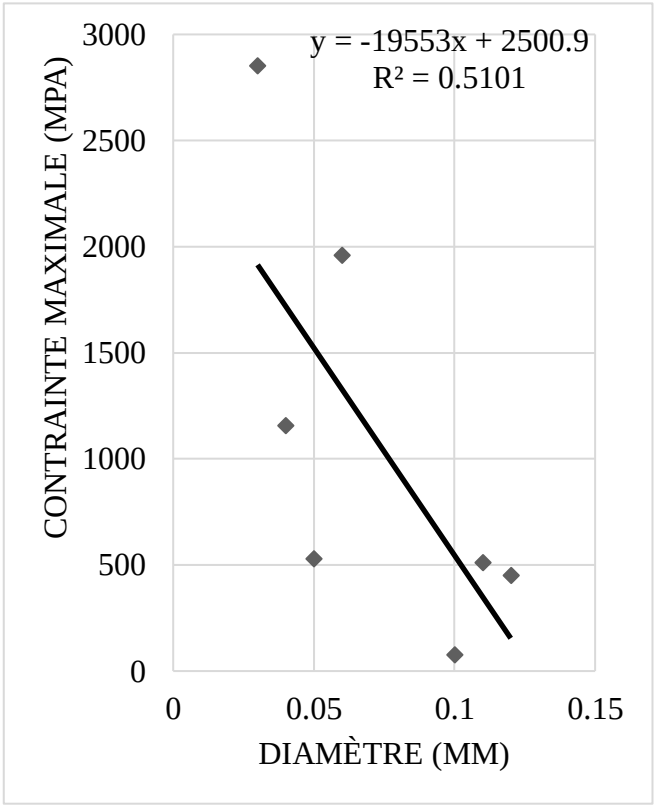
$$y = 75{,}57x + 3{,}279 \quad (3\text{-}5)$$

Lorsque le coefficient de détermination : R^2=0,211 , avec une valeur inférieure à 0,5, les résultats pour la déformation maximale sont bien dispersés.

a)



b)



c)

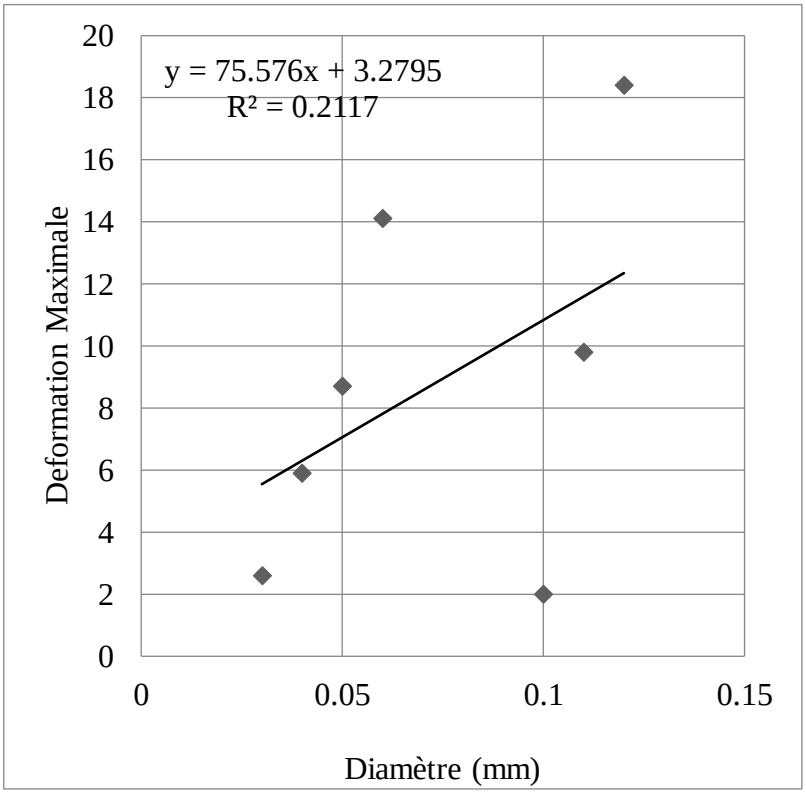


Figure 3-6: Variation des propriétés mécaniques en fonction du diamètre des fibres d'Agave Amerecana ; a. Module d'Young ; b. Contrainte maximale ; c. Déformation maximale.

L'étude statistique des caractéristiques mécaniques des fibres d'Agave americana (*Tableau 3-2*) montre une très grande variabilité, avec des coefficients de variation très élevés pour la résistance à la traction (σ_{max}) et le module d'Young (E), ainsi une valeur faible pour la déformation à rupture (ε_{max}

La résistance moyenne (≈ 1076 MPa) et le module moyen (≈ 65 GPa) placent la fibre d'Agave parmi les fibres végétales les plus performantes, mais l'écart-type élevé témoigne de l'hétérogénéité de ses propriétés. Des comportements similaires ont été observés pour d'autres fibres naturelles comme le lin, le sisal et le jute, la dispersion étant expliquée par l'anisotropie des constituants pariétaux (cellulose cristalline, cellulose amorphe, hémicelluloses, lignine) et la présence de zones de dislocation (« genoux ») affaiblissant localement la résistance [128] [131].

La plage de variation extrêmement large (de 76 à plus de 2800 MPa pour la contrainte maximale) illustre l'influence combinée de facteurs intrinsèques (diamètre, microfibrilles, taux de cristallinité) et extrinsèques (méthode d'extraction, préparation des éprouvettes, conditions de test). Comme l'a démontré Gumarães (2024), les méthodes mécaniques de décortication génèrent des défauts structuraux qui se traduisent par une réduction drastique de la résistance et du module d'élasticité [132].

Ces résultats confirment que les fibres d'Agave americana, bien que prometteuses, doivent être soigneusement sélectionnées et caractérisées pour une application biocomposite optimale. La dispersion statistique observée est à la fois une limitation en termes de reproductibilité et un signe de la nécessité d'approches d'homogénéisation comme celle de Placet (2012) pour mieux représenter leur comportement mécanique moyen dans les modèles de matériaux composites [140].

Les résultats du *Tableau 3-2* montrent que le coefficient de variation (CoV) est élevé pour le module d'Young (1,05) et la contrainte maximale (0,82) par rapport à la déformation maximale de la fibre (0,63). Ce résultat témoigne d'une forte variabilité du module d'élasticité de la fibre. Une grande dispersion des propriétés mécaniques en fonction de leur diamètre extérieur moyen a été aussi constatée. Au-delà de la variabilité des fibres, une partie de cette dispersion, notamment pour le module de résistance, est due aux méthodes de mesure des propriétés mécaniques. En effet, les hypothèses sur la section transversale des fibres peuvent justifier cette variabilité. Ces hypothèses conduisent à une dispersion des grandeurs mécaniques et à une sous-estimation de la rigidité et de la résistance des fibres comme la montré Baley (2020) sur la fibre Flaxe [141].

Tableau 3-2 : Analyse statistique des propriétés mécaniques de la fibre d'Agave Ameicana

	σ_{max} (MPa)	E (GPa)	ε_{max} (%)
Moyenne	1076.37	65.68	8.79
Ecart type	992.15	69.51	5.53
Min	76.75	12.51	2
Max	2853.03	225.3	18.4
CoV	0.82	1.05	0.63

3.1.2.5. Conclusion

L'analyse du comportement mécanique des fibres d'Agave americana met en évidence une réponse caractérisée par trois phases successives : une déformation élastique initiale, une perte de rigidité liée à des glissements irréversibles dans la paroi cellulaire, puis une rigidification progressive attribuée à la cristallisation de la cellulose amorphe et au réalignement des microfibrilles.

Toutefois, ces fibres présentent une forte variabilité de leurs performances, étroitement liée à leur composition biochimique, leur structure morphologique, les conditions de croissance ainsi que les méthodes d'extraction et de caractérisation. Cette dispersion, accentuée par l'anisotropie pariétale et la présence de zones de dislocation, confirme l'influence déterminante des facteurs intrinsèques et extrinsèques sur leurs propriétés.

Par ailleurs, l'effet du diamètre apparaît critique : les fibres les plus fines offrent une résistance et une rigidité supérieures, tandis que l'augmentation du diamètre accroît la probabilité de défauts structuraux et réduit la fiabilité. De telles observations, également relevées pour d'autres fibres naturelles, soulignent l'importance de la sélection morphologique et de la précision des mesures pour optimiser l'intégration des fibres d'Agave dans les matériaux composites.

Malgré cette hétérogénéité, leurs valeurs moyennes de résistance et de rigidité positionnent les fibres d'Agave americane parmi les renforts végétaux les plus performants, à condition de recourir à une sélection rigoureuse et à des approches d'homogénéisation adaptées.

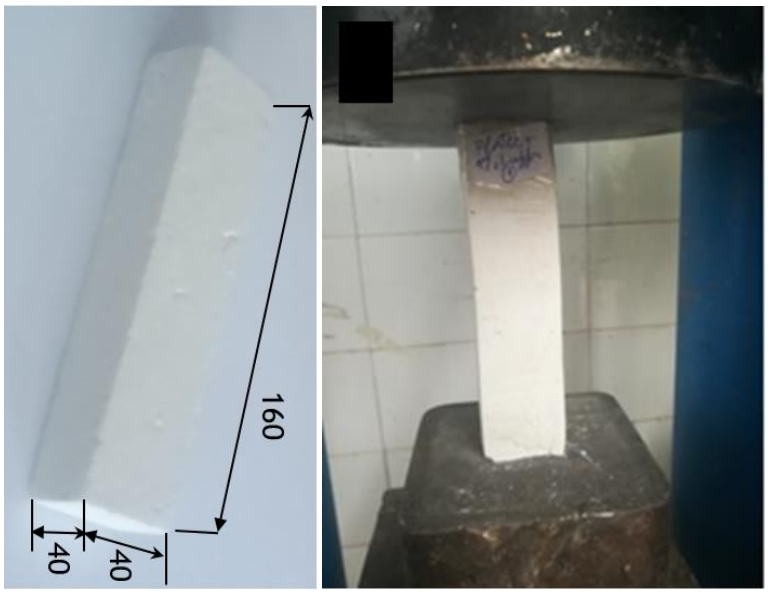
3.2. Caractérisation du plâtre non renforcé

3.2.1. Essai de compression

3.2.1.1. Matériel et Méthodes

Le plâtre, classé parmi les matériaux céramiques, est soumis à des essais de compression réalisés sur des éprouvettes conformes à la norme NF EN 196-1 de dimension 160.40.40 cm^3 . La préparation de ces éprouvettes requiert l'utilisation d'un moule en silicone spécialement conçu, comportant deux compartiments permettant la coulée simultanée de deux prismes de dimensions identiques. Afin de garantir leur stabilité, l'épaisseur minimale des parois du moule est fixée à 10 mm, et l'ensemble est maintenu dans une enceinte rigide pour préserver la géométrie des éprouvettes.

Les essais de compression sont conduits à l'aide d'une machine C108N DIGITEC / C098N AUTOTEC, avec une vitesse de chargement constante de 0,01 mm/s jusqu'à la rupture (*Figure 3-7*). Durant l'essai, la courbe effort–déplacement est enregistrée en temps réel, tandis que les données sont sauvegardées dans un fichier exploitable sous Excel pour un traitement ultérieur. Les essais sont réalisés à une température ambiante moyenne de 20 °C et sous une humidité relative de 30 %. L'analyse des données permet enfin de déterminer les paramètres mécaniques essentiels, notamment le module d'Young (E), la résistance maximale (Rm) et l'allongement à la rupture (A%).



(a) (b)

Figure 3-7 : *a)* Eprouvette normalisée NF EN 196-1, b) Epprouvette de compression sur machine de compression.

3.2.1.2. Résultats

a. Comportement mécanique du plâtre

Le comportement mécanique du plâtre pur, illustré par la courbe contrainte-déformation de la Figure 3.8, se caractérise initialement par une phase de mise en charge instable suivie d'une réponse élastique linéaire. Au-delà de la limite d'élasticité, l'apparition d'un comportement non linéaire conduit à un pic de contrainte marquant le début du processus de rupture. Ce dernier se manifeste par l'amorçage et la propagation soudaine de fissures, entraînant une chute brutale de la contrainte. Néanmoins, la présence de liaisons cristallines résiduelles retarde la ruine complète du matériau, permettant une légère reprise de charge et une déformation additionnelle avant la rupture finale. Ce profil de rupture, où la déformation critique est identifiée au point d'endommagement correspondant à la contrainte maximale, confirme la nature intrinsèquement fragile du plâtre pur et constitue sa principale limite mécanique.

La courbe contrainte–déformation représentant le comportement mécanique du plâtre pûr est illustrée à la Figure 3-8. L'analyse de cette courbe met en évidence qu'une fois la limite élastique atteinte, le processus de rupture s'enclenche par l'apparition soudaine de fissures, immédiatement suivie de leur propagation, entraînant une chute brutale de la contrainte. La présence de liaisons résiduelles entre les cristaux du plâtre retarde toutefois la rupture complète, provoquant une légère reprise de la contrainte et une faible déformation supplémentaire avant la rupture finale. La déformation à la rupture est ainsi considérée au point d'endommagement correspondant à la contrainte maximale. Ce comportement traduit la principale faiblesse du plâtre, dont la réponse mécanique est caractéristique d'un matériau fragile.

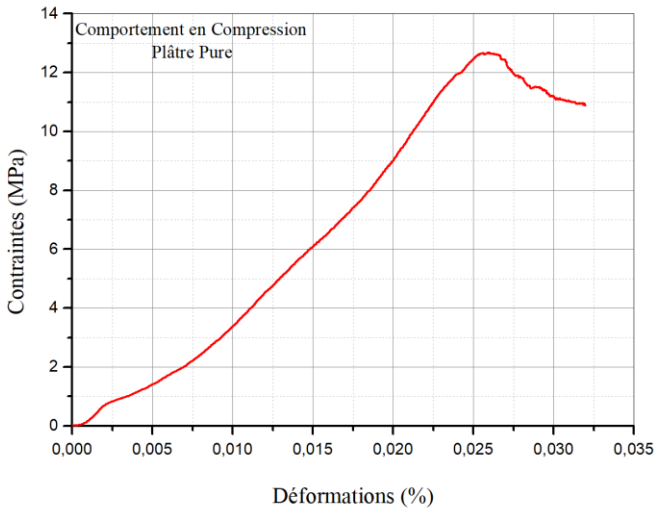


Figure 3-8 :Comportement en compression : courbe contrainte/déformation du plâtre.

b. Module d'élasticité, résistance à la compression et allongement à la rupture

Le Tableau 3-3 présente les résultats des essais de compression réalisés sur deux éprouvettes. Les valeurs de la résistance à la compression ainsi que de l'allongement à la rupture des spécimens testés y sont récapitulées.

Tableau 3-3 : Comportement en compression : les valeurs expérimentales des caractéristiques mécaniques en compression du plâtre pure.

	Module d'élasticité E (MPa)	Résistance à la compression Rm (MPa)	Allongement à la rupture A (%)
Eprouvette 1	456,45	7,98	0,026
Eprouvette 2	588,76	7,93	0,018

Les résultats des essais de compression réalisés sur les éprouvettes de plâtre non renforcé révèlent une légère variabilité des propriétés mécaniques entre les deux échantillons testés. Le module d'élasticité présente une différence notable, passant de 456,45 GPa pour l'éprouvette 1 à 588,76 GPa pour l'éprouvette 2. Cette variation suggère une hétérogénéité du matériau, probablement liée à la microstructure du plâtre, notamment à la distribution des pores, à la densité locale ou encore aux

conditions de prise et de séchage. Un module d'élasticité plus élevé traduit une rigidité accrue du matériau, indiquant une structure interne plus compacte et une meilleure cohésion cristalline entre les grains de sulfate de calcium [142].

Concernant la résistance à la compression, les deux éprouvettes présentent des valeurs proches (environ 8 MPa), ce qui témoigne d'une bonne reproductibilité du processus de fabrication et d'une homogénéité globale du matériau à l'échelle macroscopique. Cette résistance est caractéristique d'un plâtre dense et bien pris, conforme aux valeurs couramment rapportées pour les plâtres de construction à faible porosité [143].

En revanche, l'allongement à la rupture reste très faible (0,018 à 0,026 %), confirmant la nature fragile du plâtre. La faible capacité de déformation avant rupture indique une rupture brutale, sans phase plastique significative, ce qui est typique des matériaux céramiques où la propagation des fissures se fait rapidement après initiation [144].

Ainsi, la comparaison entre les deux éprouvettes montre que de faibles variations de compacité ou de microfissuration interne peuvent influencer le module d'élasticité, sans pour autant modifier significativement la résistance maximale à la compression. Ces observations confirment que la rigidité du plâtre dépend fortement de sa microstructure, tandis que sa résistance à la compression est davantage gouvernée par la cohésion cristalline et la porosité globale du matériau.

3.2.2. Essai de flexion trois points

3.2.2.1. Matériel et méthodes

Deux éprouvettes de plâtre non renforcé, de section 40×40 mm^2 et de longueur 160 mm, ont été soumises à des essais de flexion trois points à l'aide de la machine ZWICK-ROELL Z020K (Figure *3-9*.b), pilotée et instrumentée pour l'acquisition des données via un ordinateur. Les essais ont été réalisés à une température ambiante de 27 °C. La charge a été appliquée en son centre, à égale distance des appuis (Figure *3-9*.a), avec une vitesse de déplacement constante de 0,01 mm/s jusqu'à la rupture du matériau. L'écartement entre appuis a été fixé à 100 mm. La courbe effort–déplacement a été enregistrée en temps réel sur l'ordinateur, et l'ensemble des données numériques a été sauvegardé dans un format exploitable sous Excel pour analyse ultérieure.

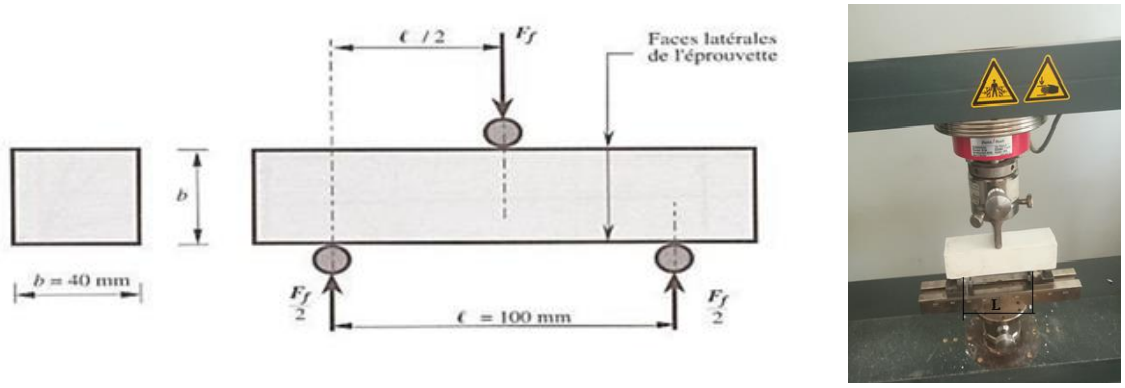


Figure 3-9 : Comportement en flexion : a) Eprovette de flexion, b) Disposition de l'éprouvette pour l'essai.

Le module d'élasticité ainsi que la contrainte maximale à la rupture de chaque éprouvette ont été déterminés à partir des relations analytiques correspondantes, en considérant que le matériau présente un comportement homogène et isotrope.

- Le module d'élasticité

$$E = \frac{FL_0^3}{48fI_{GZ}} \tag{3-6}$$

Avec :

F : l'effort limite élastique en Newtons,

L_0 : la distance entre les appuis en mm,

f : la flèche (déplacement enregistré) à l'effort F en mm et

I_{GZ} : le moment d'inertie de la section de la poutre en mm^4

- La contrainte à la rupture :

$$\sigma_{Rup} = \frac{M_{f_{max}}}{I_{GZ}}\frac{h}{2} = \frac{h}{2}\frac{F_{max}L_0}{bh^2} \tag{3-7}$$

Avec ;

F_{Max} : l'effort maximal enregistré pendant l'essai en Newtons,

b: la largeur de l'éprouvette en mm et

h : la hauteur de l'éprouvette en mm.

3.2.2.2. Résultats

a. Mode de rupture

Le courbe contrainte–déformation illustre le comportement mécanique de l'éprouvette soumise à la sollicitation de flexion trois points. Son profil permet d'interpréter le mode de rupture du matériau. La *Figure 3-10* présente la courbe caractéristique obtenue pour les d'éprouvettes testée. On y observe une rupture soudaine survenant au niveau de la charge maximale appliquée, confirmant ainsi la fragilité intrinsèque du plâtre non renforcé déjà mise en évidence lors des essais de compression.

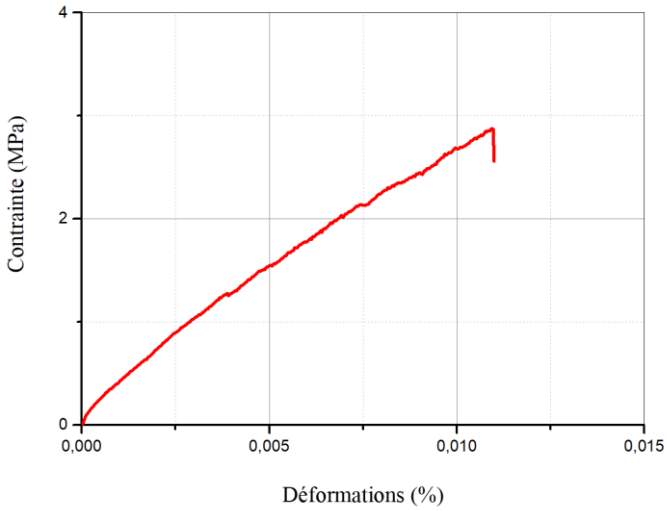


Figure 3-10 : Comportement en flexion :Courbe Contraintes(Mpa) / Déformations (%) des deux éprouvettes en platre pure.

b. Module d'élasticité et contrainte à la rupture

Le traitement quantitatif des données expérimentales force–déplacement à l'aide du logiciel Excel permet d'évaluer les paramètres mécaniques caractéristiques des éprouvettes testées. Le module d'élasticité ainsi que la contrainte maximale en flexion ont été déterminés pour chaque échantillon. L'ensemble des résultats obtenus est synthétisé dans le Tableau 3-3**.**

Tableau 3-3 : Comportement en flexion : tableau des valeurs expérimentales des caractéristiques mécaniques du plâtre non renforcé.

	Module d'élasticité E (MPa)	Résistance à la compression R_m (MPa)
Eprouvette 1	326,42	2,88
Eprouvette 2	576,22	2,93

c. Discussion et conclusion

Les résultats présentés dans le tableau indiquent une variabilité modérée des propriétés mécaniques du plâtre non renforcé. Le module d'élasticité des deux éprouvettes atteint respectivement 326,42 MPa et 576,22 MPa, tandis que la résistance à la compression reste relativement faible, avec des valeurs proches de 2,88 MPa et 2,93 MPa. Cette dispersion des résultats peut être attribuée à la microstructure intrinsèquement hétérogène du plâtre et à la sensibilité du matériau aux conditions expérimentales, notamment à la préparation et au positionnement des éprouvettes lors des essais.

Notons de prime abord que le plâtre non renforcé est particulièrement vulnérable à l'amorçage de fissures, même sous l'effet d'une manipulation minime. Sa nature fragile impose donc une grande délicatesse lors des essais, ce qui reflète son comportement typiquement céramique et fragile, marqué par une faible ductilité et une rupture souvent brutale [144].

Ces résultats confirment que le plâtre pris, à l'état pur, présente des limites mécaniques importantes qui restreignent son usage structurel sans adjonction de renforts. Cette fragilité justifie l'intérêt

croissant observé dans la littérature pour l'étude de renforcements par fibres naturelles ou synthétiques, destinés à améliorer sa résistance et sa ténacité.

3.3. Caractérisation mécanique du biocomposite plâtre/ Agave americana

3.3.1. Essai de compression

3.3.1.1. Matériel et méthodes

Les éprouvettes utilisées présentent les mêmes formes et dimensions que celles décrites au paragraphe (3.2.1). Toutefois, leur procédure de mise en œuvre diffère par l'introduction des fibres d'Agave americana. Ces dernières sont découpées en segments courts, d'une longueur comprise entre 8 et 10 mm.

Chaque éprouvette est renforcée avec le même volume de fibres d'Agave afin d'assurer une répartition homogène au sein du biocomposite. Dans le but d'étudier l'influence des fibres sur les propriétés mécaniques et thermiques du matériau, trois fractions volumiques ont été adoptées : 1 %, 2 % et 3 %.

La *3-11* Le protocole d'élaboration des éprouvettes biocomposites débute par une phase rigoureuse de formulation, consistant à déterminer la masse de gypse requise en fonction des dimensions géométriques du moule, de la densité théorique du matériau et du taux d'incorporation des fibres d'Agave (fixé respectivement à 1 %, 2 % et 3 %). Le rapport de gâchage eau/plâtre (E/P) est maintenu constant à une valeur de 0,75. Le processus de préparation de la matrice s'articule ensuite autour d'une cinétique précise : le gypse est délicatement saupoudré à la surface de l'eau sur une durée de 30 secondes afin de prévenir l'occlusion de bulles d'air, suivi d'une phase de repos d'une minute pour assurer une imprégnation optimale de la poudre. Le système subit ensuite une première séquence de mélange hélicoïdal calibrée à 30 mouvements en 30 secondes, suivie d'un temps de repos de 30 secondes, avant de subir un second malaxage identique garantissant l'homogénéisation parfaite du fluide.

La phase de mise en œuvre s'effectue par une technique de coulée stratifiée au sein d'un moule en silicone. Une première couche de plâtre fluide et homogène est d'abord coulée au fond du moule, sur laquelle est réparti de manière uniforme le renfort fibreux. Cette étape cruciale de dispersion est immédiatement suivie du remplissage complet du moule afin d'assurer l'enrobage total des fibres et de limiter la formation de défauts interfaciaux. Enfin, après la phase de prise et le démoulage des éprouvettes, ces dernières sont transférées dans une étuve thermostatée afin d'éliminer l'excès d'eau libre et de stabiliser les propriétés physiques du biocomposite avant la caractérisation mécanique. Les masses correspondant à chaque fraction volumique des constituants sont calculées à l'aide de la relation (1-1).



3-11 : Les étapes de préparation de biocomposite

3.3.1.2. Résultats

a. Mode de rupture

La courbe contrainte–déformation caractéristique du biocomposite Plâtre/Agave soumet aux efforts de compression, illustrée à la Figure 3-12, révèle une première phase de comportement élastique linéaire avec un module d'élasticité E1 attribuée principalement à la matrice de plâtre. Cette phase est suivie par une phase transitoire qui signale le début de la rupture initiale de la matrice, marquant le transfert progressif des contraintes vers les fibres d'Agave. Une toisième phase coespond à une zone linéaire qui se manifeste caractérisé par un module d'elesticité E_2 superieur à E_1, traduisant la réponse mécanique des fibres traduisant leur regidification et leur prolongation jusqu'à une contrainte limite. La derniere phase est non linéaire, difinir une chute de contrainte progrissuve jusqu'à leur rupture à la contrainte maximale, signifier la nature ductile du biocomposite avant que la dégradation ne se poursuive de façon plus graduelle sous l'effet de la perte d'adhérence matrice–fibre.

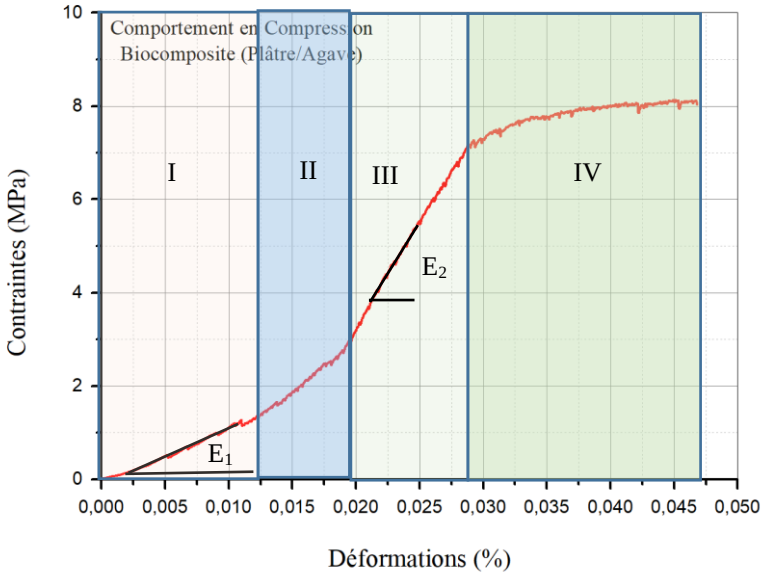


Figure 3-12 : Comportement en compression : courbe contrainte/déformation caractéristique de la loi de comportement du composite plâtre/Agave.

b. Module d'élasticité, résistance à la compression et allongement à la rupture

L'évaluation des propriétés mécaniques, à savoir le module d'élasticité, la résistance à la compression et l'allongement à la rupture, a permis d'obtenir les valeurs présentées dans le Tableau 3-4 pour les différents spécimens analysés.

Tableau 3-4 : Comportement en compression: valeurs expérimentales des caractéristiques mécaniques du composite plâtre/Agave.

Concentration	l'allongement à la rupture	Contrainte à la compression	modules d'élasticité
	(%)	Mpa	Mpa
Eprouvette1 avec 1% de fibres	0,036	4,19	236,88
Eprouvette2 avec 1% de fibres	0,044	8,07	432,33
Moyenne	0,040	6,13	334,61
Eprouvette1 avec 2% de fibres	0,040	2,92	161,45
Eprouvette2 avec 2% de fibres	0,029	1,76	130,96
Moyenne	0,035	2,34	146,21
Eprouvette1 avec 3% de fibres	0,032	1,87	121,93
Eprouvette1 avec 3% de fibres	0,037	1,51	54,13
Moyenne	0,034	1,69	88,03

L'analyse globale des résultats expérimentaux (*Tableau 3-4*) met en évidence une influence déterminante de la teneur en fibres d'agave sur le comportement mécanique en compression du biocomposite à base de plâtre. Trois paramètres principaux ont été étudiés **:** l'allongement à la rupture**,** la résistance à la compression**,** et le module d'élasticité. L'ensemble des observations traduit un effet complexe des fibres végétales sur la rigidité, la ductilité et la cohésion du matériau, confirmant la nécessité d'un dosage et d'une dispersion maîtrisés lors de la fabrication du composite.

Les résultats relatifs à l'allongement à la rupture montrent que la déformabilité du matériau varie légèrement selon la concentration en fibres (*Figure 3-13*-b). Pour une teneur de 1 % en fibres d'agave, l'allongement moyen atteint 0,040 %**,** traduisant une amélioration modérée de la capacité de déformation par rapport au plâtre pur. Ce comportement peut s'expliquer par la nature ductile des fibres, qui permettent une redistribution plus homogène des contraintes et retardent la propagation des microfissures. Lorsque la concentration atteint 2 %, une légère diminution de l'allongement (0,035 %) est observée, probablement due à une dispersion moins homogène des fibres. À 3 %, cette tendance se confirme (0,034 %), suggérant qu'un excès de fibres peut altérer la cohésion interfaciale et favoriser la formation de microvides internes, ce qui réduit la capacité du matériau à se déformer avant rupture. Ces résultats indiquent qu'il existe une teneur optimale en fibres permettant d'améliorer la ductilité sans compromettre la cohésion structurelle du composite.

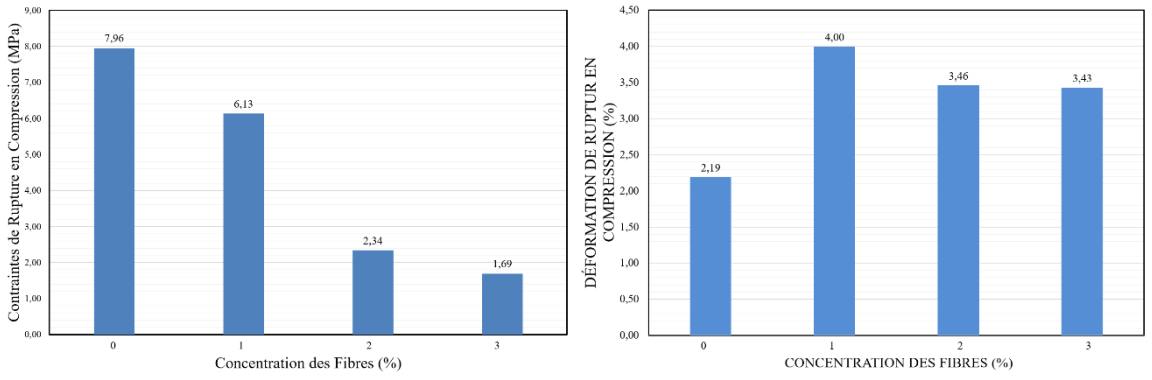
L'analyse de la résistance à la compression révèle une tendance décroissante des performances avec l'augmentation de la teneur en fibres (*Figure 3-13*-a). Pour 1 % de fibres, la résistance moyenne atteint 6,13 MPa, traduisant un comportement satisfaisant et une bonne adhésion fibre–matrice. À cette concentration, les fibres contribuent à la redistribution des contraintes et à la stabilisation de la structure interne, tout en limitant la fissuration fragile typique du plâtre. Cependant, lorsque la teneur en fibres passe à 2 %, la résistance diminue à 2,34 MPa, indiquant une perte de cohésion interne et une probable augmentation de la porosité. Ce phénomène s'explique par la dispersion inégale des fibres et la formation d'interfaces fibre–matrice affaiblies [145]. À 3 %, la résistance atteint seulement 1,69 MPa, confirmant que l'excès de fibres agit comme des zones de discontinuité plutôt que comme un renfort efficace. Cette évolution négative est typique des composites naturels où une forte teneur en fibres favorise la désorganisation du réseau matriciel et limite la compacité.

Dans l'ensemble, une teneur faible (≈1 %) semble constituer un compromis optimal entre rigidité, cohésion et absorption d'énergie, tandis qu'une teneur élevée induit une détérioration mécanique liée à la perte d'adhérence et à l'augmentation des vides internes.

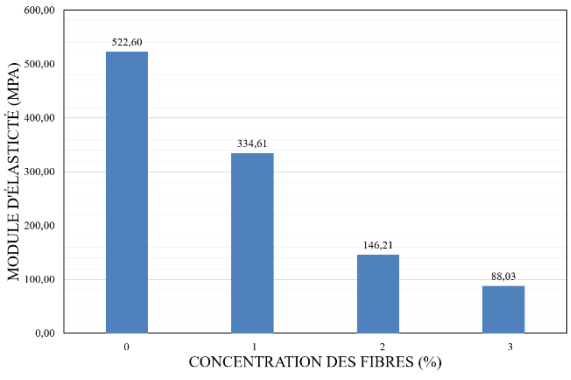
L'évolution du module d'élasticité confirme cette tendance (*Figure 3-13*-c). À 1 % de fibres, le module moyen atteint 334,61 MPa, traduisant une rigidité notable et une bonne synergie entre les constituants. L'interaction fibre–matrice à ce stade favorise une déformation élastique homogène et un transfert efficace des contraintes. En revanche, à 2 %, la valeur chute à 146,21 MPa, conséquence d'une structure moins compacte et d'une dispersion non uniforme des fibres dans la matrice. Cette perte de rigidité s'accentue à 3 % (88,03 MPa), témoignant d'un effet de saturation où les interactions inter-fibres deviennent prédominantes, réduisant la cohésion et la continuité du réseau minéral.

Ces observations soulignent un comportement non linéaire du biocomposite vis-à-vis de la concentration en fibres d'agave. Une faible teneur en fibres (autour de 1 %) améliore simultanément la ductilité, la cohésion et la stabilité mécanique, tandis qu'un excès de fibres entraîne une augmentation de la porosité, une diminution du module d'élasticité, et une perte de résistance à la compression. Ces résultats corroborent les conclusions de plusieurs études sur les biocomposites à base de fibres naturelles, qui indiquent que la performance mécanique dépend fortement de la qualité d'adhérence interfaciale et de la répartition homogène des fibres dans la matrice.

Ainsi, la maîtrise du taux d'incorporation et des conditions de mélange constitue un paramètre clé pour optimiser les propriétés mécaniques du biocomposite plâtre–agave. Un dosage équilibré permet d'exploiter le potentiel de renforcement des fibres tout en maintenant la cohésion du plâtre, condition essentielle pour envisager l'utilisation de ce matériau dans des applications de construction durable et de conservation du patrimoine bâti.



(a) (b)



(c)

Figure 3-13 : Variation des propriètées mécanique du bicomposite en compression en fonction de la concentration des fibres d'Agave, a) Module d'élasticité, b) résistance à la compression et c) allongement à la rupture.

3.3.2. Essai de flexion trois points

3.3.2.1. Matériel et méthodes

Les éprouvettes de biocomposite soumises à l'essai de flexion présentent les mêmes formes et dimensions que celles décrites au paragraphe 3.3.1.1 L'essai a été réalisé selon le même protocole expérimental détaillé précédemment au paragraphe 3.2.2.1, en respectant les mêmes conditions de chargement et paramètres opératoires, afin d'assurer la comparabilité et la fiabilité des résultats obtenus pour l'ensemble des échantillons étudiés.

3.3.2.2. Résultats

a. Mode de rupture

La courbe contrainte–déformation illustrée à la *Figure 3-14* mettent en évidence le comportement en flexion du biocomposite à base de plâtre renforcé par des fibres d'agave.

L'analyse de ce courbe révèle deux phases distinctes de comportement mécanique. La première correspond à une phase élastique linéaire, durant laquelle la déformation du matériau est proportionnelle à la contrainte appliquée, jusqu'à l'apparition des premières fissures au sein de la matrice de plâtre. La seconde phase, de nature non linéaire, débute avec la rupture progressive de la matrice, suivant un mécanisme de cisaillement plan localisé au niveau de la fissure principale, ce qui se traduit par une diminution progressive de la contrainte.

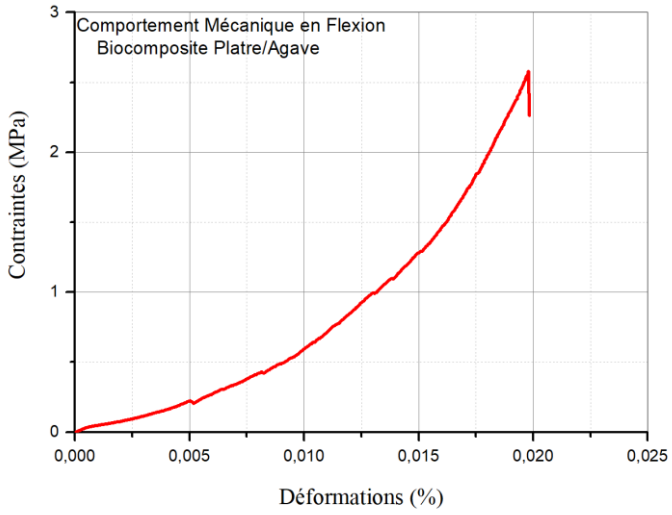


Figure 3-14 : Comportement du biocomposite (Plâtre/ Agave) en flexion : Courbes contraintes (MPa)/ déformations (%).

b. Module d'élasticité et contrainte maximale

La caractérisation de ce comportement permet de déterminer les propriétés mécaniques de l'ensemble des échantillons testés. Le Tableau *3-5* présente les valeurs obtenues.

Tableau 3-5 : Comportement en flexion du biocomposite : tableaux des valeurs des caractéristiques mécaniques des spécimens plâtre/Agave

	Contrainte de flexion Maximale (Mpa)	Module d'élasticité (Mpa)
Eprouvette 1 avec 1% de fibres	2,58	306,85
Eprouvette 2 avec 1% de fibres	3,36	404,98
Moyenne	2,97	355,92
Eprouvette 1 avec 2% de fibres	2,04	119,51
Eprouvette 2 avec 2% de fibres	2,12	217,46
Moyenne	2,083	168,48
Eprouvette 1 avec 3% de fibres	3,00	461,17
Eprouvette 2 avec 3% de fibres	2,24	297,55
Moyenne	2,62	379,36

3.3.2.3. Discussion et conclusion

L'analyse des résultats obtenus pour la contrainte de flexion maximale (*Tableau 3-5*) met en évidence une évolution non linéaire du comportement mécanique du biocomposite à matrice de plâtre renforcé par des fibres d'Agave. Pour une teneur de 1 % en fibres, la contrainte moyenne atteint 2,97 Mpa (*Figure 3-15*-a), traduisant une amélioration notable de la résistance à la flexion par rapport au plâtre pur. Cette amélioration témoigne d'une bonne adhérence interfaciale entre les fibres et la matrice, favorisant une répartition homogène des contraintes et un effet de pontage des fissures, bien documenté dans la littérature pour les composites à fibres naturelles. Ce phénomène permet une meilleure dissipation de l'énergie lors de la rupture et une résistance accrue à la propagation des fissures.

Lorsque la teneur en fibres augmente à 2 %, la contrainte moyenne diminue à 2,08 MPa, indiquant une perte partielle de performance mécanique. Cette baisse peut être attribuée à une dispersion moins homogène des fibres dans la matrice, entraînant la formation d'amas fibreux et de vides internes. De tels défauts microstructuraux ont été observés dans d'autres systèmes à base de fibres végétales et sont connus pour altérer la cohésion interfaciale et réduire l'efficacité du transfert de charge entre la matrice et les renforts. En effet, une surconcentration de fibres peut entraver la continuité de la matrice en plâtre et créer des zones de faiblesse locales .

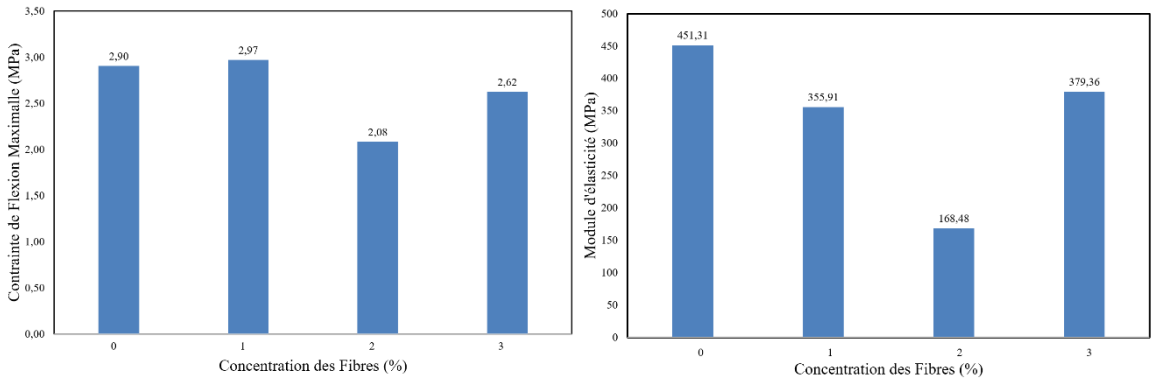
À 3 % de fibres, la contrainte moyenne remonte légèrement à 2,62 MPa, traduisant une récupération partielle de la résistance à la flexion. Ce comportement suggère qu'à cette teneur, un équilibre s'établit entre le renforcement mécanique offert par les fibres et les effets négatifs liés à leur dispersion irrégulière. Toutefois, la variabilité observée entre les éprouvettes indique que la distribution homogène des fibres reste un paramètre critique pour la stabilité des performances mécaniques.

L'analyse du module d'élasticité en flexion corrobore ces observations (*Figure 3-15*-b). Pour une teneur de 1 % en fibres, la valeur moyenne du module atteint 355,92 MPa, ce qui reflète une rigidité accrue du matériau. Cette amélioration résulte d'une interaction efficace fibres-matrice, facilitant le transfert des contraintes mécaniques et limitant les déformations sous charge. La présence modérée de fibres contribue ainsi à renforcer la cohésion interne du composite et à améliorer sa résistance à la flexion sans compromettre sa ductilité.

Lorsque la concentration en fibres est portée à 2 %, le module d'élasticité chute à 168,49 MPa, confirmant la diminution de rigidité précédemment observée. Cette réduction est liée à une hétérogénéité de dispersion et à la formation d'agglomérats fibreux perturbant la microstructure. Ces défauts provoquent des discontinuités mécaniques, réduisant la capacité du composite à transmettre les efforts de manière uniforme. Ce comportement est souvent signalé dans les études sur les composites à fibres végétales lorsque la teneur en renfort dépasse le seuil critique d'homogénéité.

En revanche, à 3 % de fibres, le module d'élasticité remonte à 379,36 MPa, traduisant une récupération de la rigidité du biocomposite. Ce résultat pourrait être attribué à une meilleure interconnexion entre, favorisant une redistribution plus équilibrée des contraintes. Cependant, la variabilité entre les échantillons suggère que la régularité de la dispersion reste un facteur clé pour garantir la reproductibilité des performances mécaniques.

Dans l'ensemble, les résultats indiquent que la teneur optimale en fibres d'Agave pour maximiser la résistance et la rigidité en flexion se situe autour de 1 %, où la synergie fibres-matrice atteint son efficacité maximale. Au-delà de ce seuil, les interactions fibre-fibre deviennent prépondérantes, engendrant des zones de faiblesse et une hétérogénéité accrue. Ce comportement est typique des biocomposites à matrice minérale (plâtre, chaux, ciment) où les propriétés mécaniques dépendent fortement de l'adhérence interfaciale, de la morphologie des fibres et de leur dispersion dans la matrice.



(a) (b)

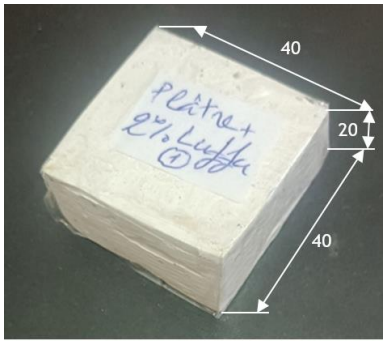
Figure 3-15 : Variation des propriètées mécanique du bicomposite en flexion en fonction de la concentration des fibres d'Agave, a) résistance à la compression et b) Module d'élasticité.

3.4. Caractérisation thermique du biocomposite plâtre/Agave

3.4.1. Matériel et méthodes

La conductivité thermique a été déterminée à l'aide de la méthode du fil chaud, qui repose sur l'analyse de la réponse thermique d'un matériau soumis à une impulsion de chaleur, comme décrit au paragraphe (1.3.1.4). Le flux thermique est généré par le chauffage électrique d'une résistance intégrée à une sonde thermiquement connectée à l'échantillon. La conductivité thermique est ensuite calculée à partir des variations de température enregistrées de manière régulière.

Afin d'assurer un contact thermique optimal entre la sonde et le matériau, les surfaces des échantillons ont été soigneusement polies. L'expérimentation a porté sur des biocomposites plâtre–agave de dimensions 4 × 4 × 2 cm (*3-16*) , incorporant respectivement 1 %, 2 % et 3 % en masse de fibres d'Agave.



3-16 : Eprouvette de conductivité thermique

3.4.2. Résultats

La conductivité thermique λ ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) constitue une grandeur physique fondamentale caractérisant la capacité isolante d'un matériau. Plus la valeur du coefficient λ est faible, plus le pouvoir isolant du matériau est élevé. Le Tableau 3-6 présente les valeurs de la conductivité thermique ainsi que leur évolution en fonction de la teneur en fibres du biocomposite.

Tableau 3-6 : Variation de la conductivité thermique des biocomposites Platre/Agave en fonction de la concentration des fibres d'Agave.

Concentration des Fibres (%)	Conductivité Thermique (W/m.K)
0	0.25
1	0.44
2	0.37
3	0.30

3.4.3. Discussion et conclusion

L'analyse des résultats met en évidence une variation notable de la conductivité thermique du biocomposite en fonction de la concentration en fibres d'agave, soulignant ainsi l'influence significative de ces fibres sur le comportement thermique du matériau (voir *Figure 3-17*). En l'absence de fibres, la conductivité thermique du plâtre pur est de 0,25 W/m·K, valeur confirmant son caractère isolant [146] [147] [148]. Cependant, l'incorporation de 1 % en masse de fibres d'agave entraîne une augmentation de la conductivité thermique jusqu'à 0,4445 W/m·K, due à une dispersion non homogène des fibres ou à la formation de ponts thermiques. À l'inverse, lorsque la concentration en fibres est portée à 2 % et 3 %, la conductivité thermique diminue progressivement pour atteindre respectivement 0,3679 W/m·K et 0,3075 W/m·K, traduisant une meilleure répartition des fibres et une porosité accrue du matériau. Ce comportement thermique s'explique par plusieurs phénomènes, notamment l'influence des fibres sur la microstructure, favorisant la création de pores d'air — excellents isolants thermiques. La hausse initiale de la conductivité observée à 1 % en masse peut ainsi être attribuée à une dispersion insuffisante des fibres ou à la présence de ponts thermiques, tandis qu'à des concentrations plus élevées, l'intégration plus homogène des fibres dans la matrice conduit à une réduction globale de la conductivité. Cette faible conductivité thermique des fibres d'agave résulte principalement de leur structure microporeuse.

Par ailleurs, la répartition homogène des fibres au sein du plâtre renforcé favorise une diffusion thermique équilibrée à travers le matériau, ce qui se traduit par une réduction de la conductivité thermique. Cette interaction limite le transfert de chaleur et contribue à la formation de zones de résistance accrue, améliorant ainsi les propriétés isolantes du biocomposite. Toutefois, il convient de souligner que la performance thermique du matériau dépend étroitement du taux d'incorporation des fibres. En effet, plusieurs études [145] [149] ont démontré qu'une augmentation de ce taux conduit à une diminution progressive de la conductivité thermique du composite. De plus, l'ajout de fibres végétales a montré son efficacité à freiner la propagation de la chaleur, une propriété essentielle pour l'optimisation de la régulation thermique dans les bâtiments.

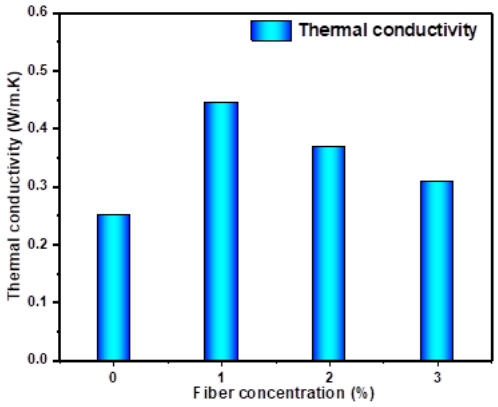


Figure 3-17: Variation de la conductivité thermique du biocomposite Plâtre/Agave en fonction de la concentration des fibres.

3.4.4. Conclusion

En synthèse, l'étude révèle une influence marquée de la teneur en fibres d'agave sur la conductivité thermique du plâtre renforcé. L'introduction de ces fibres modifie la microstructure du matériau, entraînant des variations notables de ses propriétés isolantes. Une légère hausse de la conductivité est observée à faible concentration (1 %), probablement due à une dispersion inégale des fibres ou à la formation de ponts thermiques. En revanche, aux concentrations plus élevées (2 % et 3 %), une diminution progressive de la conductivité thermique est enregistrée, traduisant une meilleure homogénéité de la répartition des fibres et une augmentation de la porosité. Ce comportement s'explique par la capacité des fibres d'agave à favoriser la création de pores d'air, excellents isolants thermiques, et à assurer une diffusion plus équilibrée de la chaleur dans la matrice. Ainsi, l'intégration optimale des fibres améliore significativement le pouvoir isolant du biocomposite, confirmant son potentiel comme matériau à haute performance thermique pour des applications de construction durable.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'étude menée sur le biocomposite à base de plâtre semi-hydrate et de fibres d'Agave americana met en évidence le potentiel de ce matériau hybride en tant qu'alternative durable pour les applications dans le domaine de la construction. Le plâtre utilisé, de nature fragile à l'état pur, présente une résistance limitée à la compression (≈ 2,9 MPa) et un comportement typiquement céramique, marqué par une faible ductilité et une rupture brutale. Ce constat souligne la nécessité de son renforcement, notamment par l'ajout de fibres naturelles capables d'améliorer ses propriétés mécaniques et sa durabilité.

Les fibres d'Agave americana, extraites à partir de feuilles matures selon un protocole combinant procédés mécaniques et traitements aqueux, se distinguent par leur structure cellulosique complexe, associant cellulose, hémicellulose et lignine. Cette composition leur confère une combinaison intéressante de rigidité, flexibilité et adhérence, des caractéristiques essentielles pour leur intégration dans une matrice minérale. L'analyse FTIR a confirmé la présence de ces composés structuraux, tandيis que les observations morphologiques ont mis en évidence une surface fibreuse rugueuse, favorable à l'ancrage mécanique dans le plâtre.

Sur le plan mécanique, les essais réalisés ont montré que l'incorporation des fibres d'agave influence de manière significative les propriétés du composite. À faible teneur (≈1 %), une amélioration de la résistance à la flexion et du module d'élasticité a été observée, traduisant une bonne interaction fibre–matrice et un transfert efficace des contraintes. Toutefois, au-delà de ce seuil, l'augmentation de la concentration en fibres tend à réduire la compacité du matériau, à accroître la porosité et à générer des zones de discontinuité, entraînant une baisse progressive des performances mécaniques. Cela met en évidence la nécessité d'un dosage optimal et d'une dispersion homogène des fibres pour assurer un équilibre entre rigidité, ténacité et cohésion interne.

D'un point de vue thermique, l'ajout des fibres d'agave modifie la microstructure du plâtre, influençant directement sa conductivité thermique. Une légère augmentation est notée à faible concentration (1 %), probablement liée à la formation de ponts thermiques, tandis qu'aux taux plus élevés (2–3 %), la conductivité diminue progressivement en raison d'une meilleure répartition des fibres et d'une porosité accrue. Ce phénomène traduit la capacité des fibres à piéger des poches d'air, agissant comme des isolants thermiques naturels et améliorant ainsi les performances énergétiques du matériau. Ces résultats confirment la pertinence du biocomposite plâtre–agave comme matériau isolant à faible impact environnemental, adapté aux exigences de la construction durable.

En conclusion, cette étude démontre que la combinaison d'un liant minéral traditionnel, le plâtre, et de fibres végétales issues de ressources renouvelables, comme l'*Agave americana*, permet de

concevoir des matériaux éco-efficients présentant un bon compromis entre résistance mécanique et performance thermique.

Cependant, plusieurs axes de recherche méritent d'être approfondis :

- **Optimisation de l'Interface Fibre-Matrice (Approche Chimique et Bio-sourcée)**

Traitement de surface écologique : Explorer des traitements alcalins ou enzymatiques plus respectueux de l'environnement pour améliorer l'adhésion rugueuse de la fibre sans dégrader sa structure cellulosique.

Compatibilisants biosourcés : Étudier l'ajout d'adjuvants naturels pour réduire le contraste de polarité entre la fibre hydrophile et la matrice de plâtre, garantissant une meilleure durabilité face à l'humidité.

- **Ingénierie de la Dispersion et Procédés Industriels**

Techniques de mélange avancées : Développer des protocoles de malaxage industriel permettant une distribution omnidirectionnelle et homogène des fibres, afin d'éliminer les zones de fragilité (agglomérats) constatées lors de l'étude.

- **Analyse du Cycle de Vie (ACV) et Impact Environnemental**

Bilan Carbone : Réaliser une étude comparative de l'empreinte carbone entre le plâtre renforcé de fibres d'Agave et les matériaux isolants synthétiques conventionnels.

Économie Circulaire : Étudier la recyclabilité du biocomposite en fin de vie (broyage et réutilisation comme agrégat), renforçant ainsi son statut de matériau "zéro déchet" pour la construction durable.

- **Caractérisation Multi-physique Approfondie**

Comportement Thermo-hygrométrique : Analyser la capacité du matériau à réguler l'humidité ambiante (effet régulateur de vapeur), un atout majeur pour le confort thermique et la santé dans l'habitat.

Durabilité à long terme : Lancer des tests de vieillissement accéléré pour observer la minéralisation potentielle des fibres au sein du plâtre et garantir la pérennité structurelle du matériau sur plusieurs décennies.

- **Transfert Technologique et Normalisation**

Élaboration de fiches techniques : Travailler sur la normalisation de ce biocomposite pour faciliter son intégration dans le code de construction, en ciblant particulièrement la restauration du patrimoine architectural et l'isolation par l'intérieur.

Références

Références

[1] S. Thomas, S. A. Paul, L. A. Pothan, et B. Deepa, « Natural Fibres: Structure, Properties and Applications », in *Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites: Green Chemistry and Technology*, S. Kalia, B. S. Kaith, et I. Kaur, Éd., Berlin, Heidelberg: Springer, 2011, p. 3-42. doi: 10.1007/978-3-642-17370-7_1. 15/11/2026

[2] M. Singh, C. L. Verma, M. Garg, S. K. Handa, et R. Kumar, « Studies on sisal fiber reinforced gypsum binder for substitution of wood », 2012.

[3] M. Charai *et al.*, « Lightweight waste-based gypsum composites for building temperature and moisture control using coal fly ash and plant fibers », *Construction and Building Materials*, vol. 393, p. 132092, août 2023, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2023.132092. 15/11/2026

[4] Y. Sun *et al.*, « Gypsum reinforced using hemp fibers: Enhanced interfacial compatibility by dual-modification strategy », *Construction and Building Materials*, vol. 419, p. 135521, mars 2024, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2024.135521. 15/11/2026

[5] T. Gebretsadik *et al.*, « Characterization and Comparative Insights on Agave Americana and Agave Sisalana Leaf Fibers for High-Performance Applications », *Journal of Natural Fibers*, vol. 20, août 2023, doi: 10.1080/15440478.2023.2246648. 15/11/2026

[6] S. Msahli, S. Faouzi, et J.-Y. Drean, « Study of Textile Potential of Fibers Extracted From Tunisian Agave Americana L. », *AUTEX Research Journal*, vol. 6, avr. 2006, doi: 10.1515/aut-2006-060102. 15/11/2026

[7] A. El Oudiani, S. Msahli, et F. Sakli, « In-depth study of agave fiber structure using Fourier transform infrared spectroscopy », *Carbohydrate Polymers*, vol. 164, p. 242-248, mai 2017, doi: 10.1016/j.carbpol.2017.01.091. 15/11/2026

[8] Sofien Bouzouita, « Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel », phdthesis, Ecole Centrale de Lyon ; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir, 2011. Consulté le: 1 avril 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-00769959 15/11/2026

[9] T. Mutuk, K. Arpacioğlu, S. Alişir, et G. DEMiR, « Thermal and mechanical evaluation of natural fibers reinforced gypsum plaster composite », *Journal of Metals, Materials and Minerals*, vol. 33, n° 1, Art. n° 1, mars 2023, doi: 10.55713/jmmm.v33i1.1669. 15/11/2026

[10] « Naissance d'un concept | Dossier ». Consulté le: 8 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.futura-sciences.com/planete/dossiers/developpement-durable-historique-developpement-durable-113/page/2/. 15/11/2026

[11] G. Herrington, « Update to limits to growth: Comparing the World3 model with empirical data », *Journal of Industrial Ecology*, vol. 25, n° 3, p. 614-626, 2021, doi: https://doi.org/10.1111/jiec.13084. 15/11/2026

[12] B. Descombe, « Nous n'avons qu'une seule Terre », UICN France. Consulté le: 8 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://uicn.fr/nous-navons-quune-seule-terre/ 15/11/2026

[13] P. Schäfer et V. Helfrich, « Section 1. Genèse du développement durable », *La gestion en schémas*, p. 6-31, 2022. 15/11/2026

[14] N. Sofroniou et P. Anderson, « La transition verte: analyser la croissance de l'emploi vert », *Revue internationale du Travail*, vol. 160, n° 1, p. 21-44, 2021. 15/11/2026

[15] S. Balti, A. Boudenne, N. Belayachi, L. Dammak, et N. Hamdi, « Advancing the Circular Economy: Reusing Hybrid Bio-Waste-Based Gypsum for Sustainable Building Insulation », *Buildings*, vol. 13, n° 12, Art. n° 12, déc. 2023, doi: 10.3390/buildings13122939. 15/11/2026

[16] C. Guerniou, « Le carbone dans le bâtiment, le bâtiment dans la décarbonation », *Constructif*, vol. 64, n° 1, p. 68-72, 2023, doi: https://doi.org/10.3917/const.064.0068. 15/11/2026

[17] G. Habert, D. Arribe, T. Dehove, L. Espinasse, et R. Le Roy, « Reducing environmental impact by increasing the strength of concrete: quantification of the improvement to concrete bridges », *Journal of Cleaner Production*, vol. 35, p. 250-262, 2012, doi: https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2012.05.028. 15/11/2026

[18] F. Asdrubali, F. D'Alessandro, et S. Schiavoni, « A review of unconventional sustainable building insulation materials », *Sustainable Materials and Technologies*, vol. 4, p. 1-17, 2015, doi: https://doi.org/10.1016/j.susmat.2015.05.002. 15/11/2026

[19] D. Daligand, « Plâtre : Dossier complet | Techniques de l'Ingénieur ». Consulté le: 2 avril 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/construction-et-travaux-publics-th3/les-materiaux-de-construction-42224210/platre-c910/ 15/11/2026

[20] Statista Research Department, « Gypse produit par pays du monde 2024 », Statista. Consulté le: 8 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://fr.statista.com/statistiques/565286/principaux-pays-producteurs-miniers-de-gypse/

[21] M. Mishmastnehi, A. Van Driessche, G. Smales, A. Moya, et T. Stawski, « Advanced materials engineering in historical gypsum plaster formulations », *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, vol. 120, p. e2208836120, févr. 2023, doi: 10.1073/pnas.2208836120. 15/11/2026

[22] R. H. Geraldo *et al.*, « Gypsum plaster waste recycling: A potential environmental and industrial solution », *Journal of Cleaner Production*, vol. 164, p. 288-300, oct. 2017, doi: 10.1016/j.jclepro.2017.06.188. 15/11/2026

[23] M. A. Pedreño-Rojas, I. Flores-Colen, J. De Brito, et C. Rodríguez-Liñán, « Influence of the heating process on the use of gypsum wastes in plasters: Mechanical, thermal and environmental analysis », *Journal of Cleaner Production*, vol. 215, p. 444-457, avr. 2019, doi: 10.1016/j.jclepro.2019.01.053. 15/11/2026

[24] SNIP, « Recyclage 2024 des déchets de plâtre », SNIP. Consulté le: 30 juillet 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.lesindustriesduplatre.org/mediatheque/

[25] M. A. Imteaz, A. Arulrajah, et F. Maghool, « Environmental and geotechnical suitability of recycling waste materials from plasterboard manufacturing », *Waste Manag Res*, vol. 38, n° 4, p. 383-391, avr. 2020, doi: 10.1177/0734242X19881213. 15/11/2026

[26] « Utilisation de matériaux recyclés de chantiers de TP en technique routière », tp.demain. Consulté le: 11 novembre 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://tpdemain.com/module/utilisation-de-materiaux-recycles-de-chantiers-de-tp-en-technique-routiere/

[27] J. Bascaules, O. Marc, L. Adelard, C. Maalouf, et H. Caillet, « Perspectives et opportunités pour le développement d'un isolant biosourcé à base de fibres de choca et de plâtre recyclé », in *Conférence Francophone de l'International Building Performance Simulation Association*, La Rochelle - Ile d'Oléron, France, mai 2024. Consulté le: 8 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://hal.science/hal-04677980

[28] F. Ebanda, « Etude des propriétés mécaniques et thermiques du plâtre renforcé de fibres végétales tropicales », 2012. doi: 10.13140/RG.2.2.36627.53284. 15/11/2026

[29] R. Naslain, « Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview », *Composites Science and Technology*, vol. 64, n° 2, p. 155-170, févr. 2004, doi: 10.1016/S0266-3538(03)00230-6. 15/11/2026

[30] K. K. Chawla, *Composite materials: science and engineering*. Springer Science & Business Media, 2012. 15/11/2026

[31] F. C. Campbell, *Structural composite materials*. ASM international, 2010. [En ligne]. Disponible sur: https://books.google.dz/books?hl=fr&lr=&id=D3Wta8e07t0C&oi=fnd&pg=PR1&dq=Structural+composite+materials&ots=T1_dcDVcs8&sig=QURdEj5KvAT1-y0O7XggJxT1GU0&redir_esc=y#v=onepage&q=Structural%20composite%20materials&f=false 15/11/2026

[32] M. Alali, « Contribution à l'étude de tissus multicouches : CAO et propriétés mécaniques », phdthesis, Université de Haute Alsace - Mulhouse, 2012. Consulté le: 27 octobre 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-01249557 15/11/2026

[33] A. R. Bunsell, S. Joannès, et A. Thionnet, *Fundamentals of Fibre Reinforced Composite Materials*, 2e éd. Boca Raton: CRC Press, 2021. doi: 10.1201/9780429399909. 15/11/2026

[34] Mouritz et al, « Review of applications for advanced three-dimensional fibre textile composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 30, n° 12, p. 1445-1461, déc. 1999, doi: 10.1016/S1359-835X(99)00034-2. 15/11/2026

[35] J.-M. Berthelot, *Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures*. Editions Tec & Doc, 2005. 15/11/2026

[36] P. K. Mallick, *Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing, and Design, Third Edition*, 3e éd. Boca Raton: CRC Press, 2007. doi: 10.1201/9781420005981. 15/11/2026

[37] T. Wang *et al.*, « Load-dependent path planning method for 3D printing of continuous fiber reinforced plastics », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 140, p. 106181, janv. 2021, doi: 10.1016/j.compositesa.2020.106181. 15/11/2026

[38] Yiming Huang, « Progressive concurrent topological optimization with variable fiber orientation and content for 3D printed continuous fiber reinforced polymer composites », *Composites Part B: Engineering*, vol. 255, p. 110602, avr. 2023, doi: 10.1016/j.compositesb.2023.110602. 15/11/2026

[39] X. Yan, M. Lai, D. Huang, Y. Zhang, et X. Huang, « Manufacturing-oriented topological design of CFRC structures with variable fiber volume and orientation », *Composite Structures*, vol. 310, p. 116779, avr. 2023, doi: 10.1016/j.compstruct.2023.116779. 15/11/2026

[40] Z. Zhao *et al.*, « Mechanical, thermal and interfacial performances of carbon fiber reinforced composites flavored by carbon nanotube in matrix/interface », *Composite Structures*, vol. 159, p. 761-772, janv. 2017, doi: 10.1016/j.compstruct.2016.10.022. 15/11/2026

[41] B. P. Revol, M. Vauthier, M. Thomassey, M. Bouquey, F. Ruch, et M. Nardin, « Design of experience to evaluate the Interfacial compatibility on high tenacity viscose fibers reinforced Polyamide-6 composites », *Composites Science and Technology*, vol. 203, p. 108615, févr. 2021, doi: 10.1016/j.compscitech.2020.108615. 15/11/2026

[42] R. Ntenga, « Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites », phdthesis, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II ; Université de Yaoundé, 2007. Consulté le: 15 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-00718126. 15/11/2026

[43] M. J. Pitkethly *et al.*, « A round-robin programme on interfacial test methods », *Composites Science and Technology*, vol. 48, n° 1, p. 205-214, janv. 1993, doi: 10.1016/0266-3538(93)90138-7. 15/11/2026

[44] X. Ji, Y. Dai, B.-L. Zheng, L. Ye, et Y.-W. Mai, « Interface end theory and re-evaluation in interfacial strength test methods », *Composite Interfaces*, vol. 10, n° 6, p. 567-580, janv. 2003, doi: 10.1163/156855403322667278. 15/11/2026

[45] P. Zinck, « De la caractérisation micromécanique du vieillissement hydrothermique des interphases polyépoxyde - fibre de verre au comportement du composite unidirectionnel : relations entre les échelles micro et macro », These de doctorat, Lyon, INSA, 1999. Consulté le: 16 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.fr/1999ISAL0108. 15/11/2026

[46] A. Le Duigou, P. Davies, et C. Baley, « Interfacial bonding of Flax fibre/Poly(l-lactide) bio-composites », *Composites Science and Technology*, vol. 70, n° 2, p. 231-239, févr. 2010, doi: 10.1016/j.compscitech.2009.10.009. 15/11/2026

[47] A. Kaflou, « Etude du comportement des interfaces et des interphases dans les composites à fibres et à matrices céramiques », These de doctorat, Lyon, INSA, 2006. Consulté le: 16 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.fr/2006ISAL0018. 15/11/2026

[48] J. Andersons, Y. Leterrier, G. Tornare, P. Dumont, et J.-A. E. Månson, « Evaluation of interfacial stress transfer efficiency by coating fragmentation test », *Mechanics of Materials*, vol. 39, n° 9, p. 834-844, sept. 2007, doi: 10.1016/j.mechmat.2007.02.003. 15/11/2026

[49] C. Bonnafous, F. Touchard, L. Chocinski-Arnault, et C. Dever, « Caractérisation expérimentale de l'interface fil/matrice dans les composites chanvre/époxy », in *Comptes-rendus des 17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17)*, AMAC, Éd., Poitiers-Futuroscope, France, juin 2011, p. 40. Consulté le: 16 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://hal.science/hal-00597912. 15/11/2026

[50] J. L. Stapper, F. Gauvin, et H. J. H. Brouwers, « Influence of short-term degradation on coir in natural fibre-cement composites », *Construction and Building Materials*, vol. 306, p. 124906, nov. 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2021.124906. 15/11/2026

[51] M. Mohammed *et al.*, « Surface treatment to improve water repellence and compatibility of natural fiber with polymer matrix: Recent advancement », *Polymer Testing*, vol. 115, p. 107707, nov. 2022, doi: 10.1016/j.polymertesting.2022.107707. 15/11/2026

[52] M. S. Tuğluca, E. Özdoğru, H. İlcan, E. Özçelikci, H. Ulugöl, et M. Şahmaran, « Characterization of chemically treated waste wood fiber and its potential application in cementitious composites », *Cement and Concrete Composites*, vol. 137, p. 104938, mars 2023, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2023.104938. 15/11/2026

[53] N. Chawla et Y.-L. Shen, « Mechanical Behavior of Particle Reinforced Metal Matrix Composites », *Advanced Engineering Materials*, vol. 3, n° 6, p. 357-370, 2001, doi: 10.1002/1527-2648(200106)3:6<357::AID-ADEM357>3.0.CO;2-I. 15/11/2026

[54] S. Eve, « Comportement à la prise et propriétés mécaniques de matériaux composites à base de plâtre », These de doctorat, Caen, 2003. Consulté le: 17 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: Descombe. 15/11/2026

[55] C. Lemaitre, *Les propriétés physico-chimiques des matériaux de construction: Matière et matériaux - Propriétés rhéologiques et mécaniques - Sécurité et réglementation - Comportement thermique, hygroscopique, acoustique et optique*. Eyrolles, 2012. [En ligne]. Disponible sur: https://books.google.dz/books?id=hOdHqaOKtbkC. 15/11/2026

[56] P. Coquard, « Résistance mécanique des plâtres secs et humides », thesis, Aix-Marseille 3, 1992. Consulté le: 26 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.fr/1992AIX30082. 15/11/2026

[57] S. Meille, « Étude du comportement mécanique du plâtre pris en relation avec sa microstructure », phdthesis, INSA de Lyon, 2001. Consulté le: 27 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: Lemaitre. 15/11/2026

[58] D. Maugis, « Sub-Critical Crack Growth, Surface Energy and Fracture Toughness of Brittle Materials », in *Fracture Mechanics of Ceramics: Volume 8: Microstructure, Methods, Design, and Fatigue*, R. C. Bradt, A. G. Evans, D. P. H. Hasselman, et F. F. Lange, Éd., Boston, MA: Springer US, 1986, p. 255-272. doi: 10.1007/978-1-4615-7026-4_20. 15/11/2026

[59] T. Ono, K. Nagata, M. Hashiba, E. Miura, Y. Nurishi, et T. Shimada, « Internal friction, crack length of fracture origin and fracture surface energy in alumina-zirconia composites », *J Mater Sci*, vol. 24, n° 6, p. 1974-1978, juin 1989, doi: 10.1007/BF02385408. 15/11/2026

[60] K.-T. Wan, D. T. Smith, et B. R. Lawn, « Fracture and contact adhesion energies of mica-mica, silica-silica, and mica-silica interfaces in dry and moist atmospheres », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 75, n° 3, p. 667-676, 1992, doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1992.tb07857.x. 15/11/2026

[61] A. A. Griffith, « The Phenomena of Rupture and Flow in Solids », *Philosophical Transactions of the Royal Society of London Series A*, vol. 221, p. 163-198, janv. 1921, doi: 10.1098/rsta.1921.0006. 15/11/2026

[62] K. Atchonouglo, « Identification des paramètres caractéristiques d'un phénomène ou thermique regi par une équation differentielle ou aux dérivés partielles », thesis, Poitiers, 2007. Consulté le: 27 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.fr/2007POIT2288. 15/11/2026

[63] K. Ismail, « Metrologiethermique », 2011, Consulté le: 27 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.academia.edu/36567567/Metrologiethermique

[64] A. Rigacci, « Élaboration d'aérogels de silice monolithiques et étude des relations entre leur structure et leur conductivité thermique équivalente », These de doctorat, ENSMP, 1998. Consulté le: 27 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.fr/1998ENMP0836. 15/11/2026

[65] S. Ismail, E. Akpan, et H. Dhakal, « Review on natural plant fibres and their hybrid composites for structural applications: Recent trends and future perspectives », *Composites Part C: Open Access*, vol. 9, p. 100322, oct. 2022, doi: https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2022.100322. 15/11/2026

[66] M. Zimniewska, M. Wladyka-Przybylak, et J. Mankowski, « Cellulosic Bast Fibers, Their Structure and Properties Suitable for Composite Applications », in *Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites: Green Chemistry and Technology*, S. Kalia, B. S. Kaith, et I. Kaur, Éd., Berlin, Heidelberg: Springer, 2011, p. 97-119. doi: 10.1007/978-3-642-17370-7_4. 15/11/2026

[67] A. Karimah *et al.*, « A Comprehensive Review on Natural Fibers: Technological and Socio-Economical Aspects », *Polymers*, vol. 13, n° 24, Art. n° 24, janv. 2021, doi: 10.3390/polym13244280. 15/11/2026

[68] M. Adamu, F. Alanazi, Y. E. Ibrahim, H. Alanazi, et V. C. Khed, « A Comprehensive Review on Sustainable Natural Fiber in Cementitious Composites: The Date Palm Fiber Case », *Sustainability*, vol. 14, n° 11, Art. n° 11, janv. 2022, doi: 10.3390/su14116691. 15/11/2026

[69] S. K. Ramamoorthy, M. Skrifvars, et A. Persson, « A Review of Natural Fibers Used in Biocomposites: Plant, Animal and Regenerated Cellulose Fibers », *Polymer Reviews*, janv. 2015, Consulté le: 10 juillet 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/15583724.2014.971124

[70] C. Ververis, K. Georghiou, N. Christodoulakis, P. Santas, et R. Santas, « Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production », *Industrial Crops and Products*, vol. 19, n° 3, p. 245-254, mai 2004, doi: 10.1016/j.indcrop.2003.10.006.

[71] M. Nardin, « Interfaces fibre-matrice dans les materiaux composites. application aux fibres vegetales », *Revue des composites et des matériaux avances*, vol. 16, n° 1, p. 49, 2006. 15/11/2026

[72] D. Page et F. El-Hosseiny, « mechanical properties of single wood pulp fibres. VI. Fibril angle and the shape of the stress-strain curve », 1983. Consulté le: 6 avril 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-00718126/

[73] A. K. Bledzki et J. Gassan, « Composites reinforced with cellulose based fibres », *Progress in polymer science*, vol. 24, n° 2, p. 221-274, 1999, doi: https://doi.org/10.1016/S0079-6700(98)00018-5. 15/11/2026

[74] A. Thygesen, *Properties of hemp fibre polymer composites - An optimisation of fibre properties using novel defibration methods and fibre characterisation*. in Risø-PhD. Roskilde: Risø National Laboratory, 2006. [En ligne]. Disponible sur: https://backend.orbit.dtu.dk/ws/portalfiles/portal/88454002/ris_phd_11.pdf. 15/11/2026

[75] S. Thiebaud-Roux, « Valorisation chimique de composés lignocellulosiques », phdthesis, Institut National Polytechnique (Toulouse), 1995. Consulté le: 21 juillet 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://hal.science/tel-04287700

[76] S. J. Eichhorn *et al.*, « Review: Current international research into cellulosic fibres and composites », *Journal of Materials Science*, vol. 36, n° 9, p. 2107-2131, mai 2001, doi: 10.1023/A:1017512029696. 15/11/2026

[77] F. Kačík, D. Kačíková, et T. Bubenikova, « Spruce wood lignin alterations after infrared heating at different wood moistures », *Cell. Chem. Technol*, vol. 40, n° 8, p. 643-648, 2006. 15/11/2026

[78] T. Shepherd et D. Wynne Griffiths, « The effects of stress on plant cuticular waxes », *New Phytologist*, vol. 171, n° 3, p. 469-499, 2006. 15/11/2026

[79] J. Lecomte, « Les cires végétales : sources et applications », *OCL*, vol. 16, n° 4-5-6, Art. n° 4-5-6, juill. 2009, doi: 10.1051/ocl.2009.0273. 15/11/2026

[80] M. Saxena, A. Pappu, R. Haque, et A. Sharma, « Sisal Fiber Based Polymer Composites and Their Applications », in *Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites: Green Chemistry and Technology*, S. Kalia, B. S. Kaith, et I. Kaur, Éd., Berlin, Heidelberg: Springer, 2011, p. 589-659. doi: 10.1007/978-3-642-17370-7_22. 15/11/2026

[81] B. Singh et M. Gupta, « Natural fiber composites for building applications », in *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*, CRC press, 2005, p. 283-313. [En ligne]. Disponible sur: https://www.taylorfrancis.com/chapters/edit/10.1201/9780203508206-16/natural-fiber-composites-building-applications-brajeshwar-singh-manorama-gupta. 15/11/2026

[82] M. A. Aziz, P. Paramasivam, et S. L. Lee, « Prospects for natural fibre reinforced concretes in construction », *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, vol. 3, n° 2, p. 123-132, 1981, doi: https://doi.org/10.1016/0262-5075(81)90006-3. 15/11/2026

[83] C. Juarez, A. Duran, P. Valdez, et G. Fajardo, « Performance of “Agave lecheguilla” natural fiber in portland cement composites exposed to severe environment conditions », *Building and environment*, vol. 42, n° 3, p. 1151-1157, 2007, doi: https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2005.12.005. 15/11/2026

[84] H. Savastano Jr, S. F. dos Santos, M. Radonjic, et W. O. Soboyejo, « Fracture and fatigue of natural fiber-reinforced cementitious composites », *Cement and Concrete Composites*, vol. 31, n° 4, p. 232-243, 2009, doi: https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2009.02.006. 15/11/2026

[85] W. A. W. A. Rahman, L. T. Sin, et A. R. Rahmat, « Injection moulding simulation analysis of natural fiber composite window frame », *Journal of materials processing technology*, vol. 197, n° 1-3, p. 22-30, 2008, doi: https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.06.014.

[86] R. D. Toledo Filho, F. de Andrade Silva, E. M. R. Fairbairn, et J. de Almeida Melo Filho, « Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates », *Construction and building materials*, vol. 23, n° 6, p. 2409-2420, 2009. 15/11/2026

[87] J.-J. Barrau et D. GUEDRA DEGEORGES, « Structures en matériaux composites », *Techniques de l’ingénieur. L’Entreprise industrielle*, n° BM5080, 2004. 15/11/2026

[88] B. Neya, B. Duchemin, L. Bizet, et J.-M. Kanema, « Elaboration et caractérisation d'un matériau de construction à base de fibres d'Hibiscus cannabinus L. (Kénaf) et de plâtre », 2018, [En ligne]. Disponible sur: https://www.afriquescience.net/admin/postpdfs/be206f85f431cb6150da6883c1edb7c41729714673.pdf. 15/11/2026

[89] D. S. John et J. M. Kelly, « The flexural behavior of fibrous plaster sheets », *Cement and concrete research*, vol. 5, n° 4, p. 347-362, 1975, doi: https://doi.org/10.1016/0008-8846(75)90090-3. 15/11/2026

[90] P. Boustingorry, « Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté. Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse », phdthesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2002. Consulté le: 21 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-00153160

[91] M. A. Carvalho, C. Calil Júnior, H. Savastano Junior, R. Tubino, et M. T. Carvalho, « Microstructure and mechanical properties of gypsum composites reinforced with recycled cellulose pulp », *Materials Research*, vol. 11, p. 391-397, 2008. 15/11/2026

[92] M. Hošťálková, N. Vavřínová, et V. Longauerová, « Mechanical properties of the gypsum composite reinforcement with wooden fibers », *International Review of Applied Sciences and Engineering*, vol. 10, n° 1, p. 15-21, juin 2019, doi: 10.1556/1848.2019.0003. 15/11/2026

[93] H. E. Benchouia *et al.*, « An experimental evaluation of a hybrid bio-composite based on date palm petiole fibers, expanded polystyrene waste, and gypsum plaster as a sustainable insulating building material », *Construction and Building Materials*, vol. 422, p. 135735, avr. 2024, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2024.135735. 15/11/2026

[94] H. Jaffel, « Caractérisation multi-échelles de matériaux poreux en évolution : cas du plâtre », phdthesis, Ecole Polytechnique X, 2006. Consulté le: 28 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://pastel.hal.science/tel-00122888. 15/11/2026

[95] L. Amathieu et R. Boistelle, « Crystallization kinetics of gypsum from dense suspension of hemihydrate in water », *Journal of Crystal Growth*, vol. 88, n° 2, p. 183-192, avr. 1988, doi: 10.1016/0022-0248(88)90275-8. 15/11/2026

[96] J. Beretka et J. W. Van Der Touw, « Hydration kinetics of calcium sulphate hemihydrate: A comparison of models », *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, vol. 44, n° 1, p. 19-30, 1989, doi: 10.1002/jctb.280440104. 15/11/2026

[97] F. Karim, F. Wakif, et L. Saâdi, « Caractérisation physico-chimique du gypse synthétisé et du phosphogypse », *Verres Céramiques Composites*, vol. 2, n° 2, p. 19-31, 2013. 15/11/2026

[98] M. Álvarez, D. Ferrández, C. Morón, et E. Atanes-Sánchez, « Characterization of a New Lightened Gypsum-Based Material Reinforced with Fibers », *Materials*, vol. 14, n° 5, Art. n° 5, janv. 2021, doi: 10.3390/ma14051203. 15/11/2026

[99] A. I. Kurmangalieva *et al.*, « Formation of porous structures in production technology of construction materials based on building gypsum plaster », *Nanotechnologies in Construction A Scientific Internet-Journal*, vol. 15, p. 319-327, sept. 2023, doi: 10.15828/2075-8545-2023-15-4-319-327. 15/11/2026

[100] M. La Bella, R. Besselink, J. P. Wright, A. E. S. Van Driessche, A. Fernandez-Martinez, et C. Giacobbe, « Hierarchical synchrotron diffraction and imaging study of the calcium sulfate hemihydrate–gypsum transformation », *J Appl Cryst*, vol. 56, n° 3, p. 660-672, juin 2023, doi: 10.1107/S1600576723002881. 15/11/2026

[101] F. Betene Ebanda, « Etude des propriétés mécaniques et thermiques du plâtre renforcé de fibres végétales tropicales », Theses, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2012. Consulté le: 31 octobre 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-01153478. 15/11/2026

[102] M. Peroglio-Martynovitch, « Composites organiques-inorganiques poreux pour la substitution osseuse », These de doctorat, Lyon, INSA, 2008. Consulté le: 8 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.fr/2008ISAL0083

[103] M. Saadaoui, S. Meille, P. Reynaud, et G. Fantozzi, « Internal friction study of water effect on set plaster », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, n° 14, p. 3281-3285, 2005, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2004.07.035. 15/11/2026

[104] J. L. Vignes, H. Essaddam, et D. Daligand, « Une vie de plâtre », *Bulletin de l'Union des Physiciens*, vol. 790, p. 145-164, 1997. 15/11/2026

[105] J. Lima, Faria ,Paulina, et A. and Santos Silva, « Earth Plasters: The Influence of Clay Mineralogy in the Plasters' Properties », *International Journal of Architectural Heritage*, vol. 14, n° 7, p. 948-963, août 2020, doi: 10.1080/15583058.2020.1727064. 15/11/2026

[106] A. Zaragoza-Benzal, D. Ferrández, J. P. Diaz-Velilla, et J. A. Zúñiga-Vicente, « Manufacture and characterisation of a new lightweight plaster for application in wet rooms under circular economy criteria », *Case Studies in Construction Materials*, vol. 19, p. e02380, déc. 2023, doi: 10.1016/j.cscm.2023.e02380. 15/11/2026

[107] S. Maiti, N. Jain, J. Malik, et A. Baliyan, « Light Weight Plasters Containing Vermiculite and FGD Gypsum for Sustainable and Energy Efficient Building Construction Materials », *J. Inst. Eng. India Ser. A*, vol. 104, n° 3, p. 603-614, sept. 2023, doi: 10.1007/s40030-023-00736-7. 15/11/2026

[108] Y. Tsapko, O. P. Bondarenko, O. Tsapko, et M. Sukhanevych, « Justification of the Efficiency of Application of Plaster for Fire Protection of Concrete Structures », *Defect and Diffusion Forum*, vol. 437, p. 69-78, 2024, doi: 10.4028/p-Hdz0vg. 15/11/2026

[109] « SPA COLPA ». Consulté le: 8 août 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://colpa.dz/

[110] N. B. Singh et B. Middendorf, « Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to gypsum crystallization », *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, vol. 53, n° 1, p. 57-77, mars 2007, doi: 10.1016/j.pcrysgrow.2007.01.002. 15/11/2026

[111] A. Belaadi, « ELABORATION ET CARACTERISATION DES MATERIAUX BIOCOMPOSITES », Thesis, 2015. Consulté le: 22 avril 2026. [En ligne]. Disponible sur: https://dspace.univ-guelma.dz/jspui/handle/123456789/332

[112] C. Idres, « Élaboration et caractérisation de biocomposites à base de polyesters bactériens et de fibres d'Agave Americana », Theses, Université de Bretagne Sud ; Université Abderrahmane Mira - Bejaïa (Bejaïa, Algérie), 2024. Consulté le: 20 avril 2026. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-04914302

[113] R. Kablan, « Etude d'Agave de Guadeloupe : leurs métabolites (structure et activité) et leurs structures fibreuses (cristallinité de la cellulose et propriétés des fibres). », Theses, Université des Antilles, 2023. Consulté le: 22 avril 2026. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-05067951

[114] K. Mylsamy, « Studies on Agave Americana fibre reinforced composite materials », 2011. 15/11/2026

[115] S. Msahli, Y. Chaabouni, S. Faouzi, et J.-Y. Drean, « Mechanical Behavior of Agave Americana L. Fibres: Correlation Between Fine Structure and Mechanical Properties », *Journal of Applied Sciences*, vol. 7, déc. 2007, doi: 10.3923/jas.2007.3951.3957. 15/11/2026

[116] A. Bezazi, A. Belaadi, M. Bourchak, F. Scarpa, et K. Boba, « Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L. natural fibres », *Composites Part B: Engineering*, vol. 66, p. 194-203, nov. 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2014.05.014. 15/11/2026

[117] A. Hulle, P. Kadole, et P. Katkar, « Agave Americana Leaf Fibers », *Fibers*, vol. 3, n° 1, Art. n° 1, mars 2015, doi: 10.3390/fib3010064. 15/11/2026

[118] S. Msahli, M. Jaouadi, F. Sakli, et J.-Y. Drean, « Study of the Mechanical Properties of Fibers Extracted from Tunisian Agave americana L. », *Journal of Natural Fibers*, vol. 12, n° 6, p. 552-560, nov. 2015, doi: 10.1080/15440478.2014.984046. 15/11/2026

[119] C. Arumugam *et al.*, « Novel short *Agave americana* based biocomposite and nanobiocomposites for automotive applications », *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, vol. 7, n° 4, p. 556-571, juill. 2024, doi: 10.1016/j.ijlmm.2024.03.003. 15/11/2026

[120] J. A. Hernández, V. H. Romero, A. Escalante, G. Toriz, O. J. Rojas, et B. C. Sulbarán, « Agave tequilana Bagasse as Source of Cellulose Nanocrystals via Organosolv Treatment », *BioResources*, vol. 13, n° 2, p. 3603-3614, mars 2018, doi: 10.15376/biores.13.2.3603-3614. 15/11/2026

[121] O. F. Vázquez-Vuelvas, F. A. Chávez-Camacho, J. A. Meza-Velázquez, E. Mendez-Merino, M. M. Ríos-Licea, et J. C. Contreras-Esquivel, « A comparative FTIR study for supplemented agavin as functional food », *Food Hydrocolloids*, vol. 103, p. 105642, juin 2020, doi: 10.1016/j.foodhyd.2020.105642. 15/11/2026

[122] C. Romão, P. Vieira, F. Peito, A. Marques, et J. L. Esteves, « Single Filament Mechanical Characterisation of Hemp Fibres for Reinforcing Composite Materials », *Molecular Crystals and*

Liquid Crystals - MOL CRYST LIQUID CRYST, vol. 418, p. 87-99, janv. 2004, doi: 10.1080/15421400490479172. 15/11/2026

[123] L. Mwaikambo et M. Ansell, « Mechanical properties of alkali treated plant fibres and their potential as reinforcement materials II. Sisal fibres », *Journal of Materials Science*, vol. 41, p. 2497-2508, janv. 2006, doi: 10.1007/s10853-006-5075-4. 15/11/2026

[124] R. Schledjewski, L. Medina, et A. Schlarb, « Mechanical and Morphological Characterization of Selected Natural Fibres », *Advanced Composites Letters*, vol. 15, p. 55-61, janv. 2019, doi: 10.1177/096369350601500202. 15/11/2026

[125] S. S. Munawar, K. Umemura, et S. Kawai, « Characterization of the morphological, physical, and mechanical properties of seven nonwood plant fiber bundles », *J Wood Sci*, vol. 53, n° 2, p. 108-113, avr. 2007, doi: 10.1007/s10086-006-0836-x. 15/11/2026

[126] O. Cisse, « Caractérisation du comportement hygro-mécanique des fibres liberiennes élémentaires issues du chanvre », Theses, Université de Franche-Comté ; École normale supérieure de l'enseignement technique et professionnel. Université Cheikh Anta Diop (Dakar (Sénégal)), 2014. Consulté le: 1 décembre 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses.hal.science/tel-01294319

[127] V. Placet, O. Cisse, et M. L. Boubakar, « Influence of environmental relative humidity on the tensile and rotational behaviour of hemp fibres », *J Mater Sci*, vol. 47, n° 7, p. 3435-3446, avr. 2012, doi: 10.1007/s10853-011-6191-3. 15/11/2026

[128] P. N. B. dos Reis, A. M. Amaro, et M. A. Neto, « Effect of Fibre Orientation and Hostile Solutions on Stress Relaxation of Glass/Polyamide Composites », *Polymers*, vol. 12, n° 1, p. 20, janv. 2020, doi: 10.3390/polym12010020. 15/11/2026

[129] F. C. Buroni, « Piezoresistive modeling of orthotropic 3D-printing composite line extrusions with non-affine reorientation of fibers », *Construction and Building Materials*, vol. 443, p. 137654, sept. 2024, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2024.137654. 15/11/2026

[130] M. Aslan, G. Chinga-Carrasco, B. F. Sørensen, et B. Madsen, « Strength variability of single flax fibres », *J Mater Sci*, vol. 46, n° 19, p. 6344-6354, oct. 2011, doi: 10.1007/s10853-011-5581-x. 15/11/2026

[131] G. Fanti, « Optical features of flax fibers coming from the Turin Shroud », *SHS Web of Conferences*, vol. 15, p. 00004, 2015, doi: 10.1051/shsconf/20151500004. 15/11/2026

[132] C. C. Gumarães, P. R. L. Lima, et R. D. T. Filho, « Properties of banana fibers extracted using equipment from the sisal agro-industry », *Caderno Pedagógico*, vol. 21, n° 9, p. e7665-e7665, sept. 2024, doi: 10.54033/cadpedv21n9-084. 15/11/2026

[133] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, et J. Bréard, « 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*, vol. 38, n° 8, p. 1912-1921, août 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2007.03.006. 15/11/2026

[134] K. Labidi, Z. Cao, M. Zrida, A. Murphy, A. Hamzaoui, et D. Devine, « Alfa fiber/polypropylene composites: Influence of fiber extraction method and chemical treatments », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 136, p. 47392, janv. 2019, doi: 10.1002/app.47392. 15/11/2026

[135] M. C. M. Parlato, M. Cuomo, et S. M. C. Porto, « Natural fibers reinforcement for earthen building components: Mechanical performances of a low quality sheep wool ("Valle del Belice" sheep) », *Construction and Building Materials*, vol. 326, p. 126855, avr. 2022, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2022.126855. 15/11/2026

[136] R. F. Pereira Junio *et al.*, « Carnauba leaf fibers: correlation among diametrical variation, physical and mechanical properties », *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 22, p. 1888-1899, janv. 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.12.067. 15/11/2026

[137] P. Sadeghi, Q. Cao, R. Abouzeid, M. Shayan, M. Koo, et Q. Wu, « Experimental and Statistical Investigations for Tensile Properties of Hemp Fibers », *Fibers*, vol. 12, n° 11, p. 94, nov. 2024, doi: 10.3390/fib12110094. 15/11/2026

[138] A. A. Gelgelu, B. Buffel, B. Sirahbizu, et F. Desplentere, « Effects of lignocellulose structure on single fiber tensile characteristics portrayal: a case of enset fiber », *Journal of Material and Process Technologies*, vol. 1, n° 1, p. 6-6, sept. 2024, doi: 10.69660/jmpt.v1i1.68. 15/11/2026

[139] C. Stochioiu, M. Ciolcă, et A.-L. Deca, « Mechanical Characterization of Flax and Hemp Fibers Cultivated in Romania », *Materials*, vol. 17, n° 19, p. 4871, janv. 2024, doi: 10.3390/ma17194871. 15/11/2026

[140] V. Placet, F. Trivaudey, O. Cisse, V. Gucheret-Retel, et M. L. Boubakar, « Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect? », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, n° 2, p. 275-287, févr. 2012, doi: 10.1016/j.compositesa.2011.10.019. 15/11/2026

[141] C. Baley, M. Gomina, J. Breard, A. Bourmaud, et P. Davies, « Variability of mechanical properties of flax fibres for composite reinforcement. A review », *Industrial Crops and Products*, vol. 145, p. 111984, mars 2020, doi: 10.1016/j.indcrop.2019.111984. 15/11/2026

[142] D. Liu, B. Šavija, G. E. Smith, P. E. J. Flewitt, T. Lowe, et E. Schlangen, « Towards understanding the influence of porosity on mechanical and fracture behaviour of quasi-brittle materials: experiments and modelling », *Int J Fract*, vol. 205, n° 1, p. 57-72, mai 2017, doi: 10.1007/s10704-017-0181-7. 15/11/2026

[143] P. Chakma et Y. Luo, « Impact of Regular and Irregular Pore Distributions on the Elasticity of Porous Materials: A Microstructure-Free Finite Element Study », *Materials*, vol. 17, n° 18, p. 4490, janv. 2024, doi: 10.3390/ma17184490. 15/11/2026

[144] R. J. Stokes, « Fracture of Ceramics », in *Fracture of Metals, Polymers, and Glasses*, L. J. Bonis, J. J. Duga, et J. J. Gilman, Éd., Boston, MA: Springer US, 1967, p. 151-175. doi: 10.1007/978-1-4684-3153-7_8. 15/11/2026

[145] C. Pinto et R. Carvalho, « Thermal performance evaluation of a low-cost housing ceiling prototype made with gypsum and sisal fibre panels », *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, vol. 296, p. 012015, juill. 2019, doi: 10.1088/1755-1315/296/1/012015. 15/11/2026

[146] Y. Kusama et Y. Ishidoya, « Thermal effects of a novel phase change material (PCM) plaster under different insulation and heating scenarios », *Energy and Buildings*, vol. 141, p. 226-237, avr. 2017, doi: 10.1016/j.enbuild.2017.02.033. 15/11/2026

[147] W. Cao, W. Yi, S. Yin, J. Peng, et J. Li, « A novel low-density thermal insulation gypsum reinforced with superplasticizers », *Construction and Building Materials*, vol. 278, p. 122421, avr. 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2021.122421. 15/11/2026

[148] O. Agossou et S. Amziane, « Analysis of Mechanical and Thermal Performance and Environmental Impact of Flax-Fiber-Reinforced Gypsum Boards », *Buildings*, vol. 13, p. 3098, déc. 2023, doi: 10.3390/buildings13123098. 15/11/2026

[149] M. Charai, A. Mezrhab, M. Karkri, et L. Moga, « Thermal performance study of plaster reinforced with Alfa fibers », *AIP Conference Proceedings*, vol. 2429, n° 1, p. 020005, nov. 2021, doi: 10.1063/5.0069628. 15/11/2026