

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة أبي بكر بلقايد – تلمسان –

Université Aboubekr Belkaïd– Tlemcen –

Faculté de TECHNOLOGIE



**THESE**

Présentée pour l'obtention du **grade** de **DOCTEUR EN SCIENCES**

**En : Génie Civil**

**Spécialité : Génie Civil**

**Par : KHELIFI Zakia**

**Sujet**

**Contribution à l'étude du comportement des sols renforcés à l'aide  
des fibres végétales d'alfa**

Soutenue publiquement le 12 février 2017 devant le jury composé de :

M. Ghomari F.	Professeur	Univ. Tlemcen	Président
M. Allal M.A.	Professeur	Univ. Tlemcen	Directeur de thèse
M. Taïbi S.	Professeur	Univ. Havre	Co- Directeur de thèse
M. Abou-Bekr N.	Professeur	Univ. Tlemcen	Co- Directeur de thèse
M. Meghachou M.	Professeur	Univ. Sidi Bel Abbes	Examinateur 1
M. Mekerta B.	Professeur	Univ. Adrar	Examinateur 2
M. Duchemin B.	Docteur	Univ. Havre	Examinateur 3



## **Dédicace**

*Je dédie ce travail à toute ma famille, surtout mes parents pour leur soutien et leur amour qu'ils m'ont donné pour la réussite de ce travail. À mes sœurs, mon frère et sa petite famille et à tous mes amis.*

# Remerciements

Je voudrais tout d'abord exprimer toute ma gratitude et mes sincères remerciements à Monsieur Mohammed Amine Allal, Professeur à l'Université de Tlemcen, et Monsieur Said Taïbi, Professeur à l'Université du Havre, pour m'avoir suivi au cours de ce travail. Je tiens à souligner leur disponibilité, le soutien qu'ils m'ont apporté dans les moments les plus difficiles de cette thèse, leurs idées, leurs expériences qui m'ont été d'une grande utilité durant ce travail, et la confiance qu'ils m'ont accordée. Qu'ils reçoivent le témoignage de ma profonde reconnaissance pour les encouragements qu'ils ont su me prodiguer. J'exprime encore une fois mes vifs remerciements à Monsieur Said Taïbi, pour son accueil durant mon stage, son enthousiasme et ses conseils. Je veux également remercier Monsieur Nabil Abou-Bekr, Professeur à l'Université de Tlemcen, pour sa contribution et son aide précieuse.

Je tiens à remercier Monsieur Fouad Ghomari, Professeur à l'Université de Tlemcen, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de soutenance.

Mes sincères remerciements à Monsieur Mourad Meghachou, Professeur à l'Université de Sidi Bel Abbès, et Monsieur Belkacem Mekerta, Professeur à l'Université d'Adrar, de m'avoir fait l'honneur de lire, de commenter et de juger ce travail en qualité d'examinateur. De même, je voudrais exprimer toute ma gratitude et mes profonds remerciements à Monsieur Benoit Duchemin, Docteur à l'Université du Havre, pour avoir accepté de faire partie de mon jury et d'examiner ce travail, pour son aide et ses conseils.

J'associe à ces remerciements Monsieur Jean Marie Fleureau, Professeur à l'Ecole Centrale de Paris pour la lecture de cette thèse et ses remarques critiques.

Je remercie également Johanna Louwagie, Professeur à l'Université de Gand, pour son accueil et sa collaboration dans l'étude de l'alfa traitée.

Je voudrais également adresser mes remerciements à tous mes collègues du laboratoire EOLE, ainsi qu'aux membres du laboratoire LOMC au Havre avec qui j'ai passé mon stage dans une ambiance amicale et détendue.

Je remercie toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à ce travail, qu'ils trouvent ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

Je remercie le projet Franco-Algérien PROFAS B+ pour le financement de ce travail, qui m'a permis de finaliser ma thèse.

# Résumé

Cette thèse de doctorat est une tentative de l'utilisation de la plante alfa dans le domaine du Génie civil, d'une part comme un éco-géotextile servant de nappe pour le renforcement des sols et d'autre part, comme inclusion mélangée au sol pour améliorer ses caractéristiques mécaniques apparentes. L'utilisation de ces matériaux végétaux joue un rôle très important sur le plan économique et surtout écologique, car ces matériaux s'inscrivent dans une politique de développement durable. L'objectif de ce travail est de caractériser expérimentalement le comportement des sols renforcés par des géotextiles à base de fibres végétales d'alfa en vue de comprendre leur effet sur l'amélioration des performances mécaniques du sol. Pour cela, deux familles d'essais ont été menées. La première concerne une caractérisation à l'aide d'essais de cisaillement direct à la boîte de Casagrande. La seconde famille concerne une modélisation expérimentale à l'appareil triaxial. Par ailleurs, le comportement mécanique des feuilles végétales d'alfa a été étudié et analysé. La durabilité de ces feuilles a été quantifiée en mettant en œuvre un protocole d'essai normalisé autour de leur biodégradation. Cette démarche a permis d'approfondir la discussion sur la nécessité de traiter les fibres d'alfa utilisées comme renfort.

*Mots clés : renforcement des sols, alfa (stipa tenacissima), frottement, résistance au cisaillement, MEB, DRX, biodégradation.*

## **Abstract**

This thesis is an attempt to use alfa grass in the civil engineering field, on the one hand as eco-geotextile layers to strengthen the soil and on the other hand, as inclusion randomly distributed into the soil matrix to improve its apparent mechanical characteristics. The use of these vegetal materials plays a very important part on the economical and ecological aspects for the industrialized countries, which emphasize sustainable politics. The aim of this work is to characterize experimentally the behavior of reinforced soils with the plant-based geotextiles made of the alfa fibres so as to enhance the mechanical performances of soils. The first one was a characterization with a direct shear test using the Casagrande box. The second one was an experimental modeling with a triaxial apparatus. Moreover, the mechanical behavior of alfa stems was studied and analyzed using an incremental tensile testing method. Durability of these vegetal stems was quantified by implementing a normalized biodegradation test. This step permitted to discuss the necessity of chemically treating alfa stems that are used as reinforcements.

*Keywords: soil reinforcement, alfa (stipa tenacissima), shear strength, friction, FE-SEM, XRD, biodegradation.*

## ملخص

تعتبر هذه الأطروحة محاولة أولية لاستغلال مادة نبات الحلفاء في ميدان الهندسة المدنية، وذلك باستعمالها من جهة كغطاء ايكوجيونيستيكي لدعم التربة ومن جهة أخرى، عبارة عن قطع ممزوجة مع التربة من أجل تحسين مميزات الميكانيكية. إن استعمال هذه المواد الطبيعية يلعب دور جد هام على الصعيد الاقتصادي وخاصة الايكولوجي (البيئي) للدول الصناعية، التي تدخل ضمن سياسة التنمية المستدامة. الهدف من هذا العمل هو تشخيص تجريبيا سلوك التربة المدعمة بالجيونسيج (النسيج الأرضي) المصنوع من ألياف نبات الحلفاء من أجل فهم تأثيره على تجويد الأداء الميكانيكي للتربة. لهذا الغرض قمنا بإنجاز فصيلتين من التجارب. الأولى تدرس مقاومة القص عن طريق استعمال علب Casagrande. أما الفصيلة الثانية تتمثل في تحليل تجريبي باستعمال جهاز Triaxial. فضلا عن ذلك، قد قمنا بدراسة وتحليل سلوك نبات الحلفاء خاصة قدرتها على الاستدامة. هذه الأخيرة سمحت لنا بمعرفة ضرورة معالجة ألياف نبات الحلفاء من أجل استعمالها كعنصر تعزيز.

الكلمات المفتاح: تعزيز التربة، الحلفاء، مقاومة القص، الاحتكاك، مسح الكتروني مجهري، التصوير البلوري بأشعة X، التحلل البيولوجي.

# Table des matières

Dédicace.....	i
Remerciements .....	ii
Résumé .....	iii
Abstract .....	iv
ملخص.....	v
Table des matières .....	vi
Abréviations et acronymes .....	x
Symboles et unités .....	xi
Liste des figures .....	xiii
Liste des tableaux .....	xviii
Introduction générale.....	1
<b>Chapitre 1: Fibres végétales et renforcement des sols, cas particulier de la plante alfa :</b>	
<b>État des connaissances .....</b>	<b>4</b>
1.1 Introduction .....	4
1.2 Influence des fibres végétales sur les propriétés de compactage.....	5
1.3 Influence des fibres végétales sur les caractéristiques mécaniques des sols .....	8
1.4 Caractérisation de l'interaction sol-géotextile végétal .....	11
1.5 Durabilité des sols renforcés par les fibres végétales .....	14
1.6 Cas de la plante d'Alfa : Etat des connaissances.....	16
1.6.1 Présentation de la plante alfa .....	16
1.6.2 Propriétés chimiques de l'alfa.....	18



---

1.6.3 Propriétés mécaniques des fibres d'alfa.....	22
1.6.4 Méthodes d'extraction des fibres d'alfa.....	23
1.6.4.1 <i>Extraction mécanique</i> .....	23
1.6.4.2 <i>Extraction chimique</i> .....	23
1.6.4.3 <i>Extraction enzymatique</i> .....	24
1.6.5 Domaine d'utilisation de l'alfa .....	24
1.7 Conclusion.....	26
<b>Chapre 2: Propriétés mécaniques et structurales des feuilles et des fibres d'alfa .....</b>	<b>28</b>
2.1 Introduction .....	28
2.2 Matériaux.....	28
2.3 Méthodes de préparation et de mesures.....	29
2.3.1 Alfa extraite .....	29
2.3.1.1 <i>Extraction des fibres d'alfa</i> .....	29
2.3.1.2 <i>Essais mécaniques sur les fibres d'alfa extraites</i> .....	31
2.3.2 Alfa naturelle (feuilles) .....	31
2.3.2.1 <i>Essai de biodegradation</i> .....	31
2.3.2.2 <i>Caractérisation physique</i> .....	34
2.4 Résultats et discussions .....	39
2.4.1 Alfa extraite .....	39
2.4.1.1 <i>Aspect structurel des fibres extraites de l'alfa</i> .....	39
2.4.1.2 <i>Propriétés mécaniques des fibres extraites de l'alfa</i> .....	41
2.4.2 Alfa naturelle .....	42
2.4.2.1 <i>Aspects structurels</i> .....	42
2.4.2.2 <i>Perte de poids</i> .....	47
2.4.2.3 <i>Propriétés mécaniques</i> .....	47
2.4.2.4 <i>Analyse DRX : Quantité relative de cellulose cristalline et amincissement anisotrope de cristallite</i> .....	53

2.5	Conclusion.....	58
<b>Chapitre 3: Etude du comportement des interfaces sol - alfa .....</b>		
3.1	Introduction .....	60
3.2	Matériaux.....	61
3.2.1	Sable.....	61
3.2.2	Fibres d'alfa .....	62
3.3	Méthodes de préparation et de mesures.....	63
3.4	Résultats et discussions .....	66
3.4.1	Résistance au cisaillement du sable .....	66
3.4.2	Caractérisation de l'interaction alfa-sable .....	68
3.4.2.1	<i>Interaction sable - alfa .....</i>	68
3.4.2.2	<i>Effet de la contrainte normale sur le comportement de l'interface sable - alfa.</i> .....	73
3.4.2.3	<i>Mesure du coefficient d'interaction sable - alfa.....</i>	76
3.4.3	Comparaison avec les résultats de la littérature.....	76
3.5	Conclusion.....	78
<b>Chapitre 4: Comportement mécanique des sols renforcés par des feuilles d'alfa sur des chemins triaxiaux .....</b>		
4.1	Introduction .....	79
4.2	Matériaux.....	79
4.2.1	Limon GO .....	79
4.2.2	Feuilles d'Alfa .....	81
4.3	Dispositif expérimental.....	82
4.4	Résultats et discussions .....	86
4.4.1	Essai triaxial de compression sur le limon seul .....	86
4.4.2	Essai triaxial de compression sur le limon renforcé par les feuilles d'Alfa naturelles .....	89
4.4.2.1	<i>Feuilles d'alfa naturelles coupées en feuilles de 1 cm.....</i>	89

---

4.4.2.2 <i>Feuilles d'alfa naturelles broyées</i> .....	92
4.4.3 Discussion .....	94
4.4.4 Comparaison avec des résultats de la littérature .....	97
4.5 Conclusion .....	100
<b>Conclusion générale et Perspectives</b> .....	101
<b>Bibliographie</b> .....	105

# **Abréviations et acronymes**

MEB : microscope électronique à balayage

BSE : Back-Scattered Electrons (électrons rétrodiffusés)

DRX : Diffractométrie de rayons X

ES: équivalent de sable

## Symboles et unités

$\gamma_{dmax}$ [kN/m <sup>3</sup> ]	densité sèche maximale
$\Delta l$ [mm]	déplacement horizontal relatif des demi-boites
$\theta$ [°]	angle de déviation
$\lambda$ [Å]	longueur d'onde
$\mu$	coefficient de frottement
$\sigma_n$ [kPa]	la contrainte normale appliquée
$\sigma_1$ [kPa]	contrainte axiale
$\sigma_3$ [kPa]	la contrainte radiale
$\tau$ [kPa]	la contrainte tangentielle ou de cisaillement
$\varphi$ [°]	angle de frottement interne
$\varphi_{interface}$ [°]	angle de frottement d'interface sol-géosynthétique
$\varphi_{sol}$ [°]	angle de frottement interne du sol
$A$ [mm <sup>2</sup> ]	aire de la section transversale de l'éprouvette
$A$ [mm <sup>2</sup> ]	section horizontale de l'échantillon
$a_n$	un scalaire
$C_c$	coefficient de courbure
$C_u$	coefficient d'uniformité

---

$C$ [kPa]	cohésion
$C_{\text{interface}}$ [kPa]	cohésion entre le sol et le géosynthétique [kPa]
$D_R$ [%]	densité relative
$D$ [mm]	diamètre
$F$ [N]	force verticale
$I_P$ [%]	indice de la plasticité
$L$ [mm]	côté intérieur de la boîte de cisaillement de section droite carrée
$N$ [N]	effort vertical
$p$ [kPa]	la contrainte moyenne totale
$q$ [kPa]	déviateur de contrainte
$T$ [N]	effort horizontal de cisaillement
$t$ [jours]	temps
$W_L$ [%]	La limite de liquidité
$W_{\text{opt}}$ [%]	la teneur en eau optimale

# Liste des figures

<b>Figure 1.1</b> Variation de la densité sèche maximale et la teneur en eau optimale de (gauche à droite) respectivement en fonction du pourcentage et de la longueur des fibres ; en haut fibres de sisal (Santhi et al. 2009) ; en bas fibres de jute (Maity et al. 2011) .....	7
<b>Figure 1.2</b> Variation de la valeur de CBR en fonction du pourcentage et la longueur des fibres (de gauche à droite) : fibres de sisal (Santhi et al. 2009) ; fibres de jute (Maity et al. 2011) .....	7
<b>Figure 1.3</b> Placement des fibres dans la boîte de cisaillement direct: (a) orientation perpendiculaire; (b) orientation inclinée (Gray et Ohashi 1983) .....	8
<b>Figure 1.4</b> Relation contrainte-déformation obtenue par essai triaxial sur un sable renforcé par des fibres de roseaux (Gray et Al-Refeai 1986).....	9
<b>Figure 1.5</b> Influence de 4 % des fibres sur le comportement de la contrainte-déformation du sol (Ghavami et al. 1999).....	9
<b>Figure 1.6</b> (a) Déviateur de contrainte à la rupture en fonction des teneurs en fibres sous diverses contraintes de confinement du sol renforcé avec des fibres de coir ; (b) rigidité vs la déformation pour différents pourcentages en fibres (avec une longueur de 15 mm, un diamètre de 0.35 mm et sous une contrainte de confinement de 100 kPa) (Sivakumar babu et al. 2008) .....	10
<b>Figure 1.7</b> Variation de la cohésion (a et c) et de l'angle de frottement (b et d) en fonction des fibres, (a et b) fibres de coir (Sivakumar babu et al. 2008) ; (c et d) fibres de drupes de palmier à huile (Ahmad et al. 2010) .....	11
<b>Figure 1.8</b> Interaction entre le sol et le renforcement.....	12
<b>Figure 1.9</b> Exemples de géotextiles végétaux (Chaiyaput et al. 2014) .....	14
<b>Figure 1.10</b> Image du géotextile de jute avant et après enfouissement dans le sol pour une période de 6 mois (Saha et al. 2012) .....	16
<b>Figure 1.11</b> La plante alfa dans son environnement.....	17

<b>Figure 1.12</b> Morphologie de la plante alfa (Dallel 2012).....	18
<b>Figure 1.13</b> Représentation d'une molécule de glucose (Rowell et al. 1997).....	19
<b>Figure 1.14</b> Structure de la cellulose (Biagiotti et al. 2004, Krassig 1993) .....	19
<b>Figure 1.15</b> Présentation d'une structure ligno-cellulosique et cristalline d'une fibre cellulosique (Bessadok et al. 2008).....	21
<b>Figure 1.16</b> Utilisation artisanale de l'alfa (Dallel et al. 2012).....	25
<b>Figure 2.1</b> Extraction des fibres d'alfa par procédé chimique, (a) NaOH = 3N; T = 100°C; t = 2h ; (b) NaOH = 2.5N ; T = 20 ± 1°C; t = 96h .....	30
<b>Figure 2.2</b> Brosses métalliques utilisées pour le peignage.....	31
<b>Figure 2.3</b> Contrôle de l'activité biologique du sol : (a) enfouissement du coton dans le compost, (b) coton après trois jours et (c) après trois semaines d'enfouissements. ....	32
<b>Figure 2.4</b> Différentes longueurs des éprouvettes d'alfa utilisées pour l'essai de biodégradation .....	33
<b>Figure 2.5</b> Protocole de l'essai de biodégradabilité, composé d'un bain thermostaté à circulation et un récipient en plastique contenant le sol de compost et les feuilles d'alfa (a). Les feuilles utilisées pour la mesure de la perte de masse (b) et des essais de traction (c) sont séparées par une grille en plastique avant d'être enfouies dans le sol du compost (d). ....	33
<b>Figure 2.6</b> (a) Machine de traction Instron 5867, (b) Feuille alfa intacte et (c) feuille alfa biodégradée sous essais de traction .....	36
<b>Figure 2.7</b> <u>Représentation via le modèle boule bâtonnet de la cellulose cristalline I<math>\beta</math> avec (en haut, de gauche à droite) a, b, et c les axes perpendiculaires à l'écran et (en bas) schéma perspective en fil de fer. Le plan (200) apparaît sous la forme d'un rectangle rouge (<a href="http://www.ccdc.cam.ac.uk/mercury/">http://www.ccdc.cam.ac.uk/mercury/</a>).38</u>	
<b>Figure 2.8</b> Fibre d'alfa après extraction (a et b) 2,5 N (10%) de NaOH, (c et d) avec 3N de NaOH.....	40
<b>Figure 2.9</b> Courbe de force en fonction de l'élongation obtenue de l'essai de traction sur les fibres extraites de l'alfa (a et b) extraction avec 2,5 N et (c et d) avec 3 N de NaOH ; (a et c) représentent la moyenne des fibres testées. ....	42
<b>Figure 2.10</b> Coupes transversales des feuilles d'alfa à deux grossissements différents (x50, à gauche, et x500, droite) avant la biodégradation (a et b), après 15 jours (c et d) et au bout de 60 jours (e et f). (C: cuticule; H: (hole) trou central; P: (parenchyma ) parenchyme; VB: (vascular bundle ) faisceau	



vasculaire; Ve: (ventral epidermis ) épiderme ventral; F: (sclerenchyma fibre ) fibre de sclérenchyme; L: (lumen) lumen). .....	45
<b>Figure 2.11</b> Surfaces de rupture des feuilles d'alfa à deux grossissements différents (x50, à gauche, et x1.0k, droite) avant biodégradation (a et b), après 15 jours (c et d) et au bout de 60 jours (e et f). .....	46
<b>Figure 2.12</b> Perte de poids des feuilles d'alfa <i>en fonction du temps d'enfouissement</i> dans le sol compost.....	47
<b>Figure 2.13</b> Courbe typique de contrainte-déformation sur une feuille d'alfa intacte ...	48
<b>Figure 2.14</b> Module d'Young des feuilles d'alfa dans les essais de traction de chargement-déchargement cyclique en fonction du nombre de cycles (a et b) et en fonction du temps d'enfouissement (box plots) pour les données extraites du premier cycle de chargement (c) et de déchargement ( d). .....	49
<b>Figure 2.15</b> Box plots de la résistance à la traction ultime des feuilles alfa en fonction du temps d'enfouissement .....	50
<b>Figure 2.16</b> (a) Déformation plastique des feuilles d'alfa en fonction du temps de compostage et cycle de chargement et (b) Box plots de la déformation plastique à la fin du premier cycle de chargement en fonction du temps de compostage.....	51
<b>Figure 2.17</b> (a) Dissipation d'énergie des feuilles d'alfa en fonction du temps de compostage et cycles de chargement et (b) box plot de l'énergie dissipée par le premier cycle de chargement en fonction du temps de compostage .....	52
<b>Figure 2.18</b> Résistance à la traction ultime des feuilles d'alfa vs le temps d'enfouissement dans le sol compost .....	53
<b>Figure 2.19</b> Diffractogrammes de rayons X des feuilles d'alfa soigneusement nettoyées et séchées à différentes étapes de l'essai de biodégradation.....	56
<b>Figure 2.20</b> Diffractogrammes de rayons X modélisé des fibres d'alfa avant biodegradation: mesure (ligne grise continue), modèle (ligne noire continue), fond amorphe modélisé (ligne tiret) et contribution de cristalline modélisée (ligne pointillée). Le tube montre un schéma de cristallite avec une section transversale en super-ellipse ( $n = 2$ ).....	57
<b>Figure 3.1</b> Courbe granulométrique du sable .....	62
<b>Figure 3.2</b> Types d'Alfa utilisés : (a) fibres extraites et tissées ; (b) feuilles naturelles	63
<b>Figure 3.3</b> Principe de l'essai de cisaillement direct .....	64
<b>Figure 3.4</b> Interface alfa-sable en cisaillement.....	64

<b>Figure 3.5</b> Disposition de l'alfa par rapport au sens de cisaillement (a) parallèles, (b) perpendiculaires et (c) orientées à 45° .	65
<b>Figure 3.6</b> (a) Courbe contraintes-déplacements horizontaux, (b) Enveloppe de rupture de Mohr-Coulomb du sable sec	66
<b>Figure 3.7</b> Radiographies des bandes de cisaillement dans un sable fin dense (les cercles blancs sont les traces de plomb utilisé pour tracer les déplacements internes, les lignes blanches sont des bandes de cisaillement) (Budhu. 2010)	67
<b>Figure 3.8</b> Image microscopique du sable : (a) vue large ; (b) petit grain ( $\phi < 2$ mm)	68
<b>Figure 3.9</b> (a, c & e) Courbe de déplacements horizontaux, (b, d & f) Enveloppes de rupture de Mohr-Coulomb des interfaces sable sec- cordes d'alfa	69
<b>Figure 3.10</b> Photo type des fibres d'alfa tissées collées sur le support de cisaillement	70
<b>Figure 3.11</b> Schéma montrant l'interaction : (a) sable-sable ; (b) fibres Alfa-sable au cours du cisaillement	71
<b>Figure 3.12</b> (a,c & e) Courbe de déplacements horizontaux, (b,d & f) Enveloppe de rupture de Mohr-Coulomb d'interface sable sec- Alfa naturelle	72
<b>Figure 3.13</b> Décollement des feuilles d'Alfa au cours du cisaillement	73
<b>Figure 3.14</b> Etat des feuilles d'Alfa au cours du cisaillement	74
<b>Figure 3.15</b> (a) Courbe de déplacements horizontaux, (b) Enveloppe de rupture de Mohr-Coulomb d'interface sable sec- Alfa naturelle	75
<b>Figure 3.16</b> Comparaison des enveloppes de rupture du sable en interaction avec un géotextile	77
<b>Figure 4.1</b> Courbe granulométrique du limon GO (Hibouche. 2013)	80
<b>Figure 4.2</b> (a) Feuilles d'alfa coupées (1 cm), (b) Feuilles d'alfa broyées	82
<b>Figure 4.3</b> Dispositif triaxial : (a) cellule triaxiale ; (b) contrôleur pression-volume et système d'acquisition	83
<b>Figure 4.4</b> (a) Compactage statique des éprouvettes de limon	84
<b>Figure 4.4</b> (b) Eprouvette de limon après compactage statique	84
<b>Figure 4.5</b> (a) : Malaxage des feuilles avec le limon ; (b) éprouvettes de limon renforcé avec les feuilles selon le type	85
<b>Figure 4.6</b> Illustrations des plans de rupture sur les éprouvettes après l'écrasement	86
<b>Figure 4.7</b> Illustration des sollicitations au cours d'un essai triaxial	87
<b>Figure 4.8</b> Evolution du déviateur de contrainte en fonction de (a) la déformation axiale et (b) de la contrainte moyenne totale	88

- Figure 4.9** Illustrations des plans de rupture sur les éprouvettes de limon renforcé à l'aide des feuilles d'alfa coupées de  $l = 1\text{cm}$  après l'écrasement.....90
- Figure 4.10** Chemins triaxiaux à teneur en eau constante du limon renforcé par des feuilles d'alfa coupées de 1 cm de long. (a) relations déviateur de contrainte-déformation axiale ; (b) plan pression moyenne-déviateur de contrainte ....91
- Figure 4.11** Illustrations des plans de rupture sur les éprouvettes de limon renforcé à l'aide des feuilles d'alfa broyées après l'écrasement .....92
- Figure 4.12** Chemins triaxiaux à teneur en eau constante du limon renforcé par des feuilles d'alfa broyées. (a) relations déviateur de contrainte-déformation axiale ; (b) plan pression moyenne-déviateur de contrainte.....93
- Figure 4.13** Comparaison des résultats des essais triaxiaux.....95
- Figure 4.15** Représentation des modules sécants pour le cas du limon GO renforcé et non .....97
- Figure 4.16** (a) Angle de frottement et (b) Cohésion en fonction du pourcentage des fibres de coir ( $l = 15\text{ mm}$ ).....98
- Figure 4.17** (a) Angle de frottement et (b) Cohésion en fonction de la longueur des fibres de drupes de palmier à huile.....99

# Liste des tableaux

<b>Tableau 1.1.</b> Types de renforcement (Palmeira. 1987) .....	12
<b>Tableau 1.2</b> Résultats de la littérature sur l'interaction sol-géotextile végétal .....	14
<b>Tableau 1.3</b> Composition chimique de la fibre d'alfa .....	22
<b>Tableau 1.4</b> Propriétés mécaniques de la fibre d'alfa selon la littérature (Hanana et al. 2015).....	23
<b>Tableau 2.1</b> Paramètres d'extraction chimique par NaOH .....	30
<b>Tableau 2.2</b> Propriétés mécaniques des fibres d'alfa extraites .....	41
<b>Tableau 2.3</b> Valeurs moyennes et écart-type de la perte de poids des feuilles d'alfa en fonction du temps d'enfouissement.....	47
<b>Tableau 2.4</b> Résistance à la traction ultime des feuilles d'alfa intactes et biodégradées	52
<b>Tableau 2.5</b> Paramètres d'ajustement obtenus à partir des diffractogrammes modélisés avant et après biodégradation. ....	57
<b>Tableau 3.1</b> Propriétés granulométrique du sable .....	62
<b>Tableau 3.2</b> Calcul du coefficient d'interaction sable-Alfa .....	76
<b>Tableau 3.3</b> Comparaison des angles de frottement d'interface .....	77
<b>Tableau 4.1</b> Granularité du limon GO (Hibouche. 2013) .....	80
<b>Tableau 4.2</b> Caractéristiques mécaniques du limon GO .....	89
<b>Tableau 4.3</b> Récapitulatif des caractéristiques mécaniques du limon renforcé .....	95

# Introduction générale

Une grande conscience a été prise, depuis quelques dizaines d'années, de la part des pouvoirs publics, des acteurs économiques et de la société civile des pays fortement industrialisés, sur les conséquences défavorables des activités humaines sur l'environnement et de la nécessité de réduire, de façon très urgente, ces impacts.

Aujourd'hui, à l'échelle nationale et internationale, dans les domaines de l'industrie, de l'énergie, des transports et de la construction. Les incitations et les contraintes sont de plus en plus robustes pour incorporer les projets à une démarche de développement durable.

Dans ce contexte, le secteur du Génie Civil se trouve face à la revendication de rénover ses pratiques et méthodes de conception, afin de prendre en compte les facteurs environnementaux devenus cruciaux. Par conséquent, plusieurs recherches et investigations expérimentales ont été établies pour créer des nouveaux matériaux répondant à de nouvelles exigences. Ainsi, l'incorporation des fibres végétales comme un renfort dans une matrice présente un intérêt certain permettant d'associer des performances environnementales et techniques.

Renforcer les sols à l'aide de fibres végétales constitue une avancée majeure dans la transition vers l'utilisation des éco-matériaux dans la construction durable. Leur utilisation, soit pour confectionner des éco-géotextiles, soit mélangées aux sols pour constituer un matériau composite, a rencontré récemment quelques succès dans le domaine de l'ingénierie de la

construction (stabilité des sols et des remblais, lutte contre l'érosion, infiltrations, ....) en substitution aux fibres de renfort synthétiques utilisées dans les géotextiles notamment.

Pour cela, plusieurs études se sont intéressées à l'étude du rôle des fibres de plantes telles que les fibres de coco, de jute, de palme ou de sisal, sur l'amélioration des caractéristiques mécaniques des sols instables.

Notre travail est une contribution à l'utilisation de géomatériaux fabriqués à partir de feuilles végétales de type alfa, en vue d'améliorer les performances mécaniques des matériaux de construction et d'assurer la stabilité du talus en remblai. Le choix de cette plante a pour but de valoriser cette ressource végétale très abondante dans le bassin méditerranéen et plus particulièrement en Algérie, et de tirer parti de ses propriétés mécaniques, à priori remarquables.

L'originalité de notre approche est d'étudier le frottement entre le sol et les fibres d'Alfa avec différentes orientations par rapport au plan de cisaillement, à l'aide de la boîte de cisaillement légèrement modifiée et de l'appareil triaxial. Nos objectifs spécifiques sont la réalisation à terme d'un eco-géotextile destiné au renforcement des sols et des routes. D'étudier les propriétés mécaniques et structurelles des feuilles et des fibres d'alfa, et évaluer leur durabilité dans des conditions d'utilisation possibles.

Cette thèse est structurée en quatre chapitres.

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique sur le renforcement des sols instables à l'aide des fibres végétales. Il dresse aussi un état des connaissances sur la plante alfa, ses propriétés mécaniques et chimiques.

Le second chapitre est consacré à l'étude des propriétés mécaniques et structurelles des feuilles et des fibres d'alfa de la région de Tlemcen, et leur durabilité. Des essais mécaniques ont ainsi été réalisés afin de caractériser sa résistance à la traction et sa rigidité. La durabilité de ces feuilles d'Alfa a été quantifiée par un essai de biodégradation normalisé. Les différents

résultats ont été analysés par microscopie électronique à balayage, diffractométrie des rayons X et gravimétrie.

L'utilisation de l'alfa comme éco-géotextile de renfort des sols, nécessite de caractériser l'interface entre l'alfa (feuilles naturelles et extraites) et le sol, dans le but de quantifier le frottement et la résistance au cisaillement de l'interface, en effectuant des essais de cisaillement direct. Cette étude fait l'objet du chapitre 3.

Le chapitre 4 s'intéresse à l'étude du comportement d'un sol limoneux renforcé par les fibres végétales de type Alfa. Pour cela, une série d'essais triaxiaux a été réalisée afin de comprendre et quantifier l'effet des fibres d'Alfa intégrées au sol sur sa résistance au cisaillement et son critère de rupture.

Une conclusion générale synthétise les principaux résultats obtenus, et propose des perspectives d'études complémentaires dans le cadre de cette thématique d'avenir.

# Chapitre 1

## Fibres végétales et renforcement des sols, cas particulier de la plante alfa : État des connaissances

### 1.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation de quelques travaux de la littérature consacrés à la stabilisation des sols à l'aide de l'incorporation de fibres végétales en général, de la plante alfa en particulier, comme inclusions afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques.

L'idée de ce concept est reconnue depuis plus de 5000 ans. Deux premiers exemples existants de sol renforcé par des fibres végétales sont : les Ziggurats de Babylone dans l'ancienne cité Dur-Kurigatzu (connue aujourd'hui Agar-Quf (Iraq)), et la grande muraille de Chine (Horrocks et al. 2000). Les Babyloniens ont utilisé des mats de roseaux tissés et des cordes tressées comme renfort. Dans la grande muraille de Chine, les branches d'arbres ont été utilisées pour renforcer la terre.

Cependant, l'incorporation des fibres végétales comme renfort dans une matrice présente un grand nombre d'intérêts permettant d'associer des performances environnementales et techniques. Pour cela, plusieurs études et des recherches systématiques se sont intéressées à



l'étude du rôle des fibres de plantes telles que les fibres de coco, de jute, de palme, de sisal, d'alfa, etc. sur l'amélioration des caractéristiques mécaniques des sols.

## **1.2 Influence des fibres végétales sur les propriétés de compactage**

L'influence des fibres végétales sur les propriétés des sols compactés à usage de construction des routes a été étudiée par plusieurs auteurs. Santhi et al (2009) ont réalisé des essais de compactage à l'optimum Proctor normal (OPN), sur une argile très plastique (At) mélangée avec les fibres de sisal en variant leur longueur (1,5-3 cm de longueur) et leur pourcentage de (0,25-1 %). Les auteurs ont trouvé que la teneur en eau optimale (OMC augmente par rapport au sol non traité) et la densité sèche maximale diminuent lorsque la longueur et la teneur en fibres augmente (fig1.1).

Marandi et al. (2008) ont trouvé une diminution de la densité sèche maximale et une augmentation de la teneur en eau optimale avec l'addition des fibres de palme pour des pourcentages de 0,5 et 1% dans la matrice d'un sable limoneux (SL). Le même résultat est trouvé par (Maity et al. 2011) sur deux types de sable mélangés avec (0,5 – 2%) des fibres de jute et de coir.

La diminution de la densité sèche remarquée par les trois auteurs a été expliquée par le faible poids spécifique des filaments de fibres en comparaison avec les grains du sol et les fibres empêchent les particules de sol de s'approcher les unes des autres.

L'augmentation de la teneur en eau optimale remarquée par (Marandi et al. 2008 ; Maity et al. 2011) est très probablement due à la capacité d'absorption d'eau supérieure des fibres (caractère hydrophile des fibres) par rapport au sol.

Santhi et al. (2009) expliquent que la diminution de la teneur en eau optimale observée peut être due à la présence d'une teneur en eau en fibres de sisal. L'addition des fibres de 1,5 cm a conduit à une augmentation de la teneur en eau par rapport à celle du sol brut, tandis que

l'augmentation supplémentaire de la longueur de la fibre provoque une diminution de la teneur en eau. L'inclusion initiale de fibre à 0,25% a provoqué une augmentation soudaine de la teneur en eau par rapport du sol seul, et une nouvelle augmentation de la teneur en fibres réduit la teneur en eau. Mais dans tous les cas la teneur en eau est supérieure à celle du sol brut. Cela peut être la raison de l'augmentation initiale de la teneur en eau lorsque les fibres ont été introduites dans le sol.

On remarque que les caractéristiques du compactage telles que la densité sèche maximale et la teneur en eau optimale sont très influencées par l'incorporation des fibres dans la matrice du sol. Leur influence dépend de plusieurs paramètres tels que : la nature du sol (pulvérulent ou cohérent) ; le type des fibres utilisées et leurs morphologies très variées ainsi que les pourcentages et les longueurs des fibres utilisées. En effet, on ne peut pas donner une hypothèse générale de l'effet des fibres végétales sur les caractéristiques de compactage car ça nécessite des recherches sur la microstructure des centaines de types de fibres végétales et aussi sur leur interaction avec l'eau (hydrophile...).

Des essais CBR ont été aussi réalisés par ces auteurs afin d'étudier l'effet des fibres végétales sur la capacité portante des sols (fig.1.2). Marandi et al. (2008) ont conclu que l'augmentation de la longueur et le pourcentage des fibres de palme augmentent efficacement la valeur du CBR. Ils ont trouvé une augmentation moyenne de 18-24,8 % du CBR dans le cas du sol humide et de 2,9-8,6 % dans le cas du sol saturé. Santhi et al (2009) ont obtenu une valeur maximale de CBR avec 0,50% de fibre de sisal d'une longueur de 2,5cm. La valeur de CBR du sol renforcé avec les fibres de sisal est approximativement trois fois plus que le sol brut. Maity et al. 2011 ont trouvé une augmentation de l'ordre de 41,2 % de la valeur de CBR pour le cas du sable fin renforcé avec 1,5 % de fibre de longueur de 5 mm pour les deux types de fibres de jute et de coir.

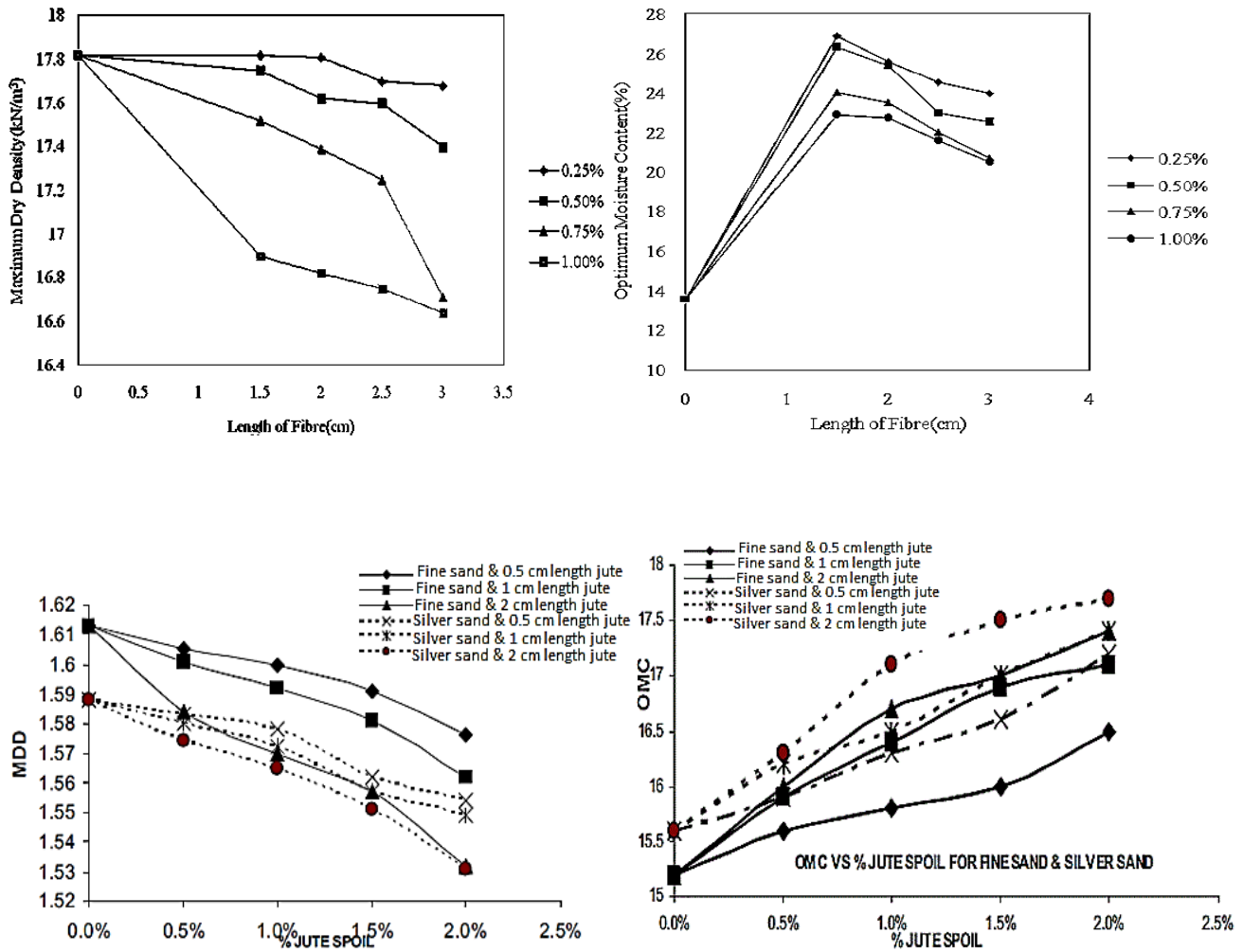


Figure 1. 1 Variation de la densité sèche maximale et la teneur en eau optimale de (gauche à droite) respectivement en fonction du pourcentage et de la longueur des fibres ; en haut fibres de sisal (Santhi et al. 2009) ; en bas fibres de jute (Maity et al. 2011)

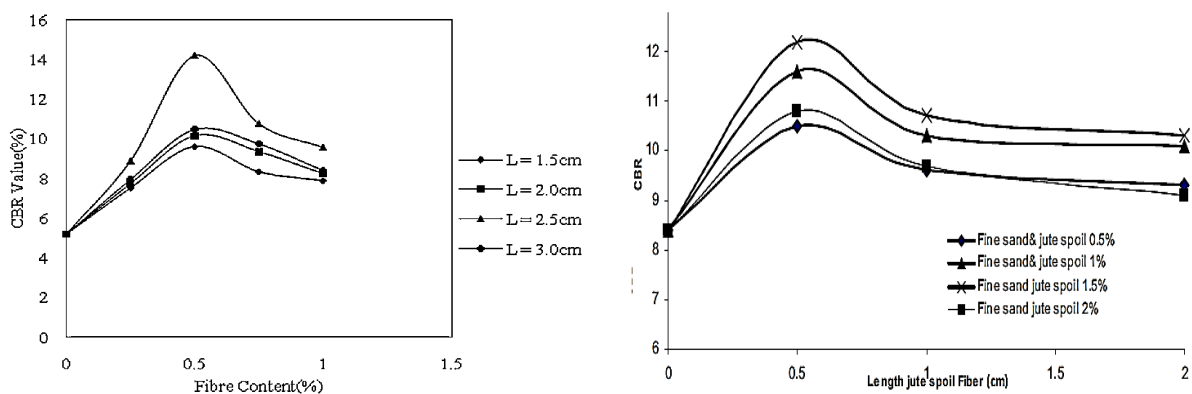


Figure 1. 2 Variation de la valeur de CBR en fonction de pourcentage et la longueur des fibres (de gauche à droite) : fibres de sisal (Santhi et al. 2009) ; fibres de jute (Maity et al. 2011)

### 1.3 Influence des fibres végétales sur les caractéristiques mécaniques des sols

Gray et Ohashi (1983) ont réalisé des essais de cisaillement direct sur un sable sec renforcé par des fibres synthétiques et végétales (roseaux et palmes), en variant plusieurs paramètres tels que : le pourcentage des fibres, l'orientation initiale des fibres et la densité du sable (fig.1.3). Les résultats de leurs essais ont montré que le renforcement du sol par les fibres augmente le pic de la résistance au cisaillement et limite les réductions de la résistance résiduelle. La résistance est élevée pour une orientation initiale de  $60^\circ$  par rapport au plan de cisaillement des fibres dans la matrice du sol. Aussi la densité du sable renforcé n'a pas d'influence sur la résistance. Gray et Al-Refeai. (1986) ont effectué des essais triaxiaux sur un sable sec renforcé par des fibres végétales (roseaux) en variant la teneur en fibres dans la matrice du sol de (0,21 à 0,5 et 1%). Ils ont trouvé qu'en augmentant le pourcentage des fibres, il y a une amélioration de la résistance, une augmentation de la déformation axiale à la rupture et une diminution de la perte de la résistance résiduelle (fig1.4).

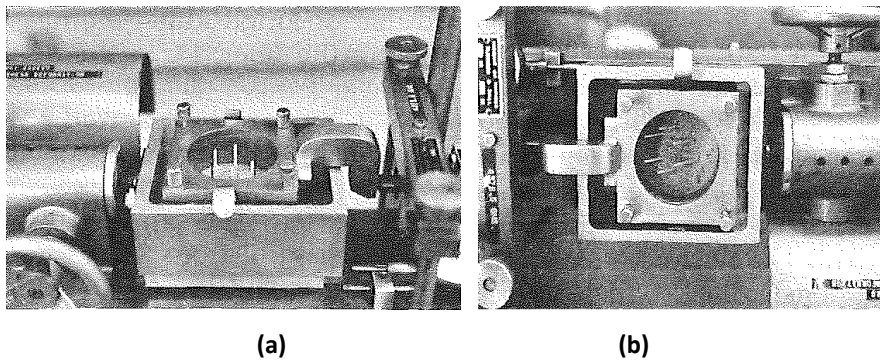


Figure 1. 3 Placement des fibres dans la boîte de cisaillement direct: (a) orientation perpendiculaire; (b) orientation inclinée (Gray et Ohashi 1983)

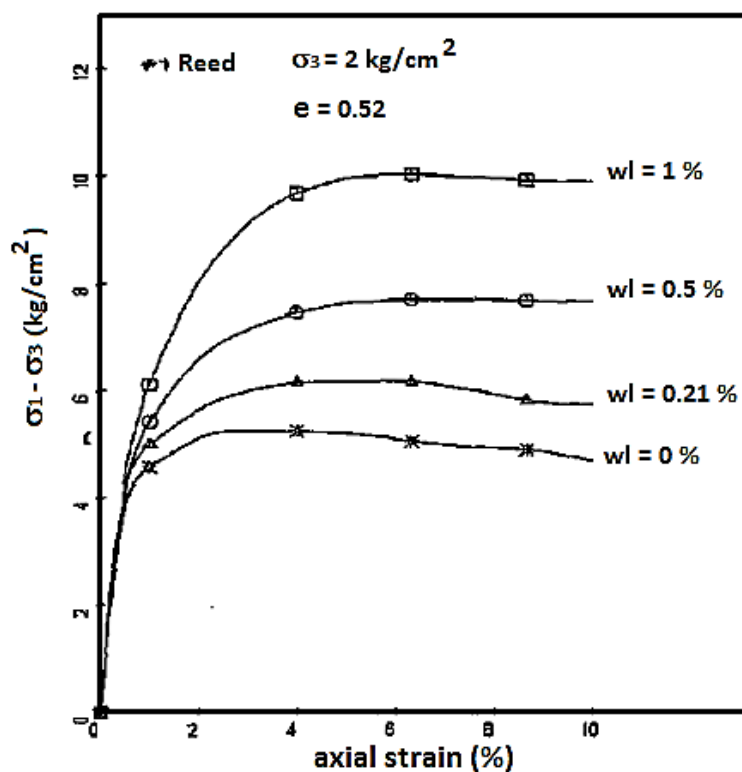


Figure 1. 4 Relation contrainte-déformation obtenue par essai triaxial sur un sable renforcé par des fibres de roseaux (Gray et Al-Refeai 1986)

Ghavami et al. (1999) ont trouvé que l'inclusion de 4% de sisal, ou de fibre de coco, confère une ductilité importante et augmente légèrement la résistance à la compression de la terre crue pour la fabrication des blocs de construction (fig.1.5).

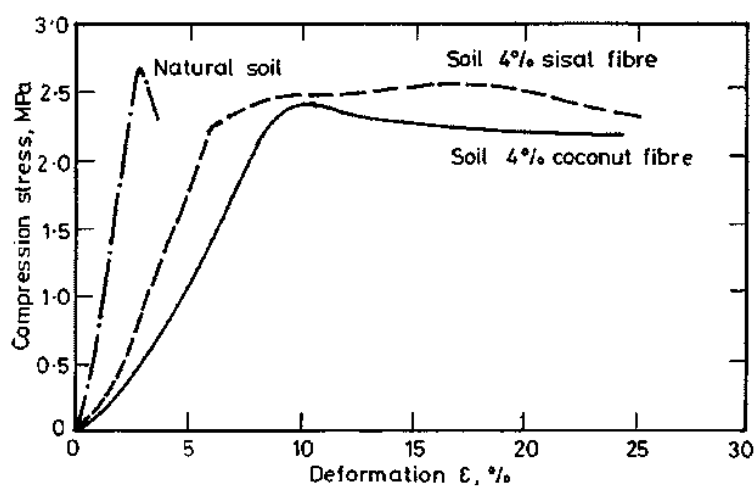


Figure 1. 5 Influence de 4 % des fibres sur le comportement de la contrainte-déformation du sol (Ghavami et al. 1999)

Sivakumar babu et al. (2008) ont étudié l'effet des fibres de coir sur l'amélioration des paramètres de résistance au cisaillement d'un sable limoneux sur des chemins triaxiaux (CU). Ils ont trouvé que la teneur en fibres optimale correspondant à une amélioration maximale de la résistance est de 2 à 2,5% et leur longueur de 15-25mm. Ils ont aussi observé que la rigidité est généralement supérieure à la rigidité du sol brut à chaque niveau de déformation (fig.1.6).

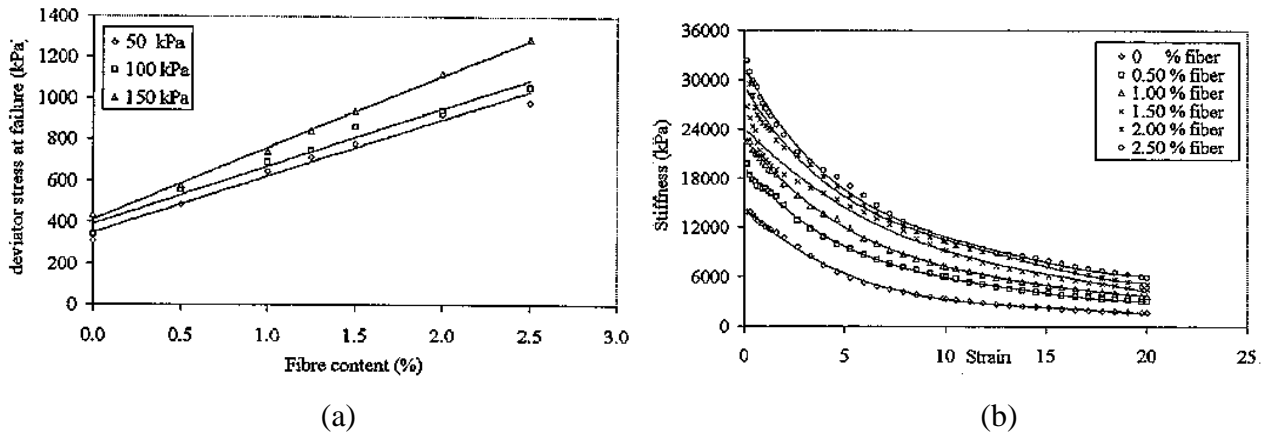


Figure 1. 6 (a) Déviateur de contrainte à la rupture en fonction des teneurs en fibres sous diverses contraintes de confinement du sol renforcé avec des fibres de coir ; (b) rigidité vs la déformation pour différents pourcentage en fibres (avec une longueur de 15 mm, un diamètre de 0.35 mm et sous une contrainte de confinement de 100 kPa) (Sivakumar babu et al. 2008)

Dasaka et al. (2011) ont étudié l'influence de l'addition des fibres de coco (coir) sur la compressibilité et l'indice de gonflement du sol. Ils ont trouvé que le gonflement est réduit d'environ 40% lorsque la teneur en fibre est de 0,5 à 1,5%. Une diminution maximale a été constatée lorsque la teneur en fibres est comprise entre 1 et 1,5%. L'indice de compression a aussi été réduit d'environ 38% (pour une teneur en fibres de 1,5%) en raison de l'inclusion des fibres de coir. Le tassement excessif des structures construites sur de tels dépôts de sol peut être réduit considérablement.

Sivakumar babu et al. (2008) et Ahmad et al. (2010) ont effectué des essais triaxiaux (CU) sur des sables (SL) renforcés respectivement par des fibres de coir et des fibres de drupes de palmier à huile, respectivement, afin de déterminer leurs propriétés mécaniques. Ils ont trouvé que l'ajout des fibres dans la matrice du sol a augmenté sa cohésion et son angle de

frottement. Ils ont aussi remarqué une relation non proportionnelle entre l'angle de frottement et la cohésion. La diminution de l'angle de frottement est compensée par une augmentation de la cohésion (fig.1.7).

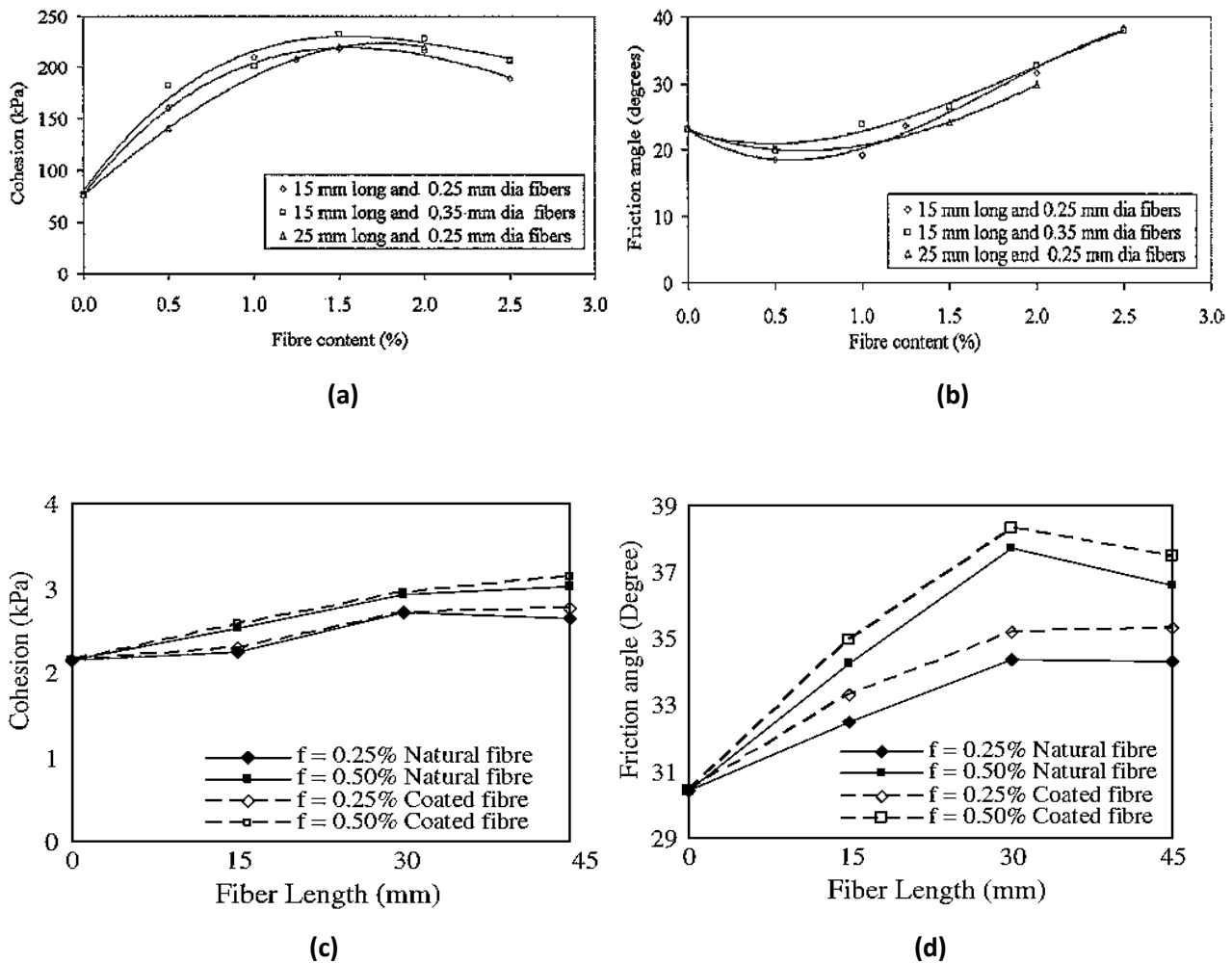


Figure 1. 7 Variation de la cohésion (a et c) et de l'angle de frottement (b et d) en fonction des fibres, (a et b) fibres de coir (Sivakumar babu et al. 2008) ; (c et d) fibres de drupes de palmier à huile (Ahmad et al. 2010)

#### 1.4 Caractérisation de l'interaction sol-géotextile végétal

La liaison entre le sol et le renfort est très important pour le design des sols renforcés par des structures (fig.1.8). Elle dépend du type du sol, du type de renforcement et de leur interaction.

Le degré d'interaction entre le sol et le renforcement ainsi que le mécanisme de rupture

développé sont fonction de la forme du renforcement. Le tableau 1.1 présente quelques types de renforts avec les principaux mécanismes impliqués entre eux et le sol environnant.

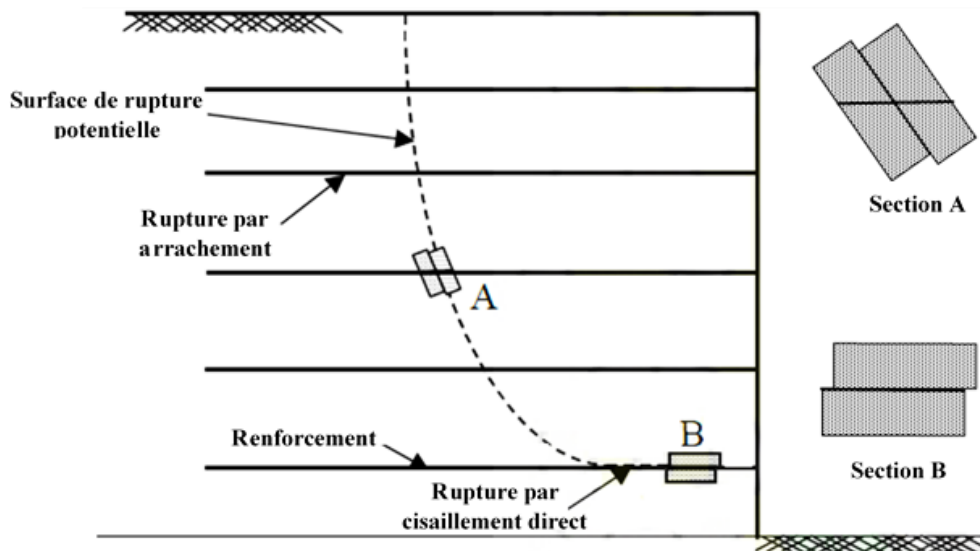


Figure 1. 8 Interaction entre le sol et le renforcement

Tableau 1.1. Types de renforcement (Palmeira, 1987)

reinforcement	type	mechanism	
		frictional	bearing
plain metal strip			
ribbed metal strip			
geotextile			
geogrid			

Dans la littérature, il existe deux critères importants de rupture à analyser dans les sols renforcés :

- Mode de rupture par arrachement (caractérisé par l'essai d'arrachement)



- Mode de rupture par frottement (caractérisé par l'essai de cisaillement direct)

Dans le mode de cisaillement direct, le plan autour de l'inclusion est fragile à cause de la perte de résistance au cisaillement du sol dans la zone de l'interface. (Lopes et al. 2002) ont trouvé que les principaux paramètres affectant les propriétés d'interaction des géomatériaux-géosynthétique sont :

- Le mécanisme d'interaction entre les géomatériaux et les géosynthétiques
- Les propriétés physiques et mécaniques des géomatériaux (densité, forme et taille des grains, distribution granulométrique, etc.)
- Les propriétés mécaniques (résistance de traction au pic), la géométrie et les propriétés de surface des géosynthétiques.

Tatliso et al. (1998) ont comparé la valeur de l'angle de frottement apparent entre le sol et le géosynthétique avec l'angle de frottement interne du sol testé. Ils ont défini le terme appelé "Coefficient d'interaction" ou «efficacité de l'interface »,  $\mu_{\text{sol-interface}}$ , comme :

$$\mu_{\text{interface}} = \frac{C_{\text{interface}} + \sigma_n \tan \varphi_{\text{interface}}}{C_{\text{sol}} + \sigma_n \tan \varphi_{\text{sol}}} \quad (1.1)$$

Lorsque le sol testé est du sable, le coefficient d'interaction se réduit à :

$$\mu_{\text{interface}} = \frac{\tan \varphi_{\text{interface}}}{\varphi_{\text{sol}}} \quad (1.2)$$

L'équation (1.2) est aussi citée dans la norme XP G 38-064 : 2010 pour l'utilisation des géotextiles et produits apparentés (Murs inclinés et talus raidis en sols renforcés par nappes géosynthétiques).

La résistance au cisaillement d'interaction entre les géotextiles biodégradables (fig.1.9) et le sol en contact a été étudiée par certains auteurs (Iqraz et al. 2005, Anand 2008, Artidteang et al. 2012). Ces auteurs ont déterminé les angles de frottement du sable et de l'interface sable-

géotextile à l'aide d'essais de cisaillement direct avec des boîtes de différentes dimensions. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau 1.2. Ils ont trouvé que les angles de frottement des interfaces sable-géotextiles sont inférieurs à ceux du sable-sable. Dans le cas où l'angle de frottement d'interface est supérieur à 1, la surface de rupture serait tout simplement poussée vers le haut loin du géotextile dans la zone de sable-sable.

Tableau 1.2 Résultats de la littérature sur l'interaction sol-géotextile végétal

Références	Dimension de la boîte de cisaillement (mm × mm)	Angle de frottement du sable	Type de géotextile	Angle de frottement interface ( $\phi_{\text{interface}}$ )	Différence d'angle de frottement sol-sol et sol-interface	Coefficient d'interaction ( $\mu_{\text{interface}}$ )
Artidteang et al. 2012	300 × 300	35°	Kénaif	27°	8°	0,81
Iqraz et al. 2005	60 × 60	33°	Bambou	31°	2°	0,93
Anand 2008	300 × 300	33,1°	Coir	33,1°	0°	1,00

### 1.5 Durabilité des sols renforcés par les fibres végétales

Récemment, de nouveaux géotextiles à base de fibres végétales ont été développés, qui pourraient être utilisés comme renforts du sol pour les applications de génie civil (Chaiyaput et al. 2014, Saha et al. 2012, Kugan et al 2011, Mwasha et al. 2010, Sarsby 2007) (fig.1.9).

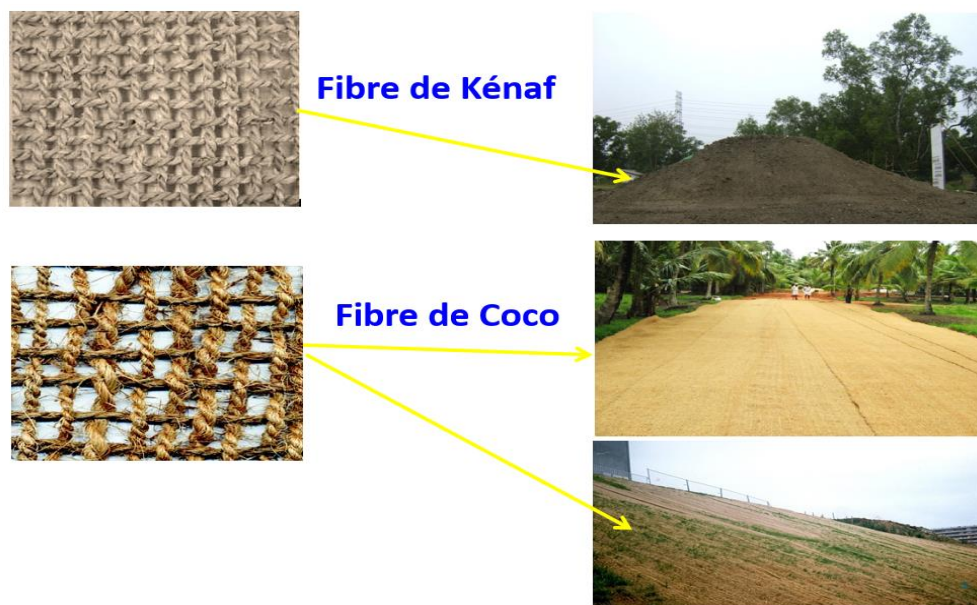


Figure 1. 9 Exemples de géotextiles végétaux (Chaiyaput et al. 2014)

En dépit de leur haute ténacité, les géotextiles enfouis à base de fibres végétales vont perdre leur intégrité mécanique en raison de leur sensibilité aux éléments biologiques, physiques et chimiques trouvés dans le sol (Pritchard et al. 2000). Cette perte de propriété progressive pourrait être un avantage pour les ouvrages de génie civil temporaires ou des besoins d'aménagement paysager. Cependant, il est très important de quantifier la cinétique de la biodégradation de ces géotextiles à base biologique afin d'évaluer leur durabilité.

Quand un substrat lignocellulosique est enfoui dans le sol, il subit une fragmentation initiée par les microorganismes du sol d'origine naturelle (champignons, bactéries, insectes). (Pérez et al. 2002, Siu. 1951, Tuomela et al. 2000). D'un intérêt particulier pour le compostage, les bactéries et les champignons peuvent produire une grande variété d'enzymes hydrolytiques et oxydantes. Les enzymes hydrolytiques sont plutôt impliqués dans le démantèlement de la cellulose et des hémicelluloses, tandis que les dernières sont responsables de la lignolyse (Kugan et al. 2011, Pérez et al. 2002, Tuomela et al. 2000). Lorsqu'ils sont enfouis dans le sol, la cellulose et l'hémicellulose hydrolysée par voie enzymatique produisent du dioxyde de carbone et de l'eau ; la production de méthane nécessite des conditions anaérobies, qui sont souvent absentes lors de la composition (Pérez et al. 2002, Tuomela et al. 2000). Le substrat lignocellulosique composté produit également de l'humus et la chaleur (Tuomela et al. 2000). Il est connu depuis longtemps que la cinétique de la biodégradation dépend du substrat lignocellulosique, de la composition du sol, de la teneur en azote, du pH, de la teneur en eau et de la température (Kugan et al. 2011, Pérez et al. 2002, Siu. 1951, Tuomela et al. 2000). La composition chimique des fibres végétales influe la cinétique de leur biodégradation : une haute teneur en lignine est connue pour augmenter la résistance de la biomasse à la biodégradation, tandis qu'une teneur élevée en cellulose favorise une biodégradation plus rapide.

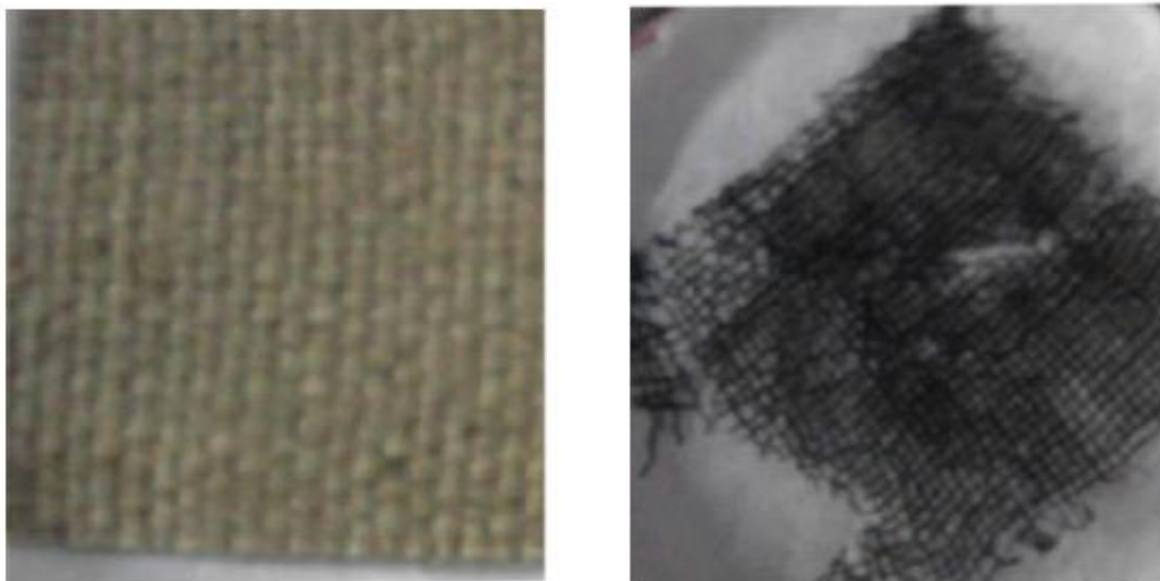


Figure 1. 10 Image du géotextile de jute avant et après enfouissement dans le sol pour une période de 6 mois (Saha et al. 2012)

## **1.6 Cas de la plante d'Alfa : Etat des connaissances**

### **1.6.1 Présentation de la plante alfa**

L'Alfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne, elle pousse en touffes d'environ 1m à 1m20 de haut formant ainsi de vastes nappes (fig.1.11). Elle pousse spontanément notamment dans les milieux arides et semi arides. Cette herbe est endémique du bassin occidental de la Méditerranée et peut être trouvée en Libye, Tunisie, Algérie, Maroc et Espagne (Akchiche et al. 2007, Dallel 2012, Ramírez et al. 2008). Au sud et à l'est, la limite naturelle de l'Alfa est déterminée par la sécheresse en bordure du Sahara. En revanche, au nord et à l'ouest, c'est l'humidité croissante du climat qui l'élimine de la flore, elle est beaucoup plus rare dans les étages subhumides et surtout humides.

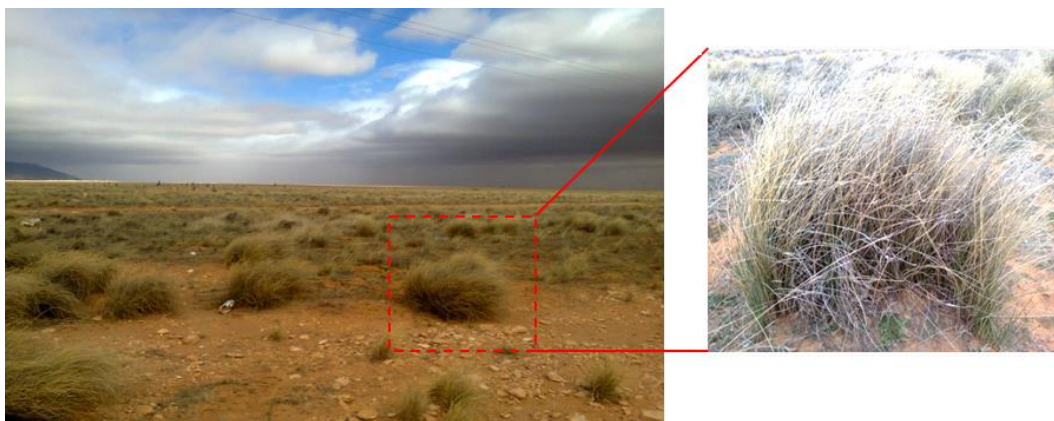


Figure 1. 11 La plante alfa dans son environnement

La plante d'Alfa comprend une partie souterraine et une autre aérienne. La partie souterraine, appelée le rhizome, est formée d'un réseau complexe de racines très ramifiées de 2 mm de diamètre environ et profondes de 30 à 50 cm, qui se terminent par les jeunes pousses (Fig.1.12). La partie aérienne est constituée de plusieurs branches portant des gaines emboîtées les unes dans les autres, surmontées de limbes longs de 30 à 120 cm. La face inférieure des limbes est légèrement brillante, la face supérieure porte de fortes nervures. L'une et l'autre sont recouvertes d'une cire isolante qui permet à la plante de résister à la sécheresse (Akchiche et al. 2007, Dallel 2012).

La feuille est creuse et cylindrique, et régulièrement interrompue au niveau du nœud par des enchevêtrements des faisceaux. Au même niveau, se trouvent des bourgeons qui donneront naissance soit à un entre-noeud, soit à une feuille, ou reste sous la forme d'une réserve qui entrera en activité lorsque la souche sera épuisée.

Les feuilles sont cylindriques, très tenaces, longues de 50 à 60 centimètres. La fleur est protégée par deux glumes de longueur égale. La glumelle supérieure semble partiellement séparée en 2 parties et la glumelle inférieure est plus fine. Généralement, les fleurs apparaissent vers la fin avril début mai et sont de couleur verte. Le fruit est un caryopse (une

sorte de grain) qui mesure 5 à 6 mm de longueur. Sa partie supérieure est brune et porte souvent des traces desséchées.

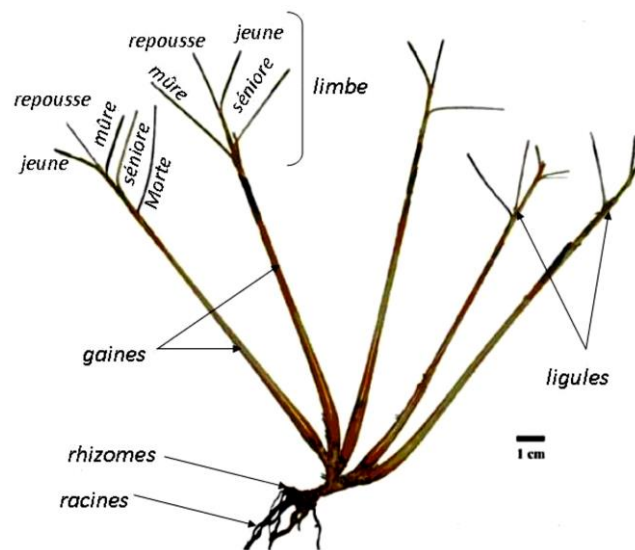


Figure 1. 12 Morphologie de la plante alfa (Dallel 2012)

### 1.6.2 Propriétés chimiques de l'alfa

La composition chimique des fibres végétales varie d'une plante à une autre et dépend de l'origine d'extraction, de l'environnement local où les plantes grandissent, de l'âge des plantes et du climat. Cependant, les constituants principaux des fibres végétales sont : la cellulose, l'hémicellulose, la lignine, la pectine et les cires. Leurs proportions déterminent l'ensemble des propriétés des fibres.

*La cellulose* est le composant principal des fibres végétales et est considérée comme le polymère naturel le plus abondant sur la surface de la terre (Dallel 2012). Elle a la structure la plus simple des composants de la paroi cellulaire car c'est un homopolymère linéaire de formule moléculaire  $(C_6H_{10}O_5)_n$  (fig1.13), où  $n$  représente le degré de polymérisation qui diffère énormément selon l'origine de la cellulose. En revanche, des degrés de polymérisation de plusieurs milliers ont été mesurés dans les plantes, ce qui est considérable (Krassig, 1993) (fig1.14).

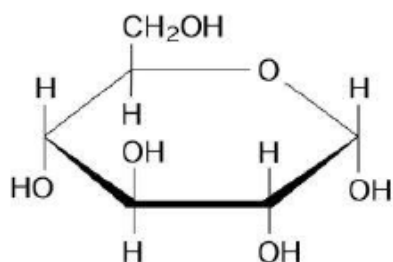


Figure 1. 13 Représentation d'une molécule de glucose (Rowell et al. 1997)

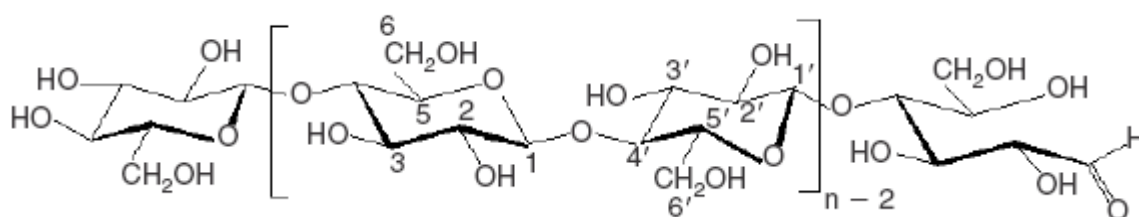


Figure 1. 14 Structure de la cellulose (Biagiotti et al. 2004, Krassig 1993)

Les chaînes de cellulose sont alignées en feuillets, et ces feuillets sont empilés, ce qui donne forme à une structure cristalline. Cela donne aux fibres et, par extension, à la feuille, une certaine rigidité qui dépend du taux de cristallinité de cette cellulose mais aussi de sa teneur totale dans la plante. En effet, la cellulose contribue à la force et à la rigidité de la fibre grâce à ses chaînes fortement orientées. Les propriétés mécaniques des fibres naturelles dépendent de la cellulose et les conditions géométriques déterminent les propriétés mécaniques (Bledzki et al. 1999). La cellulose est insoluble dans la plupart des solvants organique en raison de la forte cohésion de ses cristallites et de son excellente organisation (Philipp 1990). En revanche, certains solvants tels que le mélange LiCl/DMAc, le mélange NaOH/urée, les acides forts, les liquides ioniques à base de methylimidazolium, le  $ZnCl_2$  ou le cupriéthylène diamine sont de bons solvants pour la cellulose.

*L'hémicellulose* est une famille d'hétéropolysaccharides qui peuvent être linéaires ou ramifiés. Leur poids moléculaire est en général bien inférieur à celui de la cellulose. Les branches

rendent difficile la formation de forme cristalline, et en conséquence, le polymère est de type amorphe. L'hémicellulose est *hydrophile* et est attachée à la surface de cellulose via des liaisons hydrogènes ou de van der Waals. Elle a aussi des liaisons faibles avec la lignine.

*La lignine* forme avec la cellulose et l'hémicellulose une partie importante de la biomasse, elle est 2ème après la cellulose en termes d'abondance (Dallel 2012 Le terme lignine recouvre en fait une famille assez large d'hétéropolymères amorphes existant sous la forme d'un réseau tridimensionnel réticulé de monolignols condensés. Les principaux types de monolignols sont l'alcool coniférylique (ou guaïacyle/G), l'alcool sinapylique (ou syringyle/S), et l'alcool paracoumarylique (ou hydroxyphényle/H). Sa chimie et la structure de la lignine restent complexes et même dans une certaine mesure stochastique. La lignine est hydrophobe et fournit la dureté à la cellule de la fibre végétale empaquetée dans les régions cristallines ; elle est aussi thermiquement stable mais se dégrade sous l'action de l'irradiation par les U.V (Rowell et al. 1997).

*Les pectines* sont présentes dans la lamelle mitoyenne et la paroi primaire des cellules, en moindre quantité que la cellulose et la lignine, mais restent un élément d'une importance significative. Comme les hémicelluloses, elles permettent de maintenir la cohésion entre les cellules des tissus végétaux où elles jouent le rôle de ciment intercellulaire, responsable de la rigidité et de la cohésion. Elles sont associées à d'autres composants chimiques membranaires (cellulose, hémicellulose, lignine) par des liaisons physiques et/ou chimiques. A la différence des hémicelluloses, les pectines comprennent de l'acide galacturonique (Scheller 2007, Bledzki et al. 1999).

*Les substances d'adcrustation* sont des substances qui se situent à l'extérieur de la paroi végétale, elles ont pour rôle de minimiser les échanges d'eau et de gaz dans le but de protéger la plante. Parmi ces substances, on notera surtout la présence des *cires* qui forment un dépôt



sur ou dans la cuticule. Ces matériaux cireux sont composés de différents types d'alcools qui sont insolubles dans l'eau mais solubles dans quelques acides (Bledzki et al. 1999). Ils sont hydrophobes, et imperméables à l'eau et aux gaz, limitant ainsi la transpiration des plantes.

Toutefois, l'organisation structurale véritable des constituants chimiques de la fibre végétale dans la paroi cellulaire est complexe à décrire du fait de la multiplicité des couches. Néanmoins, il est généralement considéré que les trois polymères principaux (cellulose, hémicellulose et lignine) ne sont pas mixés de façon uniforme alors qu'ils sont arrangés dans les entités séparées. Les hémicelluloses s'associent aux microfibrilles de cellulose à l'aide de plusieurs ponts hydrogènes formant une couche autour des fibrilles (Ho Thi 2008). Ces unités de cellulose / hémicellulose sont encapsulées par la lignine (fig.1.15).

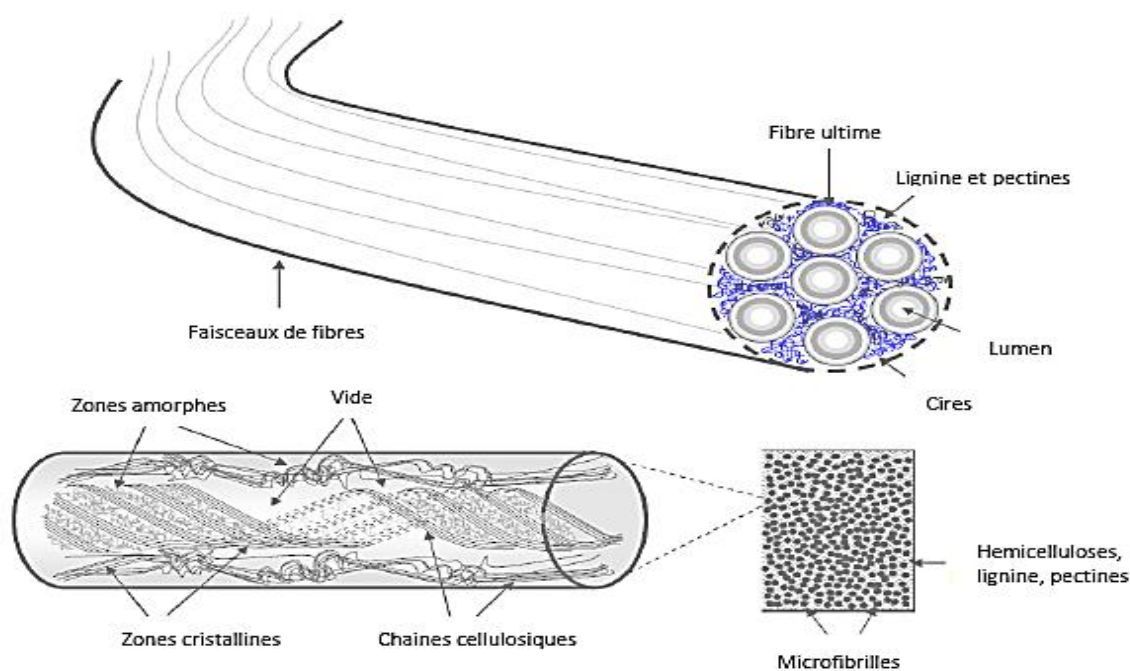


Figure 1. 15 Présentation d'une structure ligno-cellulosique et cristalline d'une fibre cellulosique (Bessadok et al. 2008)

Le tableau 1.3 présente la composition chimique en pourcentage des fibres végétales d'alfa (Akchiche et al. 2007, Bouiri et al. 2010, Hanana et al. 2015, Mabrouk et al. 2012, Marrakchi et al. 2011).

Tableau 1.3 Composition chimique de la fibre d'alfa

Compositions (%)	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Cire	Cendre minérale
Alfa	~ 44 - 48	~ 22 - 28	~ 8 - 20	~ 1,5	~ 5 - 7

Ces gammes de composition larges peuvent être expliquées par les différentes origines, maturités, les techniques d'échantillonnage et les méthodes de caractérisation utilisées par les différents auteurs (Hanana et al. 2015, Marrakchi et al. 2011).

### 1.6.3 Propriétés mécaniques des fibres d'alfa

Les propriétés mécaniques des fibres d'alfa ont été mesurées par plusieurs auteurs au moyen d'un essai de traction sur les fibres individuelles extraites des feuilles (tableau 1.4). Des fibres élémentaires, dans une gamme de 10-30  $\mu\text{m}$ , ont un module de Young de 19 - 71 GPa et une résistance à la traction de 245-1500 MPa (Ben Brahim et al. 2007, Khaldi et al. 2014, Paiva et al. 2007). D'autres auteurs ont mesuré les propriétés mécaniques des fragments de feuilles alfa papetières (environ 50 à 200  $\mu\text{m}$  de diamètre), après une série d'extractions mécaniques, chimiques et enzymatiques ; la résistance à la traction et le module de Young étaient environ de 45-114 MPa et 2,2 à 12,7 GPa, respectivement (Dallel 2012, Hanana et al. 2015). Les différences entre ces données mécaniques peuvent généralement être conférées à la méthode d'échantillonnage, aux prétraitements et à la longueur des fibres testées.

Tableau 1.4 Propriétés mécaniques de la fibre d'alfa selon la littérature (Hanana et al. 2015)

Source	Diamètre moy ( $\mu\text{m}$ )	Module de Young (GPa)	Résistance à la traction max (MPa)	Elongation à la rupture (%)	Processus d'extraction	Application spécifique
Dallel 2012	-	$8 \pm 2,7$	$75 \pm 24,09$	$2,8 \pm 2$	Mécanique chimique enzymatique	Textile
Ben Brahim et al. 2007	-	21,5	247	1,96	chimique	Composite
Bessadok et al. 2009	70	$71 \pm 23$	$1480 \pm 800$	$2,8 \pm 2$	Rouissage chimique	Composite
Hanana et al. 2015	$24,34 \pm 8,6$	$58 \pm 17$	$1327 \pm 342$	$2,4 \pm 0,6$	Rouissage mécanique chimique enzymatique	Composite

## 1.6.4 Méthodes d'extraction des fibres d'alfa

### 1.6.4.1 Extraction mécanique

L'extraction mécanique des feuilles alfa se fait mécaniquement à l'aide de brosses aux dents métalliques. Le peigne est déplacé dans le sens longitudinal des feuilles qui, compte tenu de leur diamètre, vont être réduites pour pouvoir passer à travers les dents. Dans le même temps, une certaine quantité de bois sera éliminée. Cette opération permet d'obtenir des fibres moins rigides, qui présentent néanmoins des proportions importantes de matières non celluliques. Cette extraction permet l'ouverture des feuilles afin d'augmenter l'accessibilité des agents chimiques (Dallel et al. 2012, Laasri 2010, Ghali et al. 2008).

### 1.6.4.2 Extraction chimique

#### a) Procédé Kraft

Ce procédé alcalin visant à éliminer la lignine, les pectines et les hémicelluloses sous l'action d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de sulfure de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}$ ), ce dernier est

un réducteur, il protège la cellulose et évite son oxydation. La température de cuisson est comprise entre 170° et 175°C pendant une durée de 2 à 4 heures.

*b) Procédé à la soude*

Ce procédé n'utilise que la soude NaOH pour dissoudre les substances non cellulosiques et surtout la pectine et l'hémicellulose. La température, la pression, la concentration et la durée du traitement sont à définir en fonction du lot, de l'âge et du type de plante de façon à ne pas dégrader les fibres cellulosiques (Hanana et al. 2015, Dallel et al. 2012, Belkhir et al. 2012, Laasri 2010, Ghali et al. 2008).

#### **1.6.4.3 Extraction enzymatique**

Des enzymes tels que des Polygalacturonase, mieux connues sous le terme générique de Pectinase sont extraites à partir des champignons de l'espèce *Aspergillus aculeatus*. Ces pectinases sont capables de provoquer l'hydrolyse des pectines et des hémicelluloses encore présentes dans les parois des fibres, d'une façon plus ou moins efficace selon leur activité (Hanana et al. 2015, Dallel et al. 2012, Schuster et al. 2002).

#### **1.6.5 Domaine d'utilisation de l'alfa**

Cette plante est utilisée pour ses feuilles dans des applications artisanales telles que la fabrication de cordages et d'objets de sparterie (fig.1.16).



Figure 1. 16 Utilisation artisanale de l'alfa (Dallel et al. 2012)

Un certain nombre de groupes de recherche ont tenté de mettre en œuvre des fibres alfa en tant que renfort dans les matériaux composites, afin d'exploiter leurs propriétés mécaniques, leur faible densité et leur caractère écologique. Plusieurs matrices polymères ont été fabriquées tel que du polyester, du PVC, du polypropylène ou une résine époxy (Bessadok et al. 2009, Ben Brahim et al. 2007, Hammiche et al. 2013, Khaldi et al. 2014, Mechakra et al. 2015, Rokbi et al. 2011). D'autres recherches ont été consacrées à la modification physique et chimique des fibres d'alfa afin d'améliorer le transfert de contraintes interfaciales entre les fibres et la matrice (Bessadok et al. 2009 et 2010, Ghali et al. 2006, Rokbi et al. 2011).

En outre, les matrices inorganiques ont également été renforcées par des fibres alfa afin de fournir une plus grande résistance à la fissuration et d'augmenter la ductilité des matériaux de construction tels que le plâtre, le mortier ou l'argile (Elhamdouni et al. 2015, Hamza et al. 2013, Jaballi et al. 2015).

## 1.7 Conclusion

Ce chapitre a été consacré à une synthèse bibliographique succincte des travaux de recherche utilisant les fibres végétales comme renfort dans la matrice du sol. Différentes fibres ont été exploitées afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des sols telles que leur résistance au cisaillement, à la compression et leur potentiel de gonflement et de compressibilité. A travers ces travaux de la littérature nous avons mis en évidence la complexité du renforcement du sol à l'aide des fibres végétales. Cette complexité est liée aux propriétés intrinsèques de chaque type de fibres. Dans le cas des sols compactés nous avons vu que l'ajout des fibres diminue la densité optimale du sol renforcé. En revanche, l'ajout des fibres augmente l'indice CBR ce qui signifie l'augmentation des caractéristiques mécaniques des sols renforcés comme l'angle de frottement et la cohésion.

Ceci a été confirmé à l'aide d'essais de cisaillement à la boîte et au triaxial où les chercheurs ont mis en évidence l'amélioration des critères de rupture lors de l'ajout des fibres végétales.

Concernant l'interaction d'interface fibre végétale-sol, nous avons vu que le coefficient d'interaction «  $\mu$  » reste toujours inférieur à 1. Cependant, l'angle de frottement fibre-sol dépend fortement de l'orientation des fibres par rapport au plan de cisaillement.

En revanche, l'utilisation de ces fibres végétales reste limitée dans le domaine du génie civil car elle nécessite des recherches très avancées afin de réduire leur caractère biodégradable une fois mises en contact avec le sol.

Nous avons aussi abordé dans ce chapitre la présentation de la plante alfa, sa morphologie, sa microstructure et ses composants organiques. Après avoir présenté sa composition chimique, nous avons détaillé les différents procédés d'extraction des fibres et précisé les différents domaines de son exploitation, comme dans l'artisanat ou encore comme renfort dans les matériaux composites, les matériaux de construction et les géo-matériaux.

Nous avons constaté que cette plante présente des propriétés mécaniques remarquables (la résistance à la traction et le module de rigidité) d'où l'idée de l'utiliser comme un matériau renfort dans plusieurs recherches. Cependant, ses propriétés mécaniques varient en fonction de leurs différentes origines, maturités, les techniques d'échantillonnage et les méthodes de caractérisation utilisées.

Nous nous proposons dans cette étude d'exploiter la plante alfa dans le domaine des BTP, d'une part comme un éco-géotextile servant de nappe pour le renforcement des sols et d'autre part, comme inclusion mélangée au sol pour améliorer ses caractéristiques mécaniques apparentes.

Une pathologie majeure caractérise les fibres végétales en contact avec le sol, celle de leur biodégradabilité, donc leur non durabilité. Pour répondre à cette problématique concernant la plante alfa, nous avons mis en œuvre un protocole adapté pour la caractériser.

## **Chapitre 2**

# **Propriétés mécaniques et structurelles des feuilles et des fibres d'alfa**

### **2.1 Introduction**

Ce chapitre a deux objectifs principaux, le premier étant d'analyser les fibres d'alfa extraites et d'évaluer leurs propriétés mécaniques. Le second consistant à étudier la biodégradation des feuilles d'alfa naturelles durant 60 jours afin de caractériser leur dégradation et l'altération de leurs propriétés mécaniques au cours de leur enfouissement dans le sol. Puisque leur résistance à la traction et leur rigidité ont été considérées comme des paramètres déterminants, ces paramètres ont été évalués au moyen d'un essai cyclique de traction par chargement-déchargement incrémenté. La biodégradation a également été évaluée en utilisant la microscopie électronique à balayage (MEB) et la diffractométrie des rayons X (DRX), qui donnent des informations importantes sur la relation entre la physiologie de la feuille, le mécanisme de fracture et le démantèlement progressif de la cellulose cristalline par les activités cellulolytiques des enzymes produites par des micro-organismes présents dans le sol.

### **2.2 Matériaux**

La plante alfa utilisée dans cette étude, est récoltée dans la région de la ville de Tlemcen. Ses propriétés et sa composition chimique sont présentées dans le chapitre 1 (cf. paragraphe 1.6.2.)



La composition du sol d'enfouissement servant à étudier la biodégradabilité est conforme à la norme ASTM G 160-98. Les ingrédients principaux sont :

- un terreau universel (ref NNTUNI40, Leroy Merlin)
- du fumier de cheval (Geolia, Leroy Merlin)
- du sable 0/2 (sable Oxaton 0/2 EMB 80120, Leroy Merlin)

Par ailleurs, pour contrôler le pH du compost ainsi constitué, nous avons utilisé du soufre (Thiorvit Jardin, Geolia, n°950014, Leroy Merlin).

Afin de vérifier l'activité biologique des micro-organismes dans le compost, nous avons utilisé du papier filtre (Whatman #1, 90 mm de diamètre, cat n° 1001090).

Le conditionnement des fibres pour les observations au MEB ont nécessité l'utilisation de la cire de Paraffine (Paraplast X-tra,  $T_m = 53-54^\circ\text{C}$ , McCormick scientific, ref 39503002).

## **2.3 Méthodes de préparation et de mesures**

### **2.3.1 Alfa extraite**

#### **2.3.1.1 *Extraction des fibres d'alfa***

L'extraction des fibres d'alfa a été réalisée en utilisant deux types de traitement, chimique et mécanique. Le traitement chimique a été réalisé en se basant sur les travaux de la littérature sur l'extraction de l'alfa (voir chapitre 1 & 1.6.4). Nous avons choisi l'extraction par action alcaline à l'aide de la soude. Cette méthode a été élaborée pour avoir une extraction moins agressive, elle consiste à dégrader les constituants non cellulosiques de la plante en prenant en compte l'adéquation, la rapidité et la conservation des propriétés des fibres, et en respectant les exigences environnementales bien entendu. Pour cela, nous avons utilisé deux traitements en faisant varier le dosage de l'hydroxyde de sodium (NaOH), la température et le temps d'extraction (tableau 2.1).

Tableau 2. 1 Paramètres d'extraction chimique par NaOH

	Traitement 1	Traitement 2
Dosage de NaOH (N)	3	2,5
Température (°C)	100	20 ± 1
Temps (Heure)	2	96

Cette extraction a été réalisée en trempant les feuilles d'alfa dans des béciers avec les solutions alcalines pour les différents dosages (fig.2.1). Après le temps déterminé pour le trempage, les fibres ont été retirées des béciers puis rincées plusieurs fois avec de l'eau distillée pour éliminer toute trace de la solution NaOH dans les fibres. Les fibres extraites ont été ensuite mises dans l'étuve à une température de 60°C pendant 2 heures pour un séchage en douceur sans les dégrader.

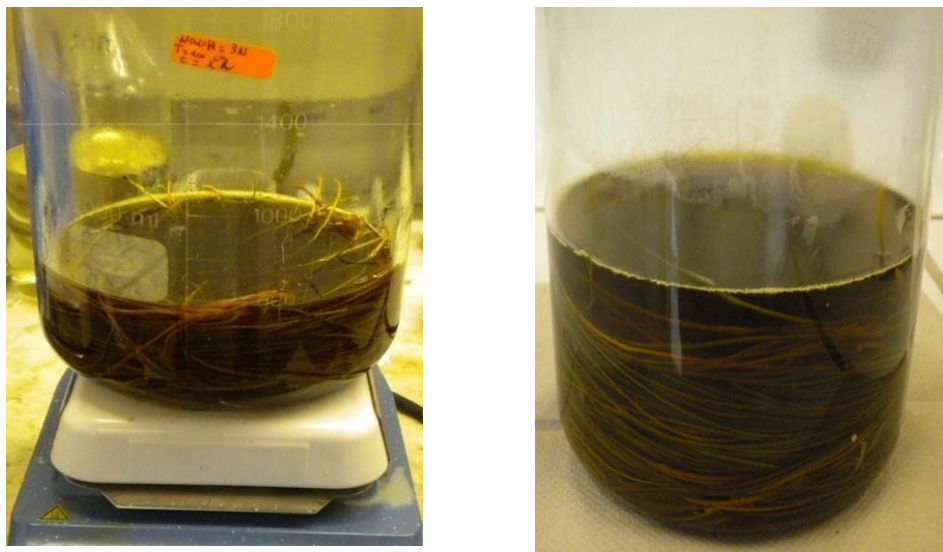


Figure 2. 1 Extraction des fibres d'alfa par procédé chimique, (a) NaOH = 3N; T = 100°C; t = 2h ; (b) NaOH = 2.5N ; T = 20 ± 1°C; t = 96h

Après le traitement chimique, nous avons fait l'extraction mécanique à l'aide de brosses métalliques (fig. 2.2) en les déplaçant dans le sens longitudinal des feuilles. En fait, cette

procédure doit précéder le traitement chimique et cela pour avoir des fibres longues plus fines et moins rigides que les feuilles d'Alfa. Ceci est pour permettre l'ouverture des feuilles afin d'augmenter l'accessibilité des agents chimiques pendant le traitement.



Figure 2. 2 Brosses métalliques utilisées pour le peignage

### **2.3.1.2 Essais mécaniques sur les fibres d'alfa extraites**

Les essais de traction ont été effectués sur 20 fibres extraites d'Alfa selon la norme ISO 5079-1995; à l'aide d'une machine de traction d'une capacité 1200 cN avec une vitesse de 10 mm/min. Avant l'essai de traction, les fibres extraites ont été conditionnées dans une salle à une température de 22,5 °C et à humidité relative HR de 65 %. Les fibres extraites ont été pesées et mesurées avant de réaliser les essais mécaniques.

### **2.3.2 Alfa naturelle (feuilles)**

#### **2.3.2.1 Essai de biodegradation**

L'essai de biodégradation a été effectué en accord avec la norme ASTM G 160-98. Il consiste à enfouir des feuilles dans un compost sous des conditions contrôlées. Le compost est composé de trois parts égales en masse de terreau, fumier de cheval et de sable (0/2 mm de diamètre). Le mélange a été fait à la main et tamisé à travers un tamis de 6,35 mm de

diamètre. Le mélange obtenu est ensuite vieilli pendant trois mois à température contrôlée de  $30 \pm 2^\circ\text{C}$ , et ce, en utilisant un bain thermostaté à circulation dans un serpentin enfoui dans le compost. L'humidité a été ajustée à une teneur en eau constante de 30% en ajoutant l'eau de robinet. Cette teneur en eau a été contrôlée chaque semaine par une méthode gravimétrique. Le mélange du sol a été re-tamisé deux fois avec un intervalle du temps de quatre semaines durant les trois mois de vieillissement. Après trois mois, des papiers filtres en coton ont été enfouis dans le sol compost afin de vérifier l'activité relative des micro-organismes dans le compost (fig.2.3a). Nous avons remarqué qu'après trois jours, les papiers de coton ont été partiellement décomposés (fig.2.3b) et ils étaient complètement décomposés après trois semaines d'enfouissement confirmant l'activité du compost (fig.2.3c).

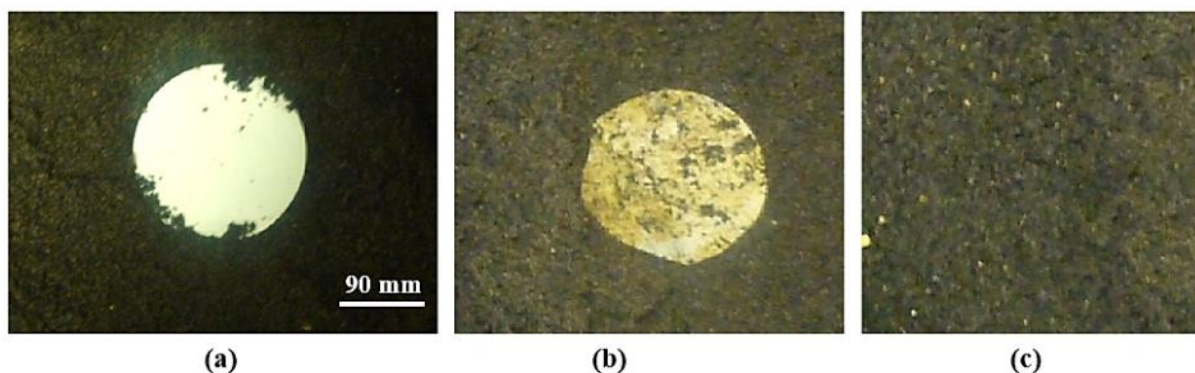


Figure 2. 3 Contrôle de l'activité biologique du sol : (a) enfouissement du coton dans le compost, (b) coton après trois jours et (c) après trois semaines d'enfouissements.

Cent quatre-vingt feuilles d'alfa ont été utilisées pour l'étude de la biodégradation. Un groupe de 100 feuilles a été utilisé pour les essais de traction et le second groupe de 80 feuilles a été utilisé pour l'évaluation de la perte de masse (fig. 2.4). Les feuilles d'alfa ont été enfouies dans le compost à une profondeur de 1/3 de la base du bac, soit à une profondeur de 34 cm de la surface. Vingt-cinq feuilles sont périodiquement retirées du compost afin d'évaluer l'état de la biodégradation. Les différentes échéances sont respectivement de 15, 30 45 et 60 jours. La Figure 2.5 représente le protocole de l'essai de biodégradation.

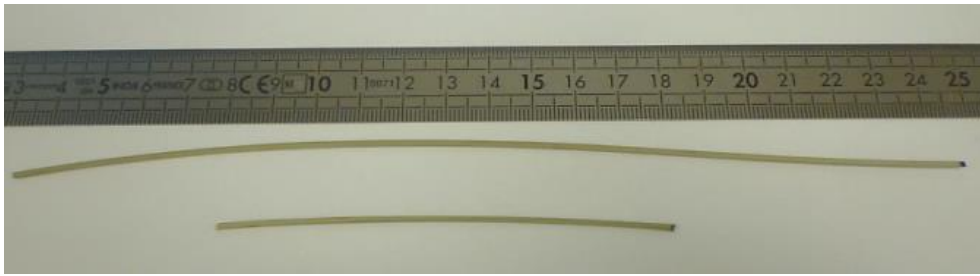


Figure 2. 4 Différentes longueurs des éprouvettes d'alfa utilisées pour l'essai de biodégradation

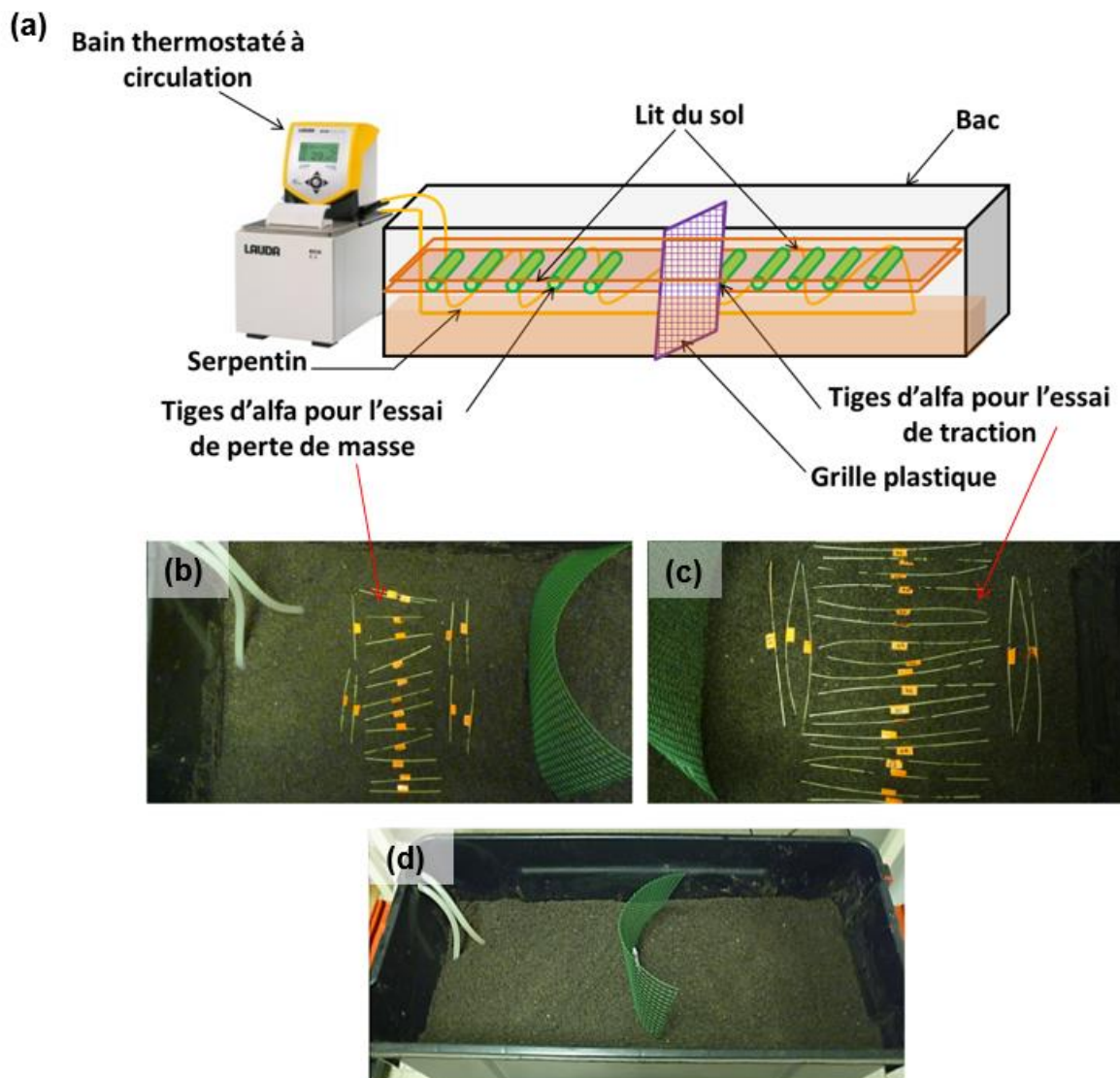


Figure 2. 5 Protocole de l'essai de biodégradabilité, composé d'un bain thermostaté à circulation et un récipient en plastique contenant le sol de compost et les feuilles d'alfa (a). Les feuilles utilisées pour la mesure de la perte de masse (b) et des essais de traction (c) sont séparées par une grille en plastique avant d'être enfouies dans le sol du compost (d).

### 2.3.2.2 *Caractérisation physique*

#### *a) Perte de poids*

Des échantillons d'alfa de 100 mm de longueur ont été pesés avant l'enfouissement dans le compost pour déterminer leur poids initial ( $w_i$ ). Ensuite, ils ont été enfouis dans le sol pour la période d'exposition détaillée ci-dessus. Après chaque intervalle de temps de biodégradation, les échantillons ont été prélevés et lavés soigneusement avec de l'eau distillée. Ils ont ensuite été séchés à 23 ° C et 55% HR pendant sept jours avant la pesée ( $w_f$ ). La perte de poids a été calculée comme suit :

$$w_l (\%) = \frac{w_i - w_f}{w_i} \times 100 \quad (2.1)$$

#### *b) La microscopie électronique à balayage (MEB)*

Sur une même feuille, deux types d'observations ont été réalisés : observation d'une section transversale et observation de la surface de rupture après l'essai de traction. Ces observations ont été réalisées sur les feuilles intactes et sur les feuilles biodégradées à différentes échéances. Les échantillons ont été imagés avant la dégradation et après 15 et 60 jours de temps de biodégradation. Des coupes transversales ont été préparées par enrobage rapide des feuilles dans la cire de paraffine et coupées en sections minces avec des lames d'histologie. Les sections transversales ont ensuite été collées sur les supports d'échantillons en utilisant une pâte conductrice. Les surfaces de fracture ont été fixées verticalement dans la chambre FE-SEM en utilisant un porte-échantillon spécifique. L'ensemble des échantillons a été recouvert de carbone à l'aide d'un évaporateur carbone JEC-530 (JEOL). La pulvérisation de carbone a été réalisée en quatre cycles de dépôt à 4 V et d'une durée de 6 s. Les observations au MEB ont été réalisées avec un microscope électronique à balayage à émission par effet de champ Hitachi S-3000N sous un vide partiel de 20 Pa et avec une tension d'accélération de 15 kV. Les images ont été acquises dans le mode 3D en utilisant un détecteur d'électrons rétrodiffusés BSE (Back-Scattered Electrons).

### *c) Essais mécaniques*

Des essais de traction uniaxiale ont été effectués sur les feuilles d'alfa intactes et biodégradées selon la norme ASTM D3379-75 relative à l'essai monofilament. Les feuilles ont été coupées à une longueur totale de 214 mm, afin de tenir compte de la longueur des mors de 100 mm. La densité spécifique des feuilles a été déterminée par un test de pycnomètre selon la norme NF T 20-053 (1985). La section transversale a été déterminée pour chaque feuille à partir de la mesure de sa densité, de sa longueur et de son poids avant l'essai de traction. Vingt feuilles intactes ont été testées afin de déterminer les propriétés mécaniques initiales du matériau non biodégradé. Les éprouvettes d'alfa biodégradées ont été retirées du compost à des intervalles de temps réguliers. Afin d'être testées dans des conditions comparables, elles ont été soigneusement lavées avec de l'eau distillée. Tous les échantillons ont été conditionnés à 23 °C et 55% HR pendant sept jours avant le test. Les feuilles ont ensuite été directement serrées dans les mors d'un appareil d'essai de traction universel Instron 5867 (fig.2.6). Des cycles de chargement / déchargement incrémentaux ont été réalisés à une vitesse de 1 mm / min. Pendant l'expérience, l'échantillon a été soumis à une charge de traction jusqu'à un niveau de déformation de 0,1%, suivie par un déchargement jusqu'à une contrainte nulle. Ce procédé est répété à chaque cycle en augmentant le niveau de la déformation obtenue pendant le chargement à la même vitesse de 1 mm / min. Ce chemin de chargement-déchargement a été répété huit fois à différents niveaux de déformation. Dans une dernière étape, le chargement a été effectué sans restriction de déformation jusqu'à la rupture de l'échantillon.

Les modules élastiques de chargement et déchargement ont été déduits de la pente de la partie linéaire des courbes de contrainte-déformation, et cela pour chaque cycle. L'énergie dissipée au cours de chaque cycle de chargement-déchargement a été calculée en soustrayant l'aire sous la courbe de déchargement de l'aire sous la courbe de chargement. La déformation plastique permanente subie par les feuilles après chaque cycle a été prise comme la

déformation à la contrainte nulle à la fin de chaque cycle de déchargement. La résistance à la traction des feuilles a également été déterminée systématiquement.

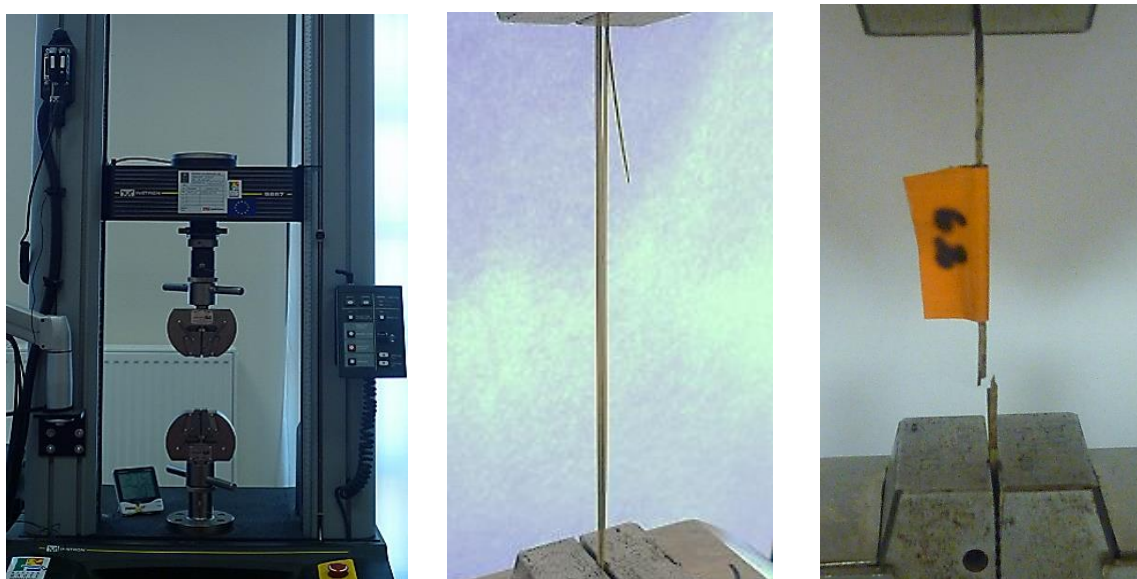


Figure 2. 6 (a) Machine de traction Instron 5867, (b) Feuille alfa intacte et (c) feuille alfa biodégradée sous essais de traction

#### *d) Diffractométrie de rayons X (DRX)*

Les échantillons ont d'abord été broyés en une poudre dans un tube broyeur IKA à 20 000 tours par minute. Les poudres ont été pressées dans des porte-échantillons propriétaires via la méthode «back-loading» (remplissage par l'arrière) afin de ne pas perturber l'orientation des cristaux. Les diffractogrammes ont été acquis avec une configuration  $\theta$ - $\theta$  de Bragg-Brentano, en utilisant un diffractomètre PANalytical Xpert Powder (PANalytical BV, Almelo, Pays-Bas) avec une source  $\text{CoK}\alpha$  ( $\lambda = 1.7902 \text{ \AA}$ ), une tension de fonctionnement maintenue à 40 Kv et un courant de 40 mA. Les échantillons ont été continuellement en rotation lors de l'acquisition (8 s / tour). Un masque de 15 mm a été utilisé. Le détecteur est un détecteur PIXcel 1D linéaire avec fentes de Soller de 0,04 rad. Les fentes de divergence programmables ont une ouverture fixe de  $0.25^\circ$ , tandis que les fentes anti-dispersion avaient une ouverture fixe de  $0,5^\circ$ . Les échantillons ont été examinés en variant  $2\theta$  de  $5-90^\circ$  par pas de  $0,0525^\circ$  (269 s / pas). Tous les diffractogrammes étaient normalisés et redimensionnés à la longueur



d'onde plus habituelle CuK $\alpha$  ( $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ ), conformément à la loi de Bragg. Aucune correction de fond n'a été faite.

Pour interpréter ces essais, une nouvelle méthode a été utilisée pour déterminer la quantité de la cellulose cristalline dans l'échantillon, ainsi que sa taille et sa forme moyenne. La méthode est basée sur la simulation simultanée des diffractogrammes des poudres de cellulose  $I_{\beta}$  et d'un fond amorphe empirique (Duchemin et al. 2015, 2012). En se basant sur les données de la littérature, le fond amorphe a été simulé en utilisant une fonction empirique sous la forme d'une fonction gaussienne asymétrique centrée autour de 4,9-5,5  $\text{\AA}$ , additionnée à une fonction de type :

$$I(2\theta) = \sum_{n=-2}^2 a_n \theta^n \quad (2.2)$$

Où les  $a_n$  sont des scalaires, et  $\theta$  est l'angle de diffraction. Les diffractogrammes de poudre ont été simulés à l'aide du fichier d'information cristallographique initialement fournie par Nishiyama et al. et sur la base des résultats de neutron et de diffraction de rayons X de la cellulose de *Valonia ventricosa* (Nishiyama et al. 2002). Le paramètre de maille «  $\mathbf{a}$  » a été simultanément ajusté afin de tenir compte des variations de distance interplanare qui ont été observées ; ces variations de déformations induites sont souvent rencontrées dans les plantes à base de cellulose  $I_{\beta}$  (Gjønnnes and Norman. 1958, Nam et al. 2016). Une orientation préférentielle est souvent rencontrée lors de la préparation des échantillons de poudre à partir du matériau fibreux. Cet effet a été pris en compte en introduisant la correction de Mars-Dollase sur le plan (001) parce que ce plan est perpendiculaire à l'axe longitudinal de la fibre (fig.2.6) (Dollase, 1986). Un échantillon parfaitement isotrope a une correction Mars-Dollase avec sa valeur égale à 1. Les diffractogrammes ont été simulés à l'aide des fonctions lorentziennes pures (Spraget, 1989). Un nouveau modèle a également été implémenté afin de

prendre en compte l'élargissement de la taille anisotrope observée sur les nanocristaux de cellulose, en supposant que ces nanocristaux de cellulose peuvent être modélisés comme des aiguilles droites avec une section transversale d'une super ellipse. Dans ce modèle, l'axe court de la super ellipse ( $R_y$ ) est colinéaire à l'axe cristallographique **b**, et l'axe longitudinal de l'aiguille est colinéaire avec la direction de la chaîne (axe **c**).

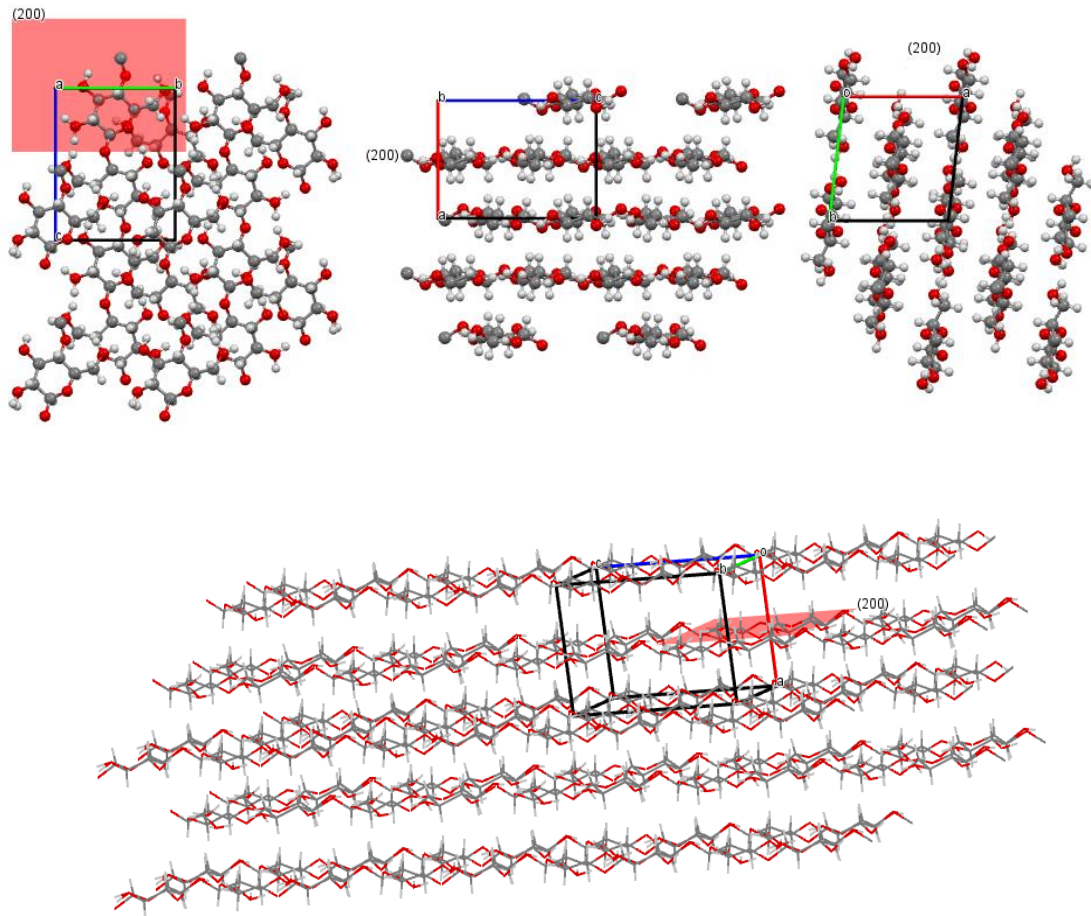


Figure 2. 7 Représentation via le modèle boule bâtonnet de la cellulose cristalline I $\beta$  avec (en haut, de gauche à droite) a, b, et c les axes perpendiculaires à l'écran et (en bas) schéma perspective en fil de fer. Le plan (200) apparaît sous la forme d'un rectangle rouge (<http://www.ccdc.cam.ac.uk/mercury/>).

L'équation de la section est de la forme :

$$x = R_x \cos^n \omega \quad (2.3)$$

$$y = R_y \sin^n \omega \quad (2.4)$$

Où  $\omega$  est l'angle entre l'axe des x et la ligne droite reliant l'origine et un point situé sur la super ellipse. Des cas particuliers comprennent  $n = 2$  (forme de losange),  $n = 1$  (ellipse régulière) et  $n \rightarrow 0$  (section rectangulaire), en conformité avec les modèles rectangulaires et en forme de losange parfois proposés dans la littérature (Bu et al. 2015, Lehtiö et al. 2003, Nishiyama et al. 2002, Oehme et al. 2015, Viëtor et al. 2000). Le paramètre  $n$  a été varié librement entre 0 et 2 au cours du processus de simulation. La largeur de pic a été variée en fonction de la largeur de cristallite dans la direction orthogonale à chaque plan cristallographique selon l'équation de Scherrer (Duchemin et al. 2007, Guinier. 1994). L'ensemble du modèle a ensuite été implémenté dans une feuille de calcul et tous les paramètres peuvent être obtenus en même temps en utilisant le programme Excel Solver et la méthode des moindres carrés. La cristallinité est définie comme le rapport de l'aire de la cellulose  $I_{\beta}$  modélisée sur l'aire du signal total.

## 2.4 Résultats et discussions

### 2.4.1 Alfa extraite

#### 2.4.1.1 *Aspect structurel des fibres extraites de l'alfa*

En étudiant l'aspect physique des fibres extraites avec les deux types d'extraction chimique (NaOH 3N et 2,5N) à l'aide de la microscopie MEB, nous pouvons remarquer la présence de faisceaux de fibres ; l'aspect de surface en "échiquier" sur les deux micrographies provient probablement de la présence résiduelle de tissus vasculaires (fig.2.8 a). L'image 2.8 b présente deux faisceaux d'un diamètre important (25 – 46  $\mu\text{m}$ ) mais le traitement a clairement commencé à séparer les fibres. D'après l'image 2.8c, on observe une coexistence d'agrégats de fibres (faisceaux) partiellement nettoyées par le traitement en arrière-plan, et de fibres isolées et mieux nettoyées au premier plan, ceci est visible sur l'image (2.8c) qui illustre bien

le petit diamètre des fibres unitaires d'une valeur de (3,5 – 7,5  $\mu\text{m}$ ). Ces résultats sont conformes à ceux trouvés par (Ghali et al. 2006, Paiva et al. 2007).

D'après ces observations, nous pouvons dire que le traitement des fibres d'alfa avec 3N de NaOH a donné des fibres unitaires mieux isolées que celles obtenues avec 2,5 N de NaOH où nous avons remarqué l'existence de faisceaux de fibres qui contiennent des fibres unitaires.

Par ailleurs, les fibres d'alfa semblent difficiles à séparer. L'utilisation d'une machine de peignage (carding machine) pour séparer mécaniquement les fibres, avant tout traitement ou même après neutralisation de la soude et rinçage lorsque les fibres sont encore mouillées, donne des résultats plus homogènes que ceux obtenus par un brossage manuel.

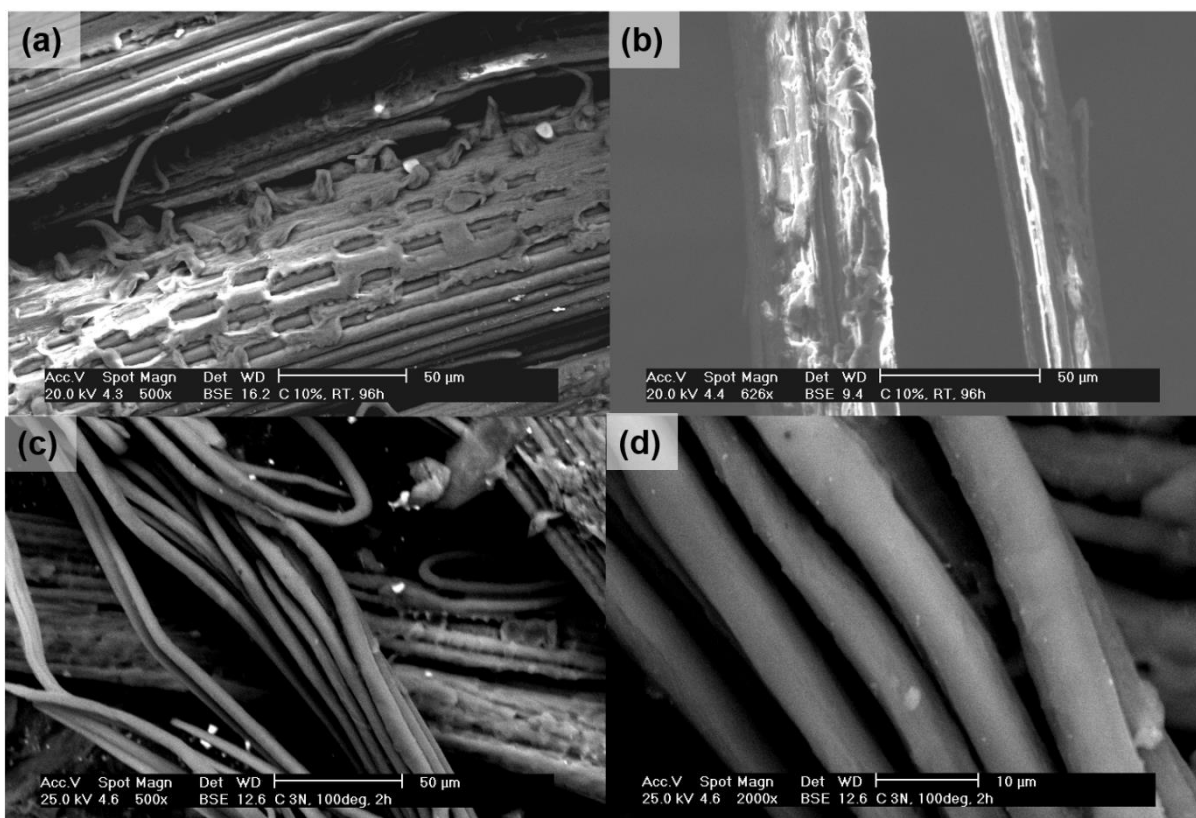


Figure 2. 8 Fibre d'alfa après extraction (a et b) 2,5 N (10%) de NaOH, (c et d) avec 3N de NaOH

### 2.4.1.2 Propriétés mécaniques des fibres extraites de l'alfa

Les essais mécaniques de traction sur les fibres d'alfa extraites nous permettent de déterminer leur comportement et leur résistance. La figure 2.9 présente l'évolution de la charge en fonction de l'élongation pour l'ensemble des 20 fibres testées (fig.2.9 a et c) et leur moyenne (fig.2.9 b et d). En examinant les courbes (fig.2.8 a et c), on peut remarquer que leur comportement est caractérisé par une non-linéarité en début de sollicitation et ceci pour la majorité des fibres (fig.2.9 a et c) qui s'explique par le réarrangement des microfibrilles au début du chargement. On peut observer aussi la présence de petits pics avant la rupture totale qui sont dus probablement à l'apparition de fissures dans la structure de la fibre. Ces fissures sont dues à la rupture des microfibrilles constituant la fibre d'alfa. En effet les fibres sont composées de cellules cellulose extrudées mises bout à bout et reliées entre elles par la lignine et l'hémicellulose, et la rupture des fibres commence par la rupture des microfibrilles qui composent leur structure. Notons que ce comportement a été remarqué par (Ben Brahimet al. 2007, Paiva et al. 2007). Le tableau 2.2 récapitule les résultats obtenus. On peut remarquer que le processus de traitement influence les propriétés mécaniques des fibres, où il apparaît que les fibres extraites avec NaOH 2.5 N sont plus résistantes et rigides que celles extraites avec NaOH 3 N ; ce qui est aussi trouvé par (Ghali et al. 2006).

Tableau 2. 2 Propriétés mécaniques des fibres d'alfa extraites

Type de traitement	2.5 N	3 N
Force maximale (cN)	257,96	79,80
Allongement à la rupture(%)	2,93	2,89
Module de Young (GPa)	2,06	1,45

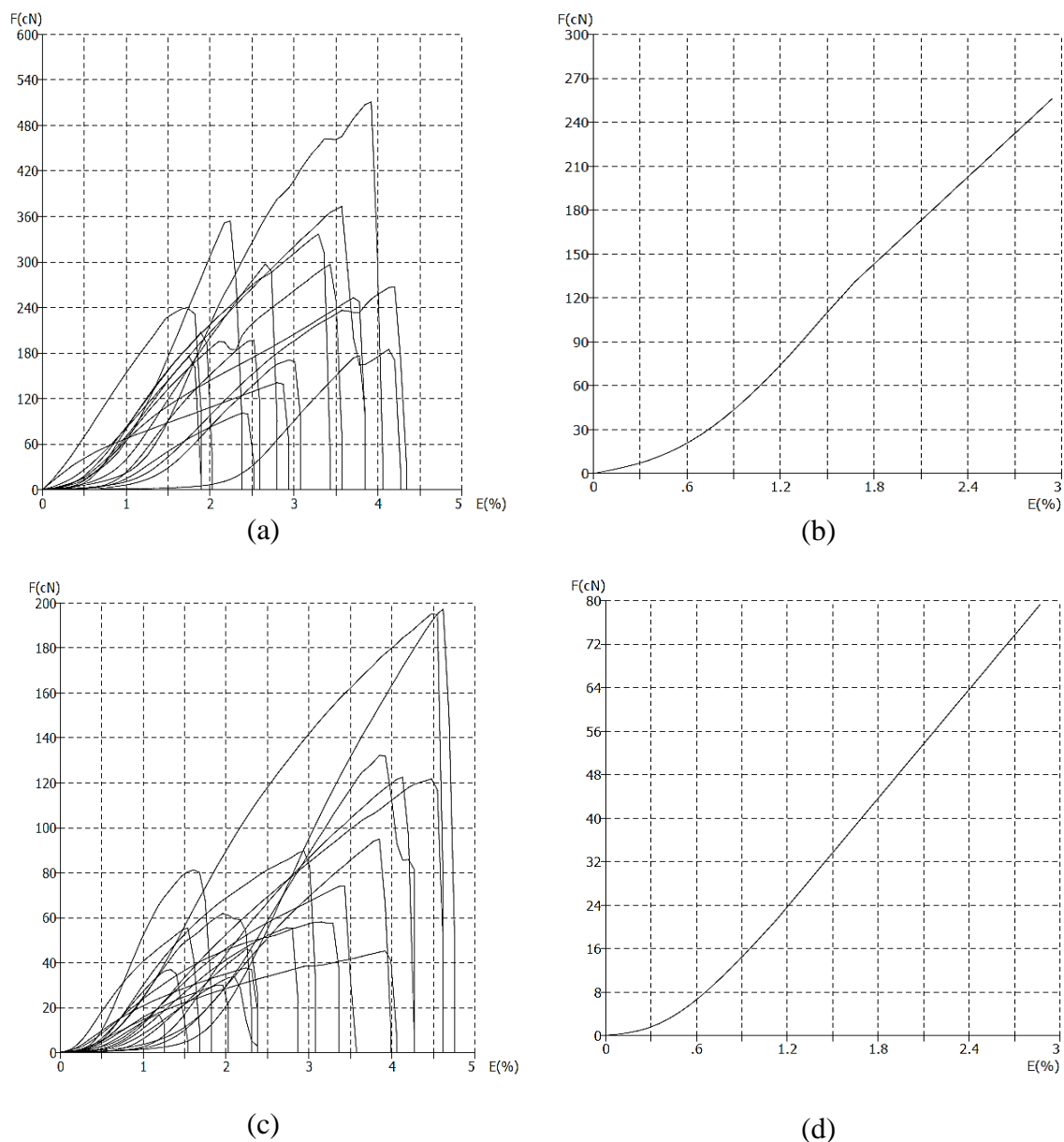


Figure 2. 9 Courbe de force en fonction de l'élongation obtenue de l'essai de traction sur les fibres extraites de l'alfa (a et b) extraction avec 2,5 N et (c et d) avec 3 N de NaOH ; (a et c) représentent la moyenne des fibres testées.

## 2.4.2 Alfa naturelle

### 2.4.2.1 Aspects structurels

Les sections transversales des feuilles ont été observées à l'aide du MEB avant et après la biodégradation (fig.2.10). Dans un premier temps, les feuilles ont une section transversale circulaire près de  $\sim 1,2-1,5$  mm. Certaines caractéristiques des feuilles sont clairement

apparues sur les sections transversales telles que une cuticule externe, des fibres de sclérenchyme (simplement appelés les «fibres» dans ce travail), le parenchyme et les faisceaux vasculaires creux (fig.2.10) (Hanana et al. 2015, Mabrouk et al. 2012). Cette morphologie est censée protéger les faisceaux vasculaires dans le cadre d'une adaptation aux climats arides (Ramírez et al. 2008). Les feuilles sont en fait en forme de C : leur observation révèle un trou central et un épiderme ventral pubescent couvert de trichomes (Figure 2.10a et figure 2.10b) (Bessadok et al. 2007, Hanana et al. 2015, Mabrouk et al. 2012). Ces trichomes riches en silice ont généralement un rôle physiologique et ils pourraient aider la plante dans sa gestion de l'eau (transpiration, récolte de l'eau). Les fibres ont un diamètre dans la plage de 7-13  $\mu\text{m}$  (figure 2.10b), conformément aux résultats trouvés par d'autres auteurs (Mabrouk et al. 2012, Paiva et al. 2007). Les fibres sont également séparées par une lamelle mitoyenne qui ne peut pas être facilement distinguée sur les micrographies (Hanana et al. 2015, Vallet et al. 1996).

La biodégradation modifie l'apparence des feuilles de manière drastique (figures 2.10 c à f). La biodégradation semble se produire progressivement principalement au niveau du trou intérieur de la feuille des fibres de sclérenchyme. La structure de la cuticule n'a pas changé de manière significative au cours de la biodégradation. Une première caractéristique frappante de la biodégradation est la disparition progressive du tissu parenchyme. La disparition relative rapide du parenchyme peut être comprise comme le résultat de sa bonne accessibilité aux micro-organismes responsables de sa biodégradation. Cette accessibilité est favorisée par sa porosité relativement élevée, mais aussi par la grande taille de pores. Une deuxième caractéristique de la biodégradation réside dans la disparition progressive des fibres (figure 2.10f). Cette disparition contraste fortement avec la présence de la lamelle mitoyenne qui reste relativement non affectée pendant tout le processus de biodégradation. Il est bien connu que les fibres des parois secondaires sont riches en cellulose, ce qui leur assure une bonne

résistance à la rupture et une rigidité remarquable. En revanche, la lamelle mitoyenne et la paroi cellulaire primaire sont plus riches en lignine (Akchiche et al. 2007, Hanana et al. 2015). Puisque la lignine présente une résistance à la biodégradation, ces résultats montrent que la lamelle mitoyenne et les parois des cellules primaires sont protégées contre la biodégradation en raison de leur teneur en lignine plus élevée (Akchiche et al. 2007, Pérez et al. 2002, Preston. 1974). On peut donc en déduire que le contenu chimique de la paroi cellulaire de la fibre et de la lamelle mitoyenne joue un rôle dans leur cinétique de biodégradation respective.

Les surfaces de rupture des fibres avant et après biodégradation fournissent également des informations essentielles pour la compréhension de ce travail (Figure 2.11). Il y a une transition claire dans le mode de rupture après biodégradation. Dans un premier temps, la rupture des feuilles s'est faite avec des fissures se propageant longitudinalement (contrôle visuel), tandis que la rupture des feuilles les plus biodégradées s'est faite dans la direction transversale à leur axe longitudinal. En conséquence, les surfaces de rupture des feuilles non biodégradées mettent en évidence des fragments de feuille protubérants, tandis que celles des feuilles plus dégradées montrent les sections transversales entières (figure 2.11). Cela signifie que le mode de rupture est distinct dans les deux matériaux. Dans l'alfa brute, la délamination a eu lieu entre les fibres et les fissures se propagent clairement à travers la lamelle mitoyenne (le long de la surface de la fibre) jusqu'à ce qu'elles trouvent un nœud (au sens mécanique) faible pour se propager dans la direction transversale (Figure 2.11a). Au contraire, la disparition progressive des fibres lors de la biodégradation induit un manque de cohésion structurelle le long de l'axe principal de la feuille ; la structure biodégradée n'est donc pas en mesure de contenir les fissures dans la direction longitudinale, ce qui explique pourquoi les fissures se propagent selon le chemin le plus énergétiquement favorable à travers la section transversale (Figure 2.11e).



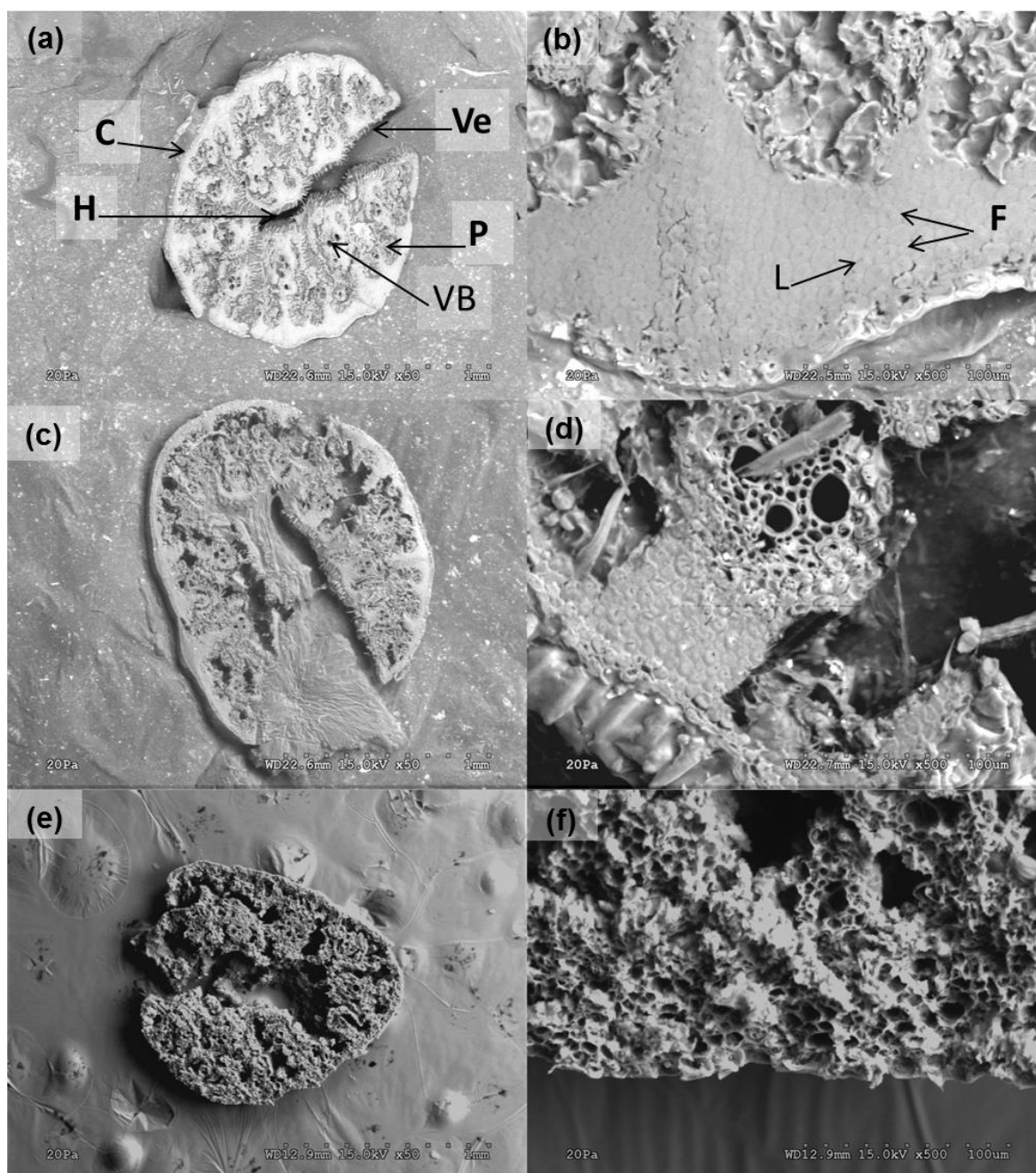


Figure 2. 10 Coupes transversales des feuilles d'alfa à deux grossissements différents (x50, à gauche, et x500, droite) avant la biodégradation (a et b), après 15 jours (c et d) et au bout de 60 jours (e et f).

(C: cuticule; H: (hole) trou central; P: (parenchyma) parenchyme; VB: (vascular bundle) faisceau vasculaire; Ve: (ventral epidermis) épiderme ventral; F: (sclerenchyma fibre) fibre de sclérenchyme; L: (lumen) lumen).

Un parallèle évident peut être fait entre ces matériaux et des composites à matrice organique synthétique. En effet, la propagation d'une fissure transversale dans la feuille biodégradée est analogue à celle des polymères fragiles. En revanche, la déflexion de la fissure le long de l'interface fibre-matrice, la délamination et l'arrachement de la fibre sont couramment

observés dans des composites renforcés par des fibres, et ce comportement est comparable à celui de la feuille non biodégradée. Cette analogie souligne le rôle joué par le renforcement des fibres durant la rupture des feuilles sous des contraintes de traction uniaxiales.

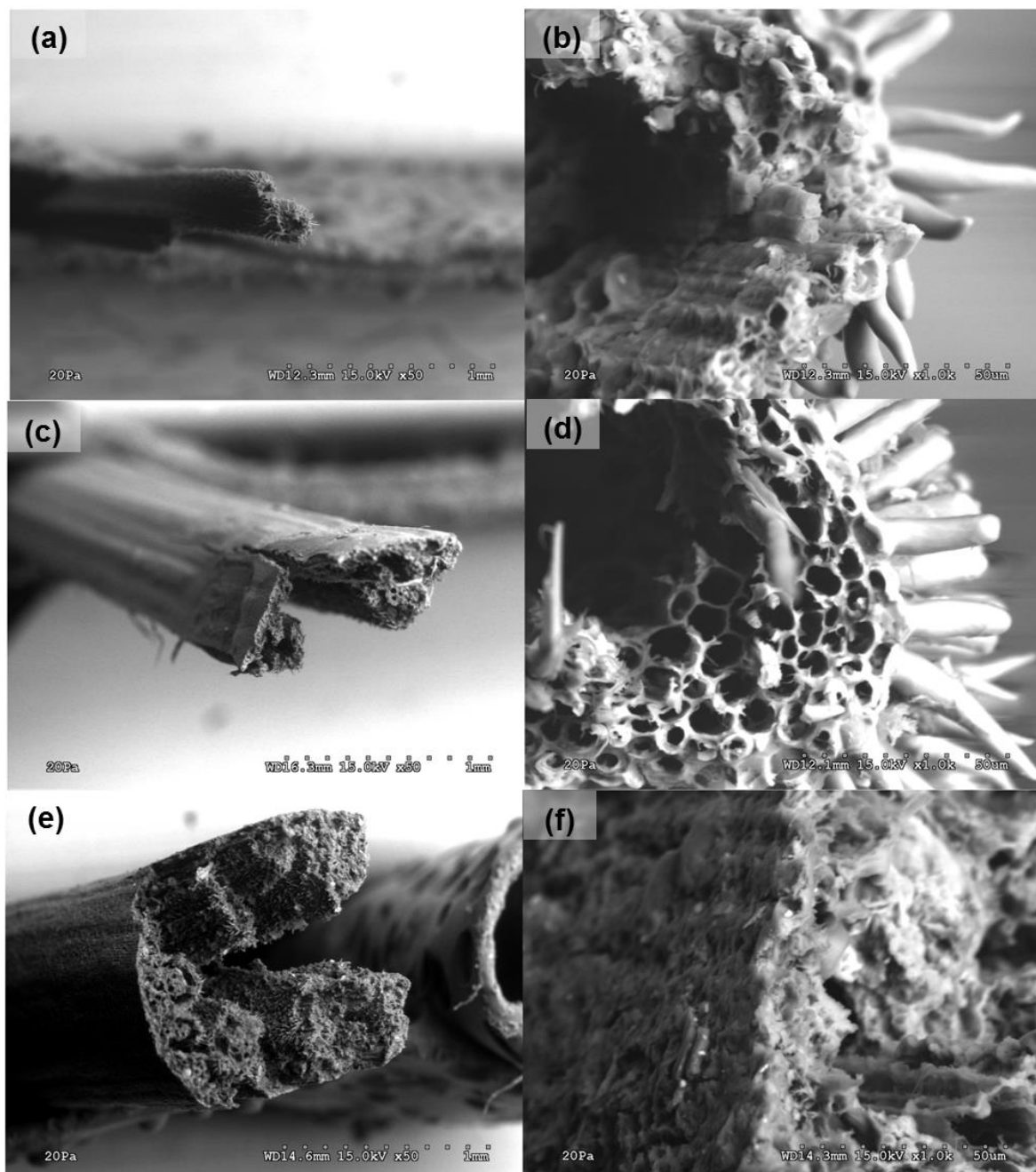


Figure 2. 11 Surfaces de rupture des feuilles d'alfa à deux grossissements différents (x50, à gauche, et x1.0k, droite) avant biodégradation (a et b), après 15 jours (c et d) et au bout de 60 jours (e et f).

### 2.4.2.2 Perte de poids

Les feuilles ont perdu du poids durant la période d'enfouissement dans le compost (tableau 2.3). Le taux de décomposition est constant dès que les feuilles ont perdu en moyenne 1/3 de leur poids initial après 30 jours et 2/3 de leur poids au bout de 60 jours (fig.2.12). En extrapolant ces données, la biodégradation aurait été achevée au bout d'une période de 3 mois.

Tableau 2. 3 Valeurs moyennes et écart-type de la perte de poids des feuilles d'alfa en fonction du temps d'enfouissement

Temps d'enfouissement dans le sol (jours)	15	30	45	60
Perte de poids (%)	16,9 ± 9,4	32,3 ± 3,4	44,8 ± 3,4	66,8 ± 11,4

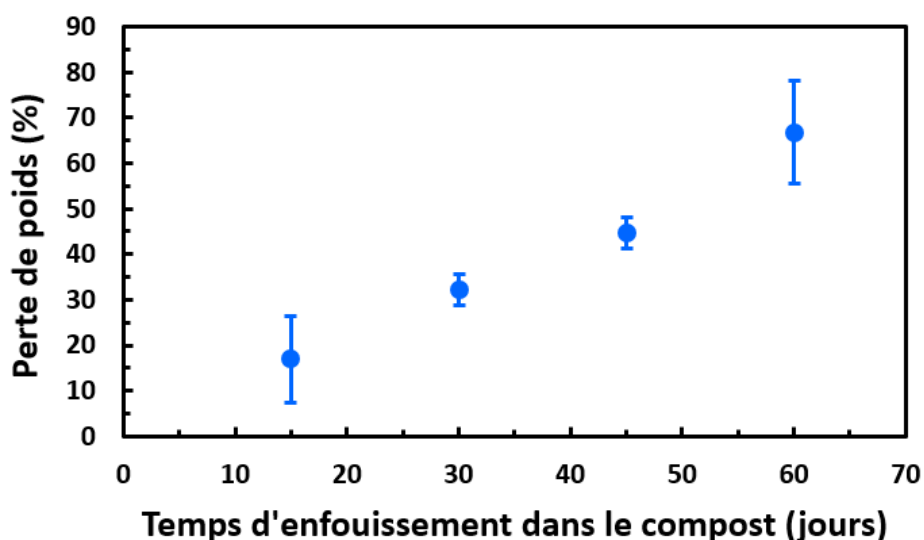


Figure 2. 12 Perte de poids des feuilles d'alfa *en fonction du* temps d'enfouissement dans le sol compost

### 2.4.2.3 Propriétés mécaniques

La figure 2.13 présente un exemple de courbe contrainte-déformation d'un essai de traction sur une feuille d'alfa intacte. On remarque l'apparition de petites boucles d'hystérésis

révélatrices d'une dissipation d'énergie lors des cycles charge-décharge. Par ailleurs, on remarque aussi l'accumulation de déformation plastique résiduelle avec le nombre de cycles, un comportement qui ne serait pas observé pour une structure purement élastique. Par ailleurs, on remarque l'accumulation de la déformation plastique avec le nombre de cycles. A partir de ce type de courbe, on déduit pour chaque cycle les modules élastiques des phases de chargement et déchargement en se basant sur les parties linéaires de chaque phase. Notons que les boucles sont quasi parallèles, ce qui signifie très peu de perte de rigidité des feuilles avec le nombre de cycle.

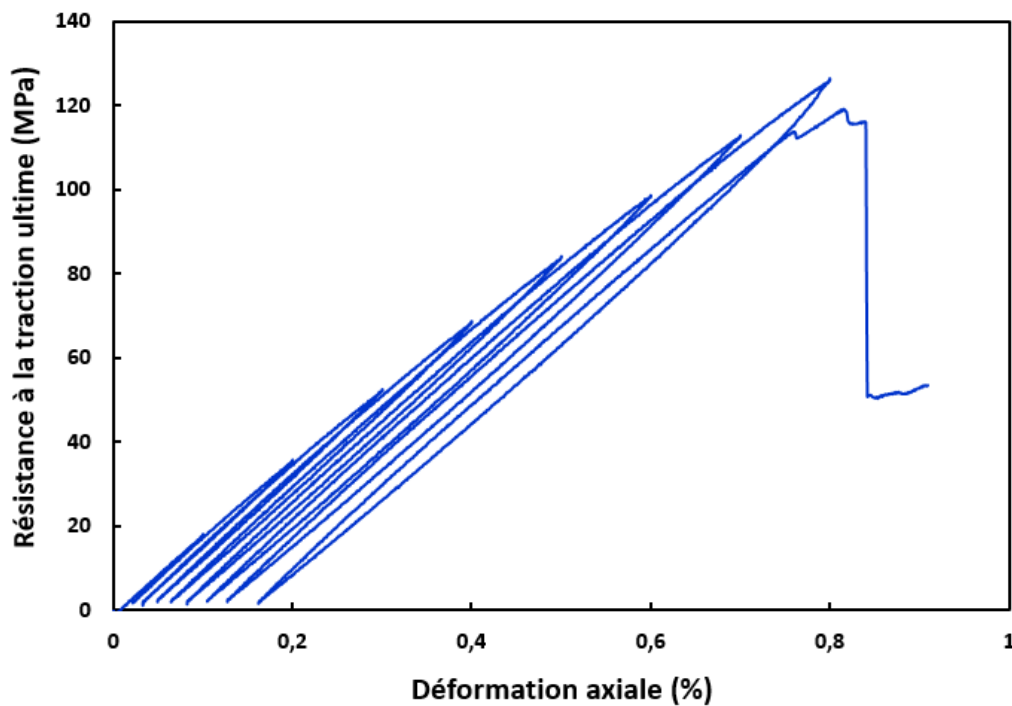


Figure 2. 13 Courbe typique de contrainte-déformation sur une feuille d'alfa intacte

La figure 2.14 montre la variation du module d'élasticité en fonction du nombre de cycles et du temps d'enfouissement. Lorsque l'écart type est pris en compte, les modules de chargement et de déchargement restent quasiment constants pendant un temps d'enfouissement donné, indépendamment du nombre de cycles (figures 2.14 a et b), et en dépit d'une légère perte de rigidité moyenne après plusieurs cycles de chargement répété. Cependant, le module décroît

avec une augmentation de la durée d'enfouissement (figures 2.14 c et d). Le module initial est de l'ordre de 8 à 9 GPa pour les feuilles intactes ; ces valeurs décroissent fortement entre 15 et 30 jours d'enfouissement à  $\sim 4$  GPa avant de se stabiliser légèrement au-dessus de 2 GPa après 45 jours. Au-delà de cette durée, les valeurs tendent vers un plateau. Le module de déchargement (figure 2.14b) présente le même comportement. Une caractéristique importante est la fatigue due à la biodégradation des feuilles en tant que matériau. Cette fatigue est bien illustrée par la diminution du module lors des cycles de chargement subis par les feuilles avant la rupture (figure 2.14 et tableau 2.4).

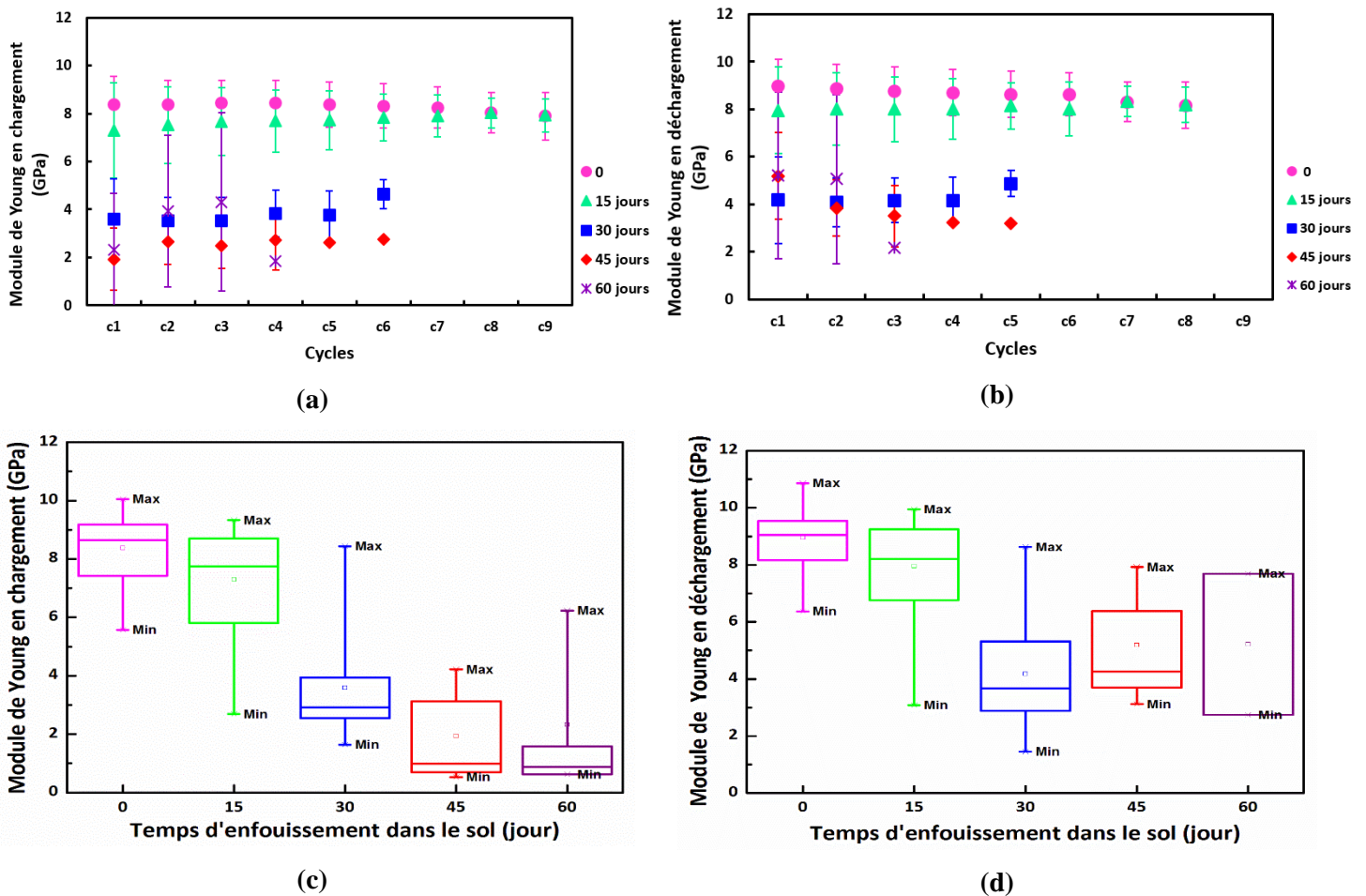


Figure 2. 14 Module d'Young des feuilles d'alfa dans les essais de traction de chargement-déchargement cyclique en fonction du nombre de cycles (a et b) et en fonction du temps d'enfouissement (box plots) pour les données extraites du premier cycle de chargement (c) et de déchargement (d).

La résistance à la traction a été également déterminée en fonction de la durée d'enfouissement (figure 2.15 et 2.18). La variation de résistance suit la même logique que celle des modules. En effet, la résistance moyenne des feuilles initiales reste quasiment constante de l'ordre de 50 MPa au cours des deux premières semaines d'enfouissement. Sa valeur diminue ensuite brutalement à environ 10 MPa après 30 jours et continue à diminuer lentement jusqu'à quelques MPa après 60 jours d'enfouissement. La valeur initiale de la résistance à la traction est relativement proche de celle des faisceaux de fibres rapportée par (Hanana et al. 2015).

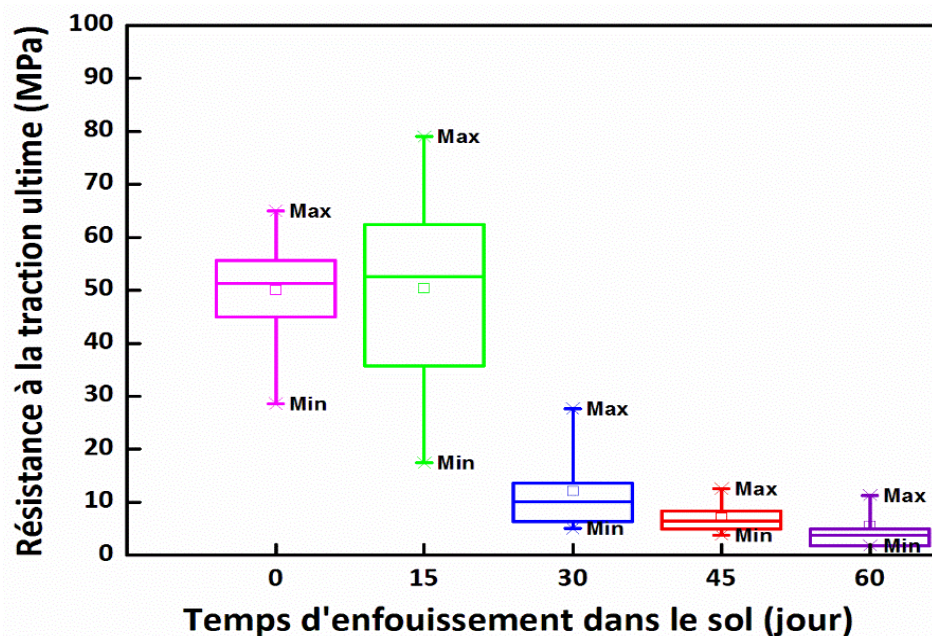


Figure 2. 15 Box plots de la résistance à la traction ultime des feuilles alfa en fonction du temps d'enfouissement

Il est également intéressant d'analyser la déformation plastique après chaque cycle puisque ces déformations permanentes peuvent refléter la plasticité réelle de la structure ou l'accumulation des ruptures localisées (Scholey et al. 2010, Tjahjanto et al. 2015). Dans ce cas, il est important de noter que le premier cycle produit généralement une déformation plastique plus grande que le second cycle (figure 2.16a), un phénomène qui a été interprété dans la littérature de la fibre par la propension des fibres naturelles à subir une déformation

microstructurale permanente en petites déformations (Keckes et al. 2003, Preston, 1974). Il a également été observé, y compris à partir du deuxième cycle, que la déformation permanente augmente. Cette augmentation est probablement attribuée à certains endommagements dans la microstructure des feuilles. Il est également important de noter que, dans les 30 premiers jours de biodégradation, la déformation permanente du premier cycle augmente dans une large mesure (figure 2.16b). Ce phénomène peut certainement être attribué à une dégradation de la feuille et à une fragilisation des fibres de renfort en particulier. Le comportement résiduel de cette déformation permanente au cours du deuxième mois de biodégradation pourrait indiquer une dégradation spécifique des composants renforts dans l'axe de la feuille pendant le premier mois de la biodégradation.

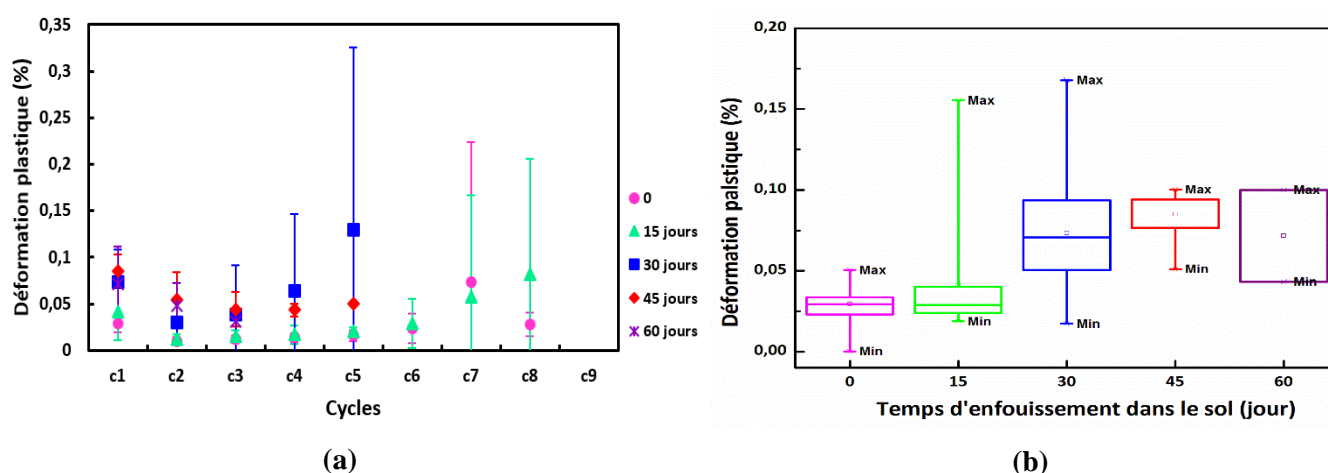


Figure 2. 16 (a) Déformation plastique des feuilles d'alfa en fonction du temps de compostage et cycle de chargement et (b) Box plots de la déformation plastique à la fin du premier cycle de chargement en fonction du temps de compostage

L'amortissement mécanique, ou de dissipation d'énergie, a été estimé à partir des boucles d'hystérésis des différents cycles de chargement-déchargement, comme illustré sur la figure 2.13. Cette énergie est «perdue» et son origine est un écoulement plastique ou visqueux. L'amortissement augmente généralement avec le nombre de cycles pendant toute la période de biodégradation (Figure 2.17a). En outre, lorsque le temps d'enfouissement augmente, l'énergie

dissipée diminue, ce qui pourrait être considéré comme un effet collatéral de la perte de rigidité. Considérant que la perte de rigidité est substantielle chaque fois que le temps de biodégradation augmente, les dissipations d'énergie relativement comparables observées au cours du premier mois, devrait être appréhendées comme le résultat de la déformation plastique accrue. Encore une fois, ce résultat souligne la baisse de cohésion des feuilles d'alfa.

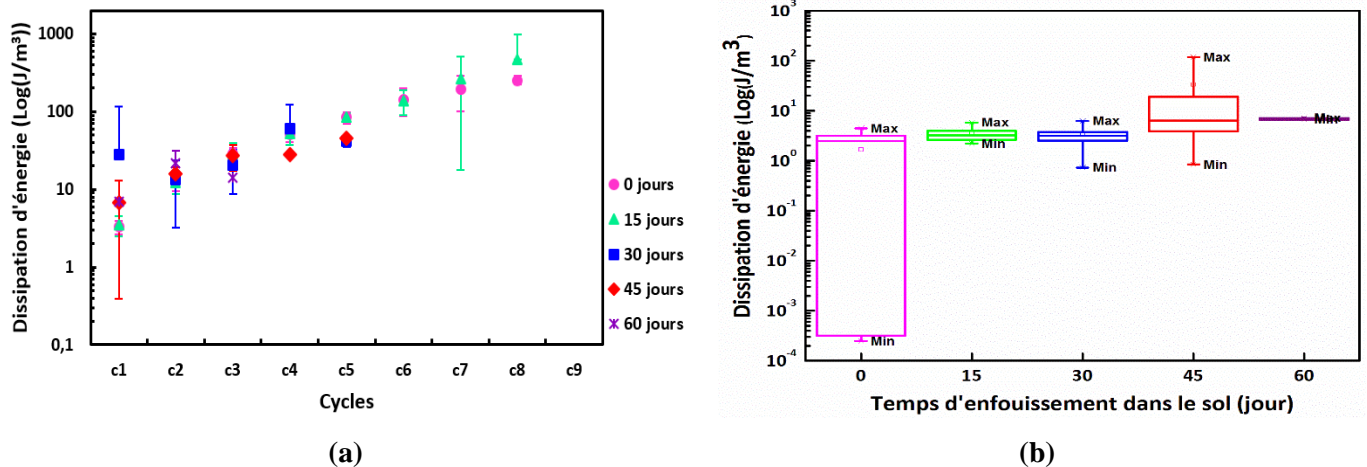


Figure 2. 17 (a) Dissipation d'énergie des feuilles d'alfa en fonction du temps de compostage et cycles de chargement et (b) box plot de l'énergie dissipée par le premier cycle de chargement en fonction du temps de compostage

Tableau 2. 4 Résistance à la traction ultime des feuilles d'alfa intactes et biodégradées

Temps d'enfouissement dans le sol (jours)	0	15	30	45	60
Nombre maximum de cycles	9	9	6	6	4
Nombre des feuilles	20/20	24/25	15/25	10/25	4/25
Résistance à la traction ultime (MPa)	50,3 ± 8,3	50,4 ± 17,9	12,1 ± 7	7 ± 2,7	5,5 ± 4,1



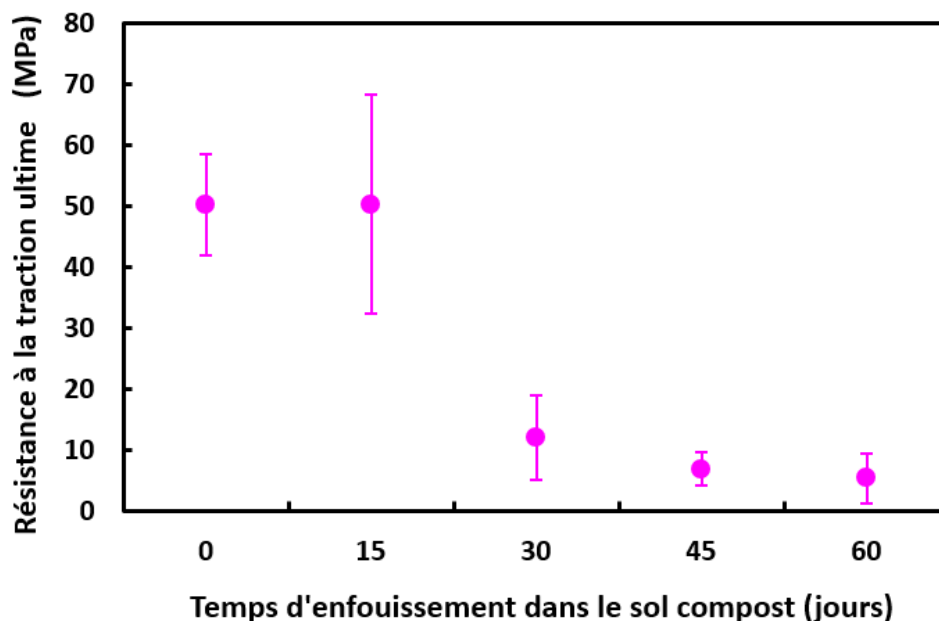


Figure 2. 18 Résistance à la traction ultime des feuilles d'alfa vs le temps d'enfouissement dans le sol compost

#### 2.4.2.4 Analyse DRX : Quantité relative de cellulose cristalline et amincissement anisotrope de cristallite

Il est bien connu que la cellulose est le composant principal de renfort des plantes, conférant à la paroi cellulaire une rigidité et une résistance à la traction importantes (Burgert et al. 2006, Fratzl. 2003, Preston. 1974). Il est donc intéressant d'effectuer une mesure de diffraction des rayons X pour estimer la quantité de cellulose cristalline native dans le matériau. Les pertes de performances mécaniques de la feuille doivent être liées à la biodégradation de la cellulose. Les diffractogrammes de rayons X sont montrés sur la Figure 2.19. Un pic d'environ  $29.4^\circ$  pourrait être attribué à (104) la réflexion de la calcite, un carbonate de calcium allomorphe qui peut être trouvé dans le sol du compost (Hu et al. 2011). Cette intensité de ce pic augmente tout au long du protocole de biodégradation, ce qui suggère que le carbonate de calcium pénètre dans les fibres au cours de l'essai. Néanmoins, ce pic avait une intensité faible et il a été ignoré.

Comme prévu, le signal comprend des pics caractéristiques de la cellulose  $I_\beta$ . En particulier, les pics (1 1 0), (110), (200) et (004) situés respectivement à proximité de  $15^\circ$ ,  $16,4^\circ$ ,  $22,5^\circ$

et  $35^\circ$  sont clairement visibles (figure 2.19) (French et al. 2012, Gjønnnes et al. 1958, Isoga. 1989). On peut remarquer le fort chevauchement entre les pics (1 1 0) et (110) de la cellulose (figures 2.19 et 2.20). Ce phénomène peut en fait facilement être décrit en utilisant le modèle actuel d'élargissement de la taille anisotrope lorsqu'une section transversale en losange ( $n = 2$ ) est utilisée à la place d'un modèle carré ( $n \ll 1$ ). On observe que la correction Mars-Dollase est plus forte sur les fibres alfa initiales que sur celles biodégradées (tableau 2.5). La variation de ce coefficient était bien en accord avec les matériaux observés ; les feuilles brutes d'alfa sont restées relativement fibreuses pendant le broyage alors que les feuilles biodégradées étaient plus fragiles et ont formé une poudre plus homogène. Le matériau fibreux est donc plus susceptible de présenter une orientation préférentielle dans le porte-échantillon, comme reflété par une plus grande correction Mars-Dollase. L'effet de la biodégradation sur la cellulose cristalline a plusieurs aspects intéressants. Tout d'abord, on peut remarquer que la teneur globale en cellulose cristalline diminue depuis le début de la procédure de biodégradation (les deux premières semaines) jusqu'à la fin du protocole (tableau 2.5). La biodégradation de la cellulose cristalline a également été très rapide à la fin de l'essai, entre 45 et 60 jours. Un autre effet intrigant de la biodégradation est la disparition rapide des pics (1 1 0) et (110) par rapport au pic principal (200) (figure 2.19). Le modèle super-ellipse proposé est utile du fait qu'une section moyenne peut être déduite de ce changement de signal. Alors que les cristallites de cellulose initiales ont une section transversale en losange (telle que déterminée à partir de la procédure d'ajustement) avec  $n = 2$  (Figure 2.20), les cristallites ont tendance à s'aplatir et deviennent plus mince tant que la biodégradation progresse. Au départ, les cristallites ont environ 28 à 34 Å de diamètre. Après la plus longue durée de biodégradation, le diamètre des cristallites décroît jusqu'à 4,2 Å dans la direction parallèle au plan de la feuille et perpendiculaire à l'axe de la chaîne. Ces valeurs de distances sont compatibles avec celles trouvées pour un empilement de chaînes polymères

parallèles (tableau 2.5). Leur épaisseur dans la direction perpendiculaire au plan (200) est beaucoup plus grande, environ 28 Å. Cette valeur est légèrement plus grande que les valeurs après un autre temps de biodégradation, peut-être en raison de l'élimination des cristallites plus minces. Il a été montré dans la littérature que l'hydrolyse enzymatique de la cellulose, qui est l'un des mécanismes susceptibles d'avoir lieu pendant la biodégradation, produisait des nanofibrilles minces en hydrolysant les chaînes glucanes préférentiellement de l'extérieur vers l'intérieur de la cristallite (Cheng et al. 2015, Ding et al. 2012, Liu et al. 2011, Penttilä et al. 2013, Santa-Maria et al. 2010). En particulier, il a été montré à l'aide de la microscopie à force atomique, de la spectroscopie infrarouge et de la diffraction des rayons X pour les deux celluloses  $I_\alpha$  et  $I_\beta$  que les faces de cellulose  $\{1\ 1\ 0\}$  et  $\{110\}$  sont plus sujettes à l'hydrolyse que la face  $\{200\}$  (Cheng et al. 2015, Liu et al. 2011, Penttilä et al. 2013). Dans le cas de la paroi cellulaire de la plante, la plus grande sensibilité de ces deux faces peut être expliquée par la présence de xylane étroitement lié à la face  $\{200\}$  externe, agissant comme un inhibiteur de la cellulase (Penttilä et al. 2013). Cet amincissement anisotrope de cristallite est clairement mis en évidence dans le présent travail au cours du compostage aussi. Ce résultat est également compatible avec les diffractogrammes de cellulose "nano-bandes" obtenus par pelage de surface induit par oxydation sélective de nano-cristaux ou nano-fibres de cellulose (Conley et al. 2016, Su et al. 2015).

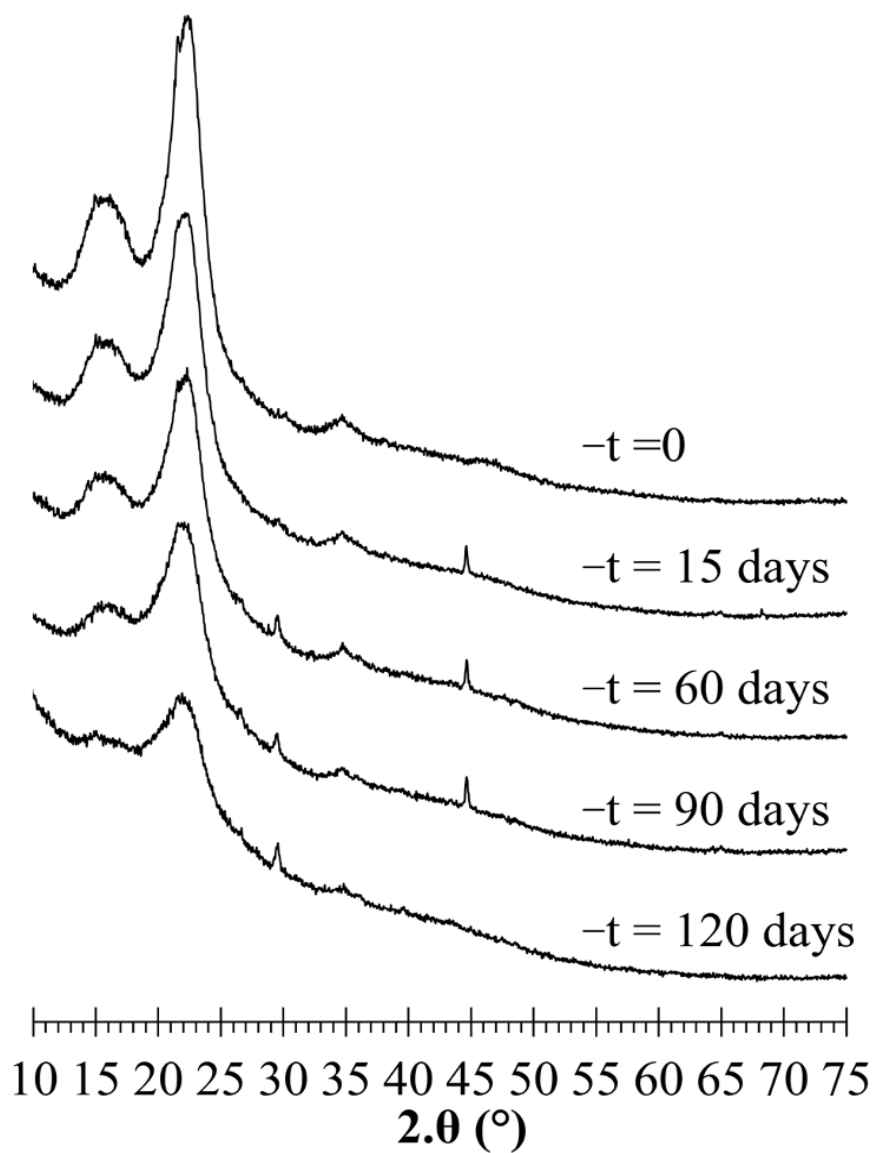


Figure 2. 19 Diffractogrammes de rayons X des feuilles d'alfa soigneusement nettoyées et séchées à différentes étapes de l'essai de biodégradation.

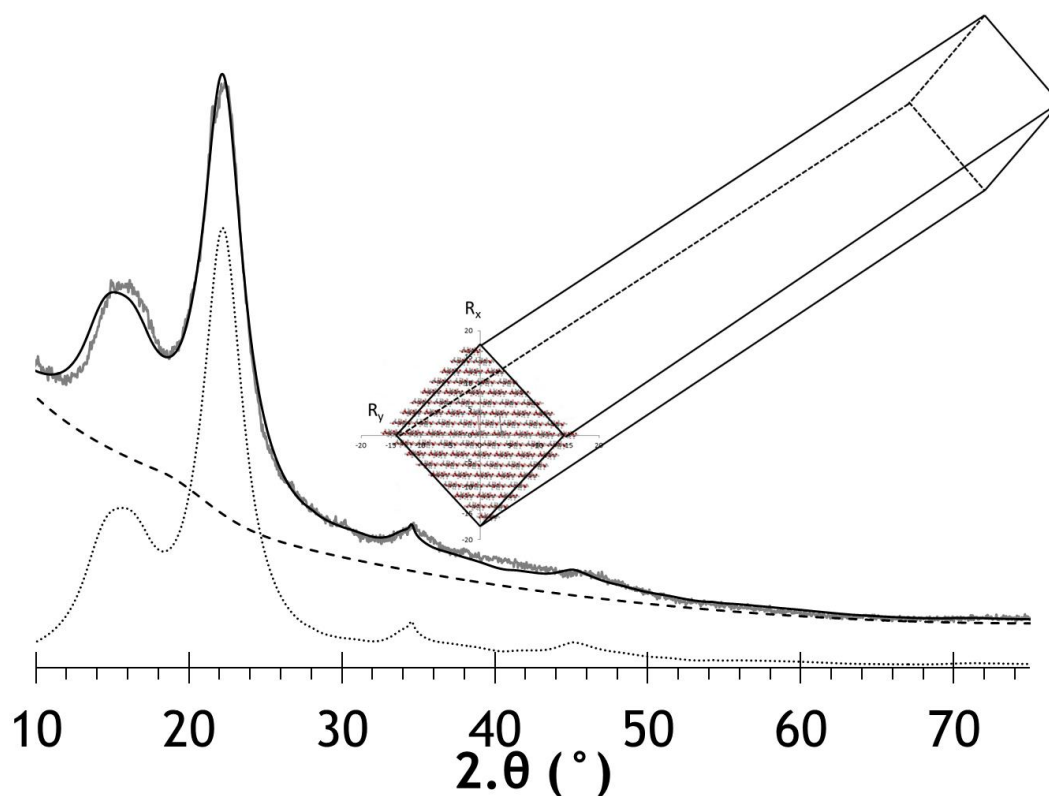


Figure 2. 20 Diffractogrammes de rayons X modélisé des fibres d'alfa avant biodegradation: mesure (ligne grise continue), modèle (ligne noire continue), fond amorphe modélisé (ligne tiret) et contribution de cristalline modélisée (ligne pointillée). Le tube montre un schéma de cristallite avec une section transversale en super-ellipse ( $n = 2$ ).

Tableau 2. 5 Paramètres d'ajustement obtenus à partir des diffractogrammes modélisés avant et après biodégradation.

Temps de biodégradation (jours)	0	15	30	45	60
a paramètre de maille (Å)	8.05	8.08	8.06	8.11	8.10
Résistance de March-Dollase	1.63	1.20	1.14	1.20	1.04
Rx (Å)	14.1	12.3	12	10.8	14.2
Ry (Å)	17.4	8.7	7.3	5	2.1
angularité de l'ellipsoïde	1.99	1.32	1.38	1.32	1.36
Cristallinité (%)	33%	30%	26%	24%	16%
Longueur (Å)	199	30	49	44	43
Coefficient de corrélation	0.9987	0.9988	0.9987	0.9988	0.9991

## 2.5 Conclusion

Ce chapitre a été consacré à la compréhension du comportement morphologique et mécanique de l'alfa naturelle et extraite et de sa durabilité.

Dans un premier temps, nous avons étudié l'effet du processus d'extraction (chimique et mécanique) sur les propriétés mécaniques. En effet, nous avons trouvé que les fibres extraites avec la concentration la plus faible de NaOH sont rigides et résistantes. En revanche, nous pouvons avoir des fibres unitaires isolées et beaucoup plus homogènes de meilleure qualité que celles que nous avons obtenues par séparation mécanique avant tout traitement chimique en utilisant une machine de peignage (carding machine).

Le comportement mécanique des feuilles naturelles d'alfa sous contraintes uniaxiales avant et après différents niveaux de biodégradation a été aussi étudié dans ce chapitre. Les fibres ont clairement perdu du poids pendant la biodégradation, ce qui indique que certains de leurs constituants ont été éliminés par oxydation et par action hydrolytique des micro-organismes dans le compost.

D'après les résultats obtenus, nous pouvons déduire que les composants non celluloses (hémicelluloses, lignine) sont moins sujets à la biodégradation que la cellulose. Puisque la cellulose est considérée comme étant la principale composante de renfort de la paroi cellulaire de la plante, la disparition relativement rapide des fibres a comme conséquence une baisse de la résistance de la feuille, de sa rigidité et de sa capacité à résister à des cycles de chargement répétés. Lorsque la biodégradation commence à induire des micro-défauts dans la structure des feuilles, les déformations plastiques deviennent plus importantes lorsque le temps de biodégradation augmente. Finalement, le mode de rupture mécanique des feuilles change progressivement d'un mode de propagation / délaminage de la fissure longitudinale à un mode

de propagation d'une fissure transversale plus fragile, ce qui crée des surfaces de rupture révélant des sections transversales.

En effet, nous pouvons constater que les composants non cellulosiques sont plus résistants à la biodégradation que la cellulose pure, celle-ci pouvant bien être protégée par les autres constituants de la plante. Le test de compostage a été réalisé dans des conditions relativement sévères (température, humidité, présence de fumier de cheval riche en azote). Cependant, il faut garder à l'esprit que la cinétique de biodégradation réelle des feuilles alfa serait différente si ces feuilles avaient été enfouies dans un vrai sol ou si elles avaient simplement été laissées sur le sol, à l'interface sol / air.

Par ailleurs, l'utilisation de la feuille naturelle fera l'objet de la suite de nos études, en explorant son utilisation comme un renfort dans le sol. Pour cela, la caractérisation de l'interface entre ces feuilles naturelles et le sol sera le but du chapitre suivant.

# Chapitre 3

## Etude du comportement des interfaces sol - alfa

### 3.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la caractérisation de la zone « d'interface » entre un sol et les fibres d'alfa à l'aide d'essais de cisaillement direct à la boîte de Casagrande. Nous avons choisi un sol pulvérulent sec pour cette étude afin de s'affranchir des problèmes de drainage non maîtrisés dans le cas de la boîte de cisaillement, et aussi afin de pouvoir assurer la reconstitution du matériau à tester d'une manière reproductible.

Deux types de fibres d'alfa ont été testés :

- des feuilles naturelles d'alfa (sans extraction mécanique ou chimique),
- des fibres extraites mécaniquement à partir des feuilles naturelles et tissées (cordes).

Par ailleurs différentes orientations des fibres par rapport à la direction de cisaillement ont été analysées.



## 3.2 Matériaux

### 3.2.1 Sable

Le sable testé dans cette étude est un matériau local, de la région de Tlemcen (Algérie). Il a été utilisé dans la confection des parties supérieures des terrassements (PST) dans le projet de l'autoroute est-ouest en Algérie. Sa courbe granulométrique (norme (NF P 94-056 : 1996)), est présentée sur la figure (3.1), et ses propriétés physiques sont récapitulées dans le tableau 3.1. Son diamètre moyen ( $d_{50}$ ) est de l'ordre de 0,57 mm. Ses coefficients d'uniformité et de courbure sont les suivants :

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}} = 4,38 \quad (3.1)$$

$$C_c = \frac{(d_{30})^2}{(d_{60})(d_{10})} = 1,29 \quad (3.2)$$

Son coefficient de courbure est compris entre 1 et 3 alors que son coefficient d'uniformité est inférieur à 6, ce qui signifie que c'est un sable propre mal gradué.

Par ailleurs, la densité des grains solides déterminée à l'aide de l'essai au pycnomètre suivant la norme (NF P 94-054. 1991) est de 2,86.

La propreté du sable a été évaluée à l'aide de l'essai d'équivalent de sable (ES) selon la norme (NF EN 933-8. 1999). La valeur de ES trouvée est de l'ordre de 92%, donc la sable est très propre avec une absence presque totale de fines argileuses.

Selon la classification LPC-USCS, il s'agit d'un sable silteux (SM) et selon les normes GTR et NF P 11300, c'est un sable B<sub>11</sub> insensible à l'eau.

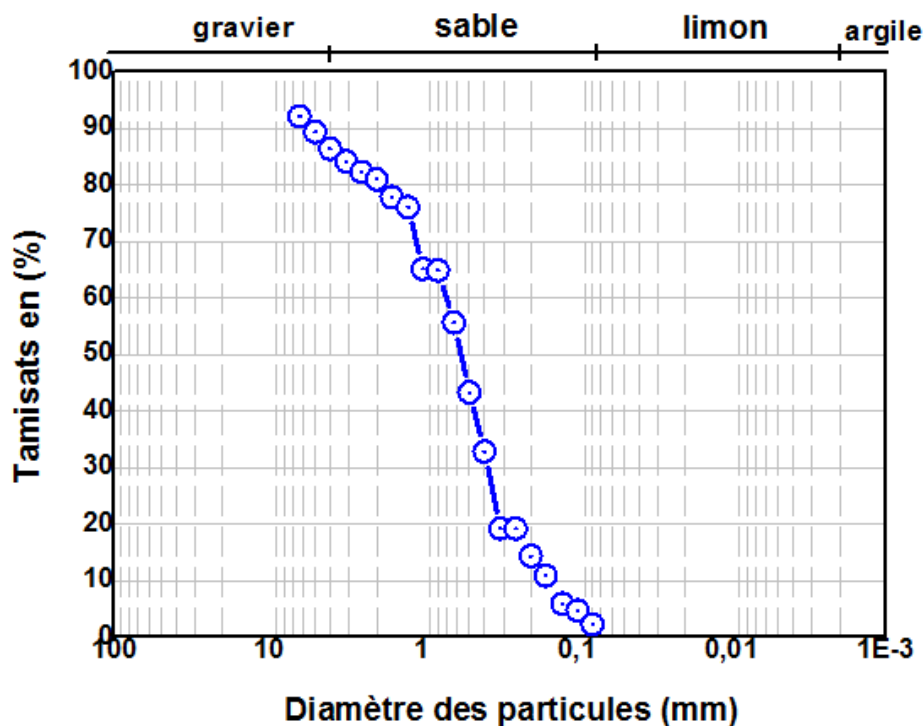


Figure 3.1 Courbe granulométrique du sable

Tableau 3. 1 Propriétés granulométrique du sable

Propriétés	D <sub>10</sub> (mm)	D <sub>30</sub> (mm)	D <sub>50</sub> (mm)	D <sub>60</sub> (mm)	C <sub>c</sub>	C <sub>u</sub>	G <sub>s</sub>	ES (%)
Valeur	0,16	0,38	0,57	0,7	1,29	4,38	2,86	92

### 3.2.2 Alfa

Comme mentionné ci-dessus (§3.1), l'alfa est utilisée de deux façons :

- 1- des fibres extraites mécaniquement des feuilles naturelles et tissées (cordes) (fig.3.2a)
- 2- des feuilles naturelles (sans extraction mécanique ou chimique) (fig.3.2b)



Figure 3.2 Types d'Alfa utilisés : (a) fibres extraites et tissées ; (b) feuilles naturelles

### 3.3 Méthodes de préparation et de mesures

Des essais de cisaillement direct ont été effectués pour étudier, d'une part, le frottement interne du sable selon la norme (NF P 94-071-1. 1994) et d'autre part, l'interaction fibres d'Alfa-sable selon la norme (ISO 12957-1. 2005). Dans le cas du sable seul, celui-ci a été compacté sec à une densité  $d = 1,5$  qui correspond à une densité relative  $Dr = 40\%$ . L'échantillon du sol est placé dans deux demi-boîtes (fig.3.3) qui peuvent coulisser horizontalement l'une sur l'autre. Un dispositif de piston permet l'application d'une force  $N$  sur le sol. L'essai consiste à déplacer l'une des demi-boîtes par rapport à l'autre et à vitesse constante, en appliquant une force  $T$  mesurée à l'aide d'un dynamomètre. Les dimensions intérieures de la boîte de cisaillement utilisée dans notre étude sont de 60 mm de longueur, 60 mm de largeur et 20 mm de hauteur. Les essais se sont déroulés à une vitesse de 0,8 mm/min sous des contraintes normales de 100, 200 et 300 kPa respectivement.

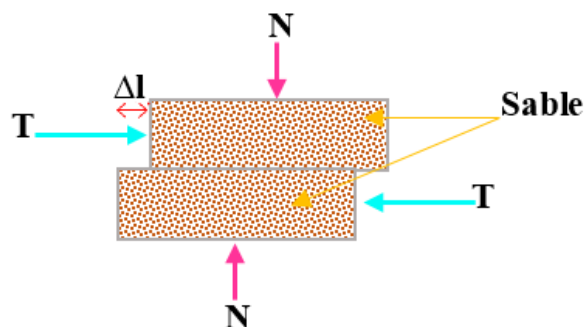


Figure 3.3 Principe de l'essai de cisaillement direct

Dans le cas de l'interface sable-alfa, les échantillons d'alfa ont été préparés à partir des fibres tissées et des feuilles naturelles prédécoupées aux dimensions de la boîte et collés sur une plaque rigide. Celle-ci est placée dans la demi-boîte supérieure affleurant le sable compacté placé dans la boîte inférieure. (fig.3.4).

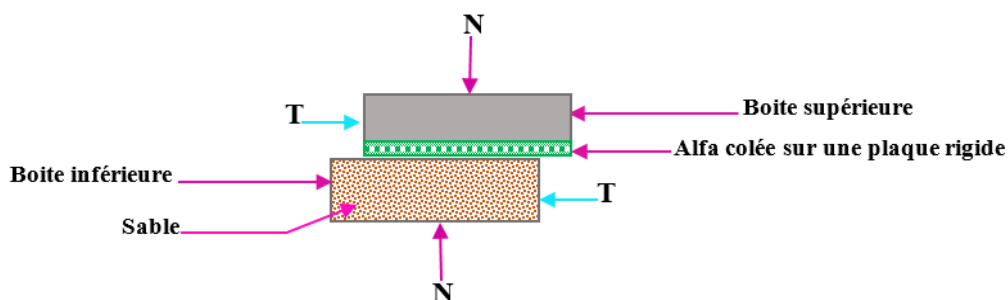


Figure 3.4 Interface alfa-sable en cisaillement

Nous avons décidé d'étudier trois orientations différentes des échantillons d'alfa par rapport au sens de cisaillement :

- Parallèles (fig3.5a)
- Perpendiculaires (fig3.5b)
- Inclonnées à  $45^\circ$  (fig3.5c)

Vue la forme des feuilles d'alfa, ces trois orientations devraient intuitivement correspondre d'une part aux deux cas extrêmes en terme de rugosité (parallèle et perpendiculaire au sens de cisaillement), et d'autre part à un cas intermédiaire (orientées  $45^\circ$ ).

Ces essais étaient aussi effectués avec des contraintes normales identiques à celles appliquées sur le sable seul.

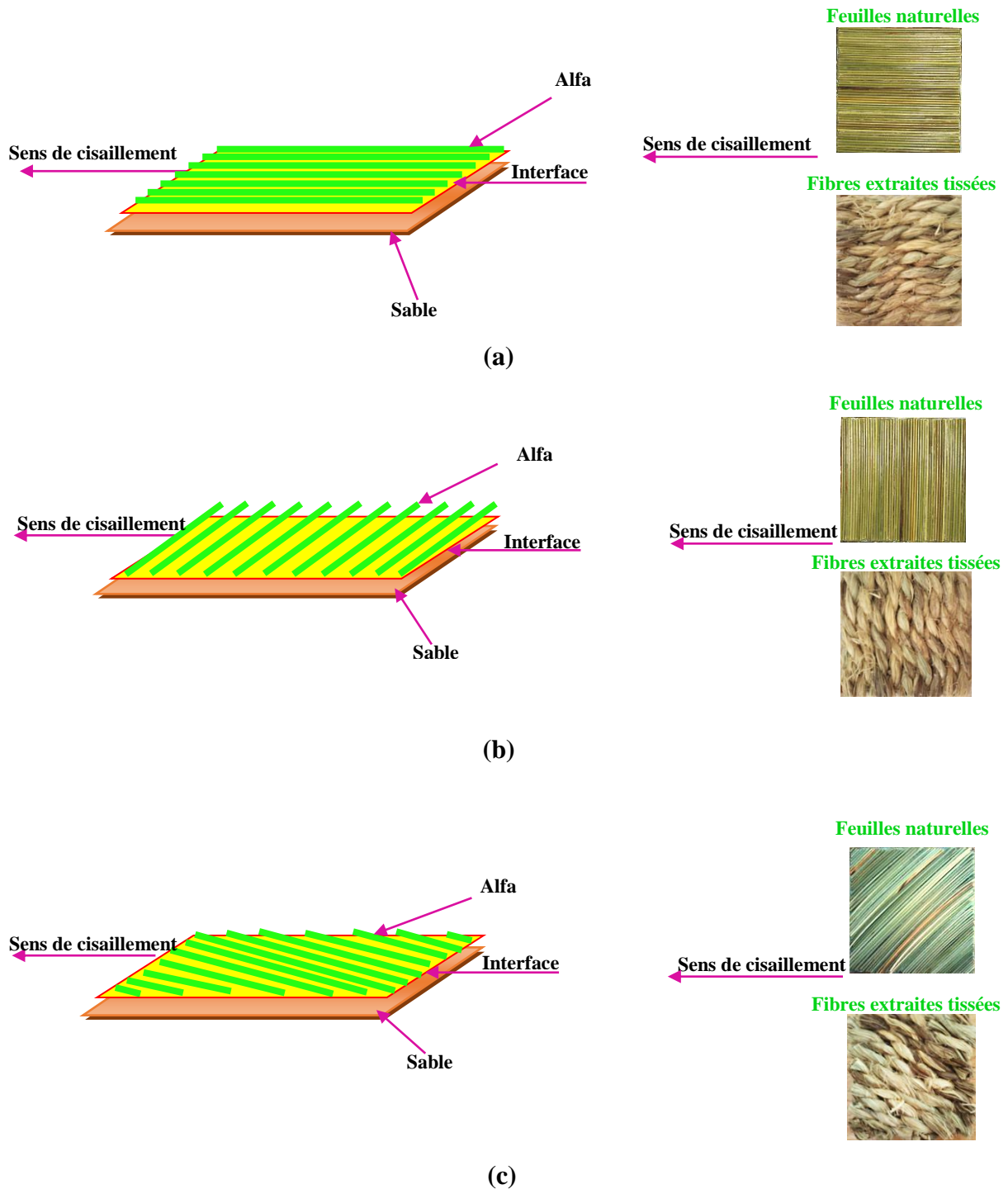


Figure 3.5 Disposition de l'alfa par rapport au sens de cisaillement (a) parallèles, (b) perpendiculaires et (c) orientées à 45°.

### 3.4 Résultats et discussions

#### 3.4.1 Résistance au cisaillement du sable

L'évolution de la résistance au cisaillement du sable en fonction du déplacement horizontal est montrée sur la figure 3.6a.

La contrainte de cisaillement du sable sous les trois contraintes normales appliquées est calculée par la relation suivante :

$$\tau = \frac{T}{A} = \frac{T}{(l-\Delta l)*l} \quad (3.3)$$

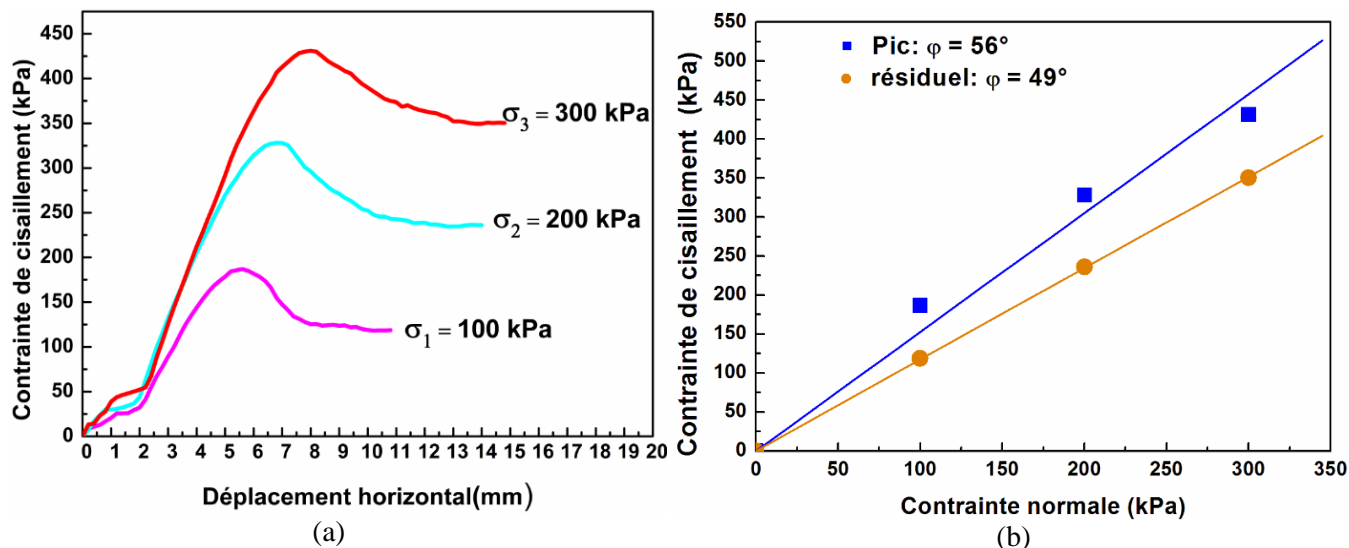


Figure 3.6 (a) Courbe contraintes-déplacements horizontaux, (b) Enveloppe de rupture de Mohr-Coulomb du sable sec

D'après la figure 3.6a, on remarque qu'après stabilisation de la vitesse de cisaillement correspondant ici à 2 mm, la courbe ( $\tau = f(\Delta l)$ ) présente une pente linéaire qui augmente avec la contrainte normale. En outre, la contrainte de cisaillement présente un pic de résistance maximale ( $\tau_{max}$ ), suivi d'une diminution pour tendre ensuite vers un palier horizontal correspondant à la contrainte de cisaillement critique (ou résiduelle). Le déplacement horizontal correspondant au début du palier augmente avec la contrainte normale. Ce

comportement est caractéristique des sables denses. Cette réponse généralement résulte des zones de rupture localisées appelées « *bandes de cisaillement* » (fig3.7) (Budhu. 2010).

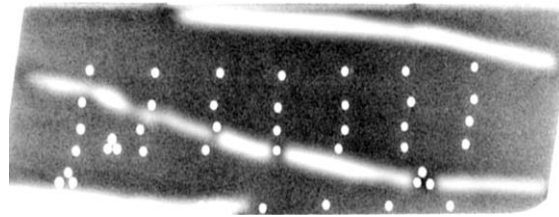


Figure 3.7 Radiographies des bandes de cisaillement dans un sable fin dense (les cercles blancs sont les traces de plomb utilisé pour tracer les déplacements internes, les lignes blanches sont des bandes de cisaillement) (Budhu. 2010)

Ces bandes de cisaillement sont des poches de sol qui se trouvent dans un état de densité critique, où le sol a atteint la résistance au cisaillement résiduelle. Entre les bandes de cisaillement se trouvent des zones de sol plus denses qui se relâchent progressivement lorsque le cisaillement continue. Les paramètres de cisaillement du sable sont déterminés en utilisant la loi de frottement de Coulomb :

$$\tau = \sigma_n \tan(\varphi) \quad (3.4)$$

Avec  $(\varphi)$  : l'angle de frottement interne du sable déterminé en reliant les points finaux des essais comme le montre la figure 3.6b :

$$\tan(\varphi) = \frac{\tau}{\sigma_n} \quad (3.5)$$

Les angles de frottement calculés au pic et au palier sont respectivement de  $56^\circ$  et  $49^\circ$ . Ces valeurs semblent relativement élevées pour le sable, et peuvent être expliquées par la grande angularité de ses grains solides comme le montre la figure 3.8 et par les conditions particulières de l'essai à la boîte de cisaillement.

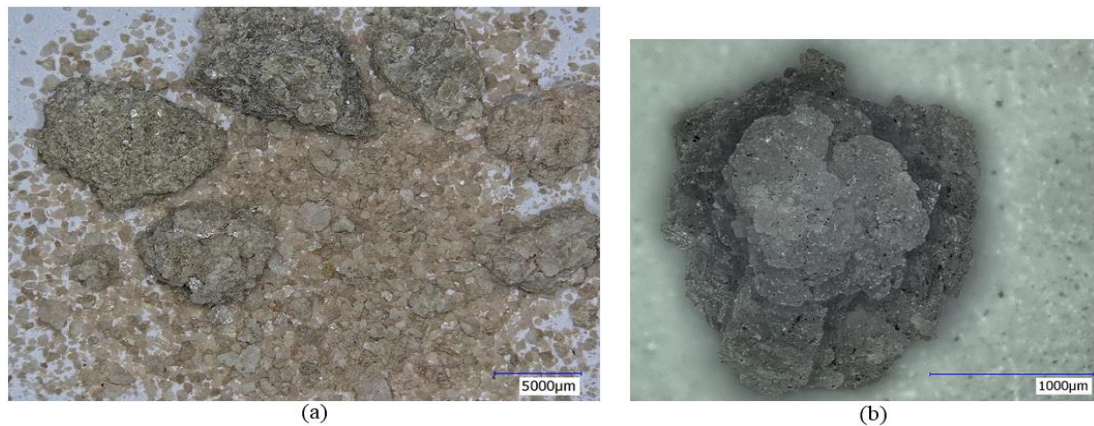


Figure 3.8 Image microscopique du sable : (a) vue large ; (b) petit grain ( $\phi < 2$  mm)

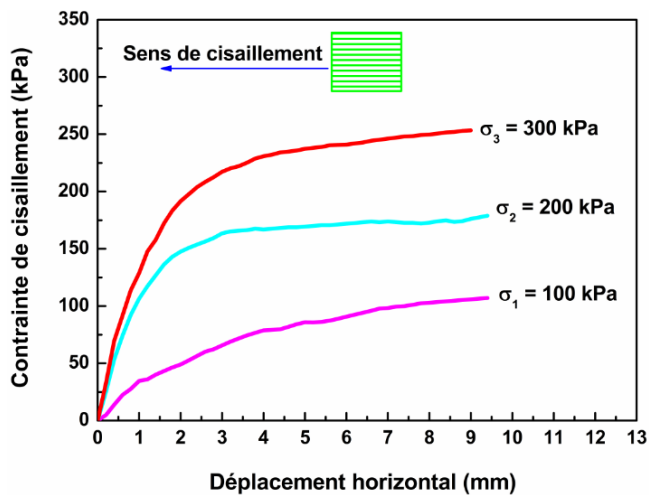
### 3.4.2 Caractérisation de l'interaction alfa-sable

Des essais de cisaillement direct à l'aide de la boîte de Casagrande ont été réalisés afin de caractériser l'interface entre le sable et le renfort végétal « l'alfa », et de quantifier le coefficient d'interaction ( $\mu$ ).

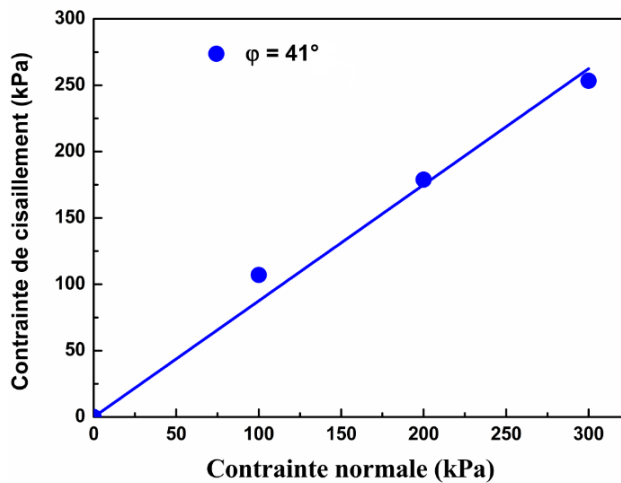
#### 3.4.2.1 Interaction sable - alfa

La figure 3.9 (a, c et e) présente la variation de la contrainte de cisaillement en fonction du déplacement relatif au niveau de l'interface sable-alfa. Dans le cas des fibres parallèles et perpendiculaires au sens du cisaillement (figure a et c), on remarque que la contrainte de cisaillement atteint un palier de résistance maximale, même si celui-ci n'est pas très évident dans le cas de la contrainte normale de 300 kPa de la figure c. En revanche, dans le cas des fibres orientées à  $45^\circ$  par rapport au sens du cisaillement, on observe une augmentation continue de la résistance sans atteindre un palier franc.

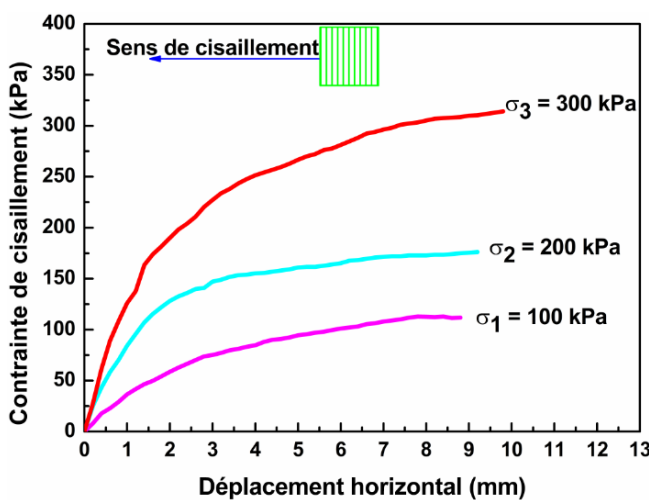




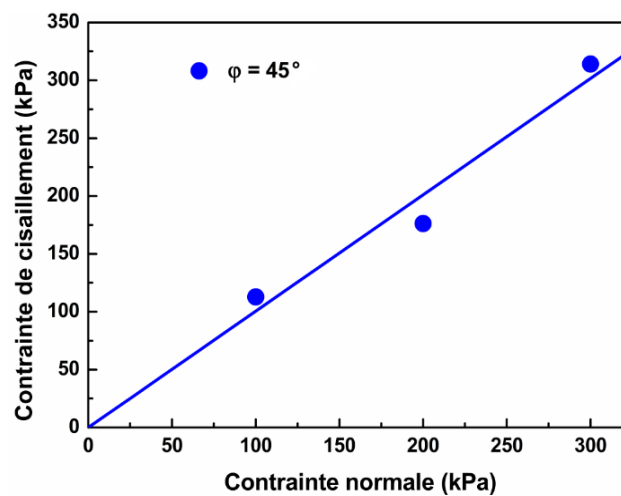
(a)



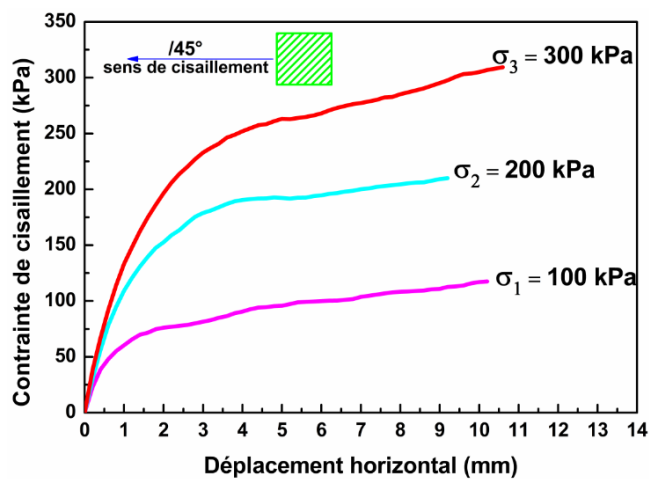
(b)



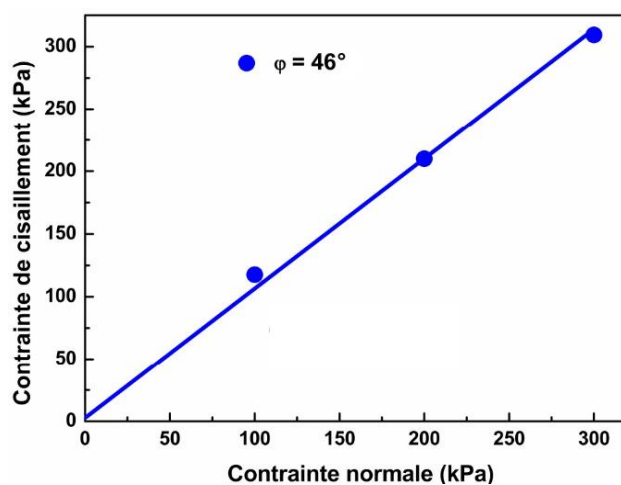
(c)



(d)



(e)



(f)

Figure 3.9 (a, c & e) Courbe de déplacements horizontaux, (b, d & f) Enveloppes de rupture de Mohr-Coulomb des interfaces sable sec- cordes d'alfa

L'instabilité de la contrainte de cisaillement peut être expliquée par le fait que l'hypothèse de continuité de l'interface sable-fibre n'est pas vérifiée. En effet, les fibres d'alfa tressées constituent des « cordes » d'un diamètre moyen de 8mm. Le nombre de cordes présentes au niveau de l'interface est au nombre de 9 (fig. 3.10).

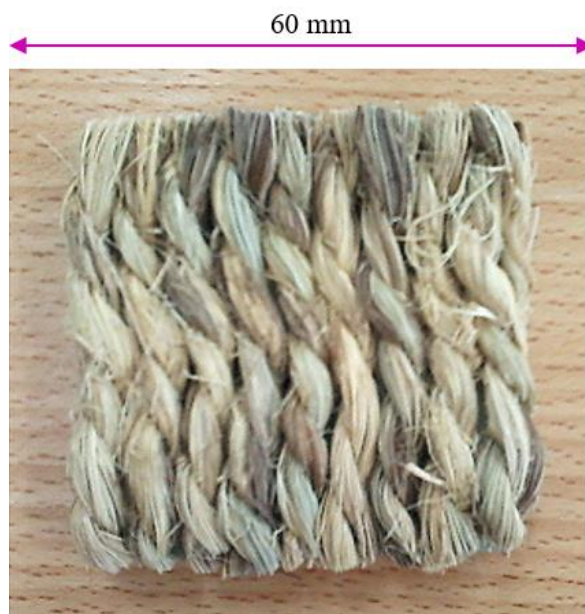


Figure 3.10 Photo type des fibres d'alfa tressées collées sur le support de cisaillement

Comme la dimension de la boîte dans une direction est de 60 mm, cette dimension est inférieure à 10 fois le diamètre de la « corde ». Or selon l'hypothèse de continuité (Biarez et Hicher. 1994), la plus petite dimension de l'appareil doit être supérieure ou égale à la plus grande taille de particule (ici représentée par le diamètre de la « corde »). Comme le déplacement de la boîte est limité à 10 mm environ pour des contraintes techniques, l'interprétation de cet essai en termes de critère de rupture est basée sur ces valeurs de contraintes de cisaillement atteintes à 10 mm de déplacement.

Les critères de rupture de ces trois orientations sont présentés sur la figure 3.9 (b, d et f). En comparant ces résultats avec ceux du sable seul, on peut remarquer que la résistance au cisaillement des interfaces sable-Alfa ne présente pas de pic de résistance contrairement au

sable seul. Par ailleurs, les valeurs des angles de frottement sont aussi plus faibles. Ceci peut être expliqué par le fait que la surface de contact sable-sable est plus rugueuse que la surface de contact sable-fibre comme l'illustre le schéma de la figure (3.11), ce qui se traduit macroscopiquement par des angles de frottement plus faibles dans le cas des interfaces sable-fibres d'alfa. Leurs valeurs sont respectivement de l'ordre de  $41^\circ$  pour l'orientation parallèle au sens de cisaillement, de  $45^\circ$  pour le sens perpendiculaire et de  $46^\circ$  pour l'orientation inclinée à  $45^\circ$ .

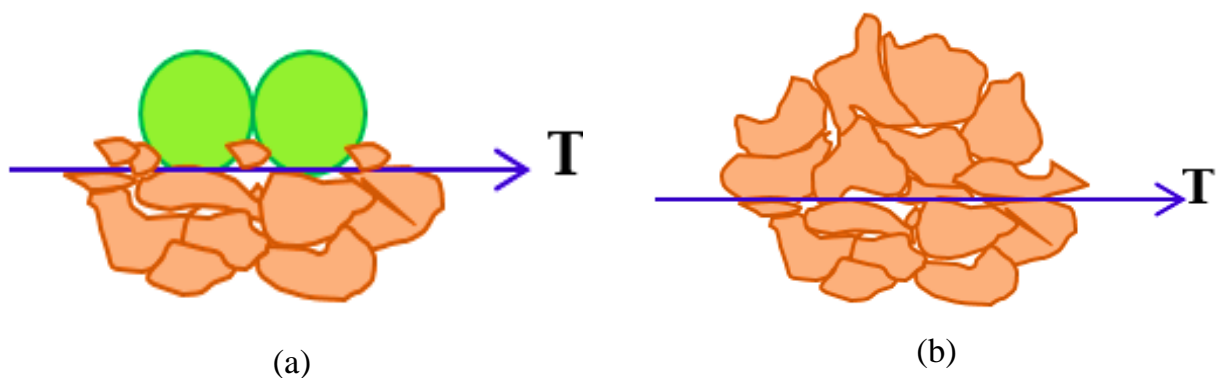


Figure 3.11 Schéma montrant l'interaction : (a) sable-sable ; (b) fibres Alfa-sable au cours du cisaillement

Les mêmes résultats ont été obtenus dans le cas du sable renforcé par des feuilles d'Alfa naturelles (fig3.12). Les angles de frottement trouvés sont légèrement inférieurs à ceux du cas du sable en interaction avec les cordes sauf pour le cas où celles-ci sont perpendiculaires au sens du cisaillement. Dans tous les cas, ces angles de frottement restent inférieurs à l'angle de frottement interne du sable.

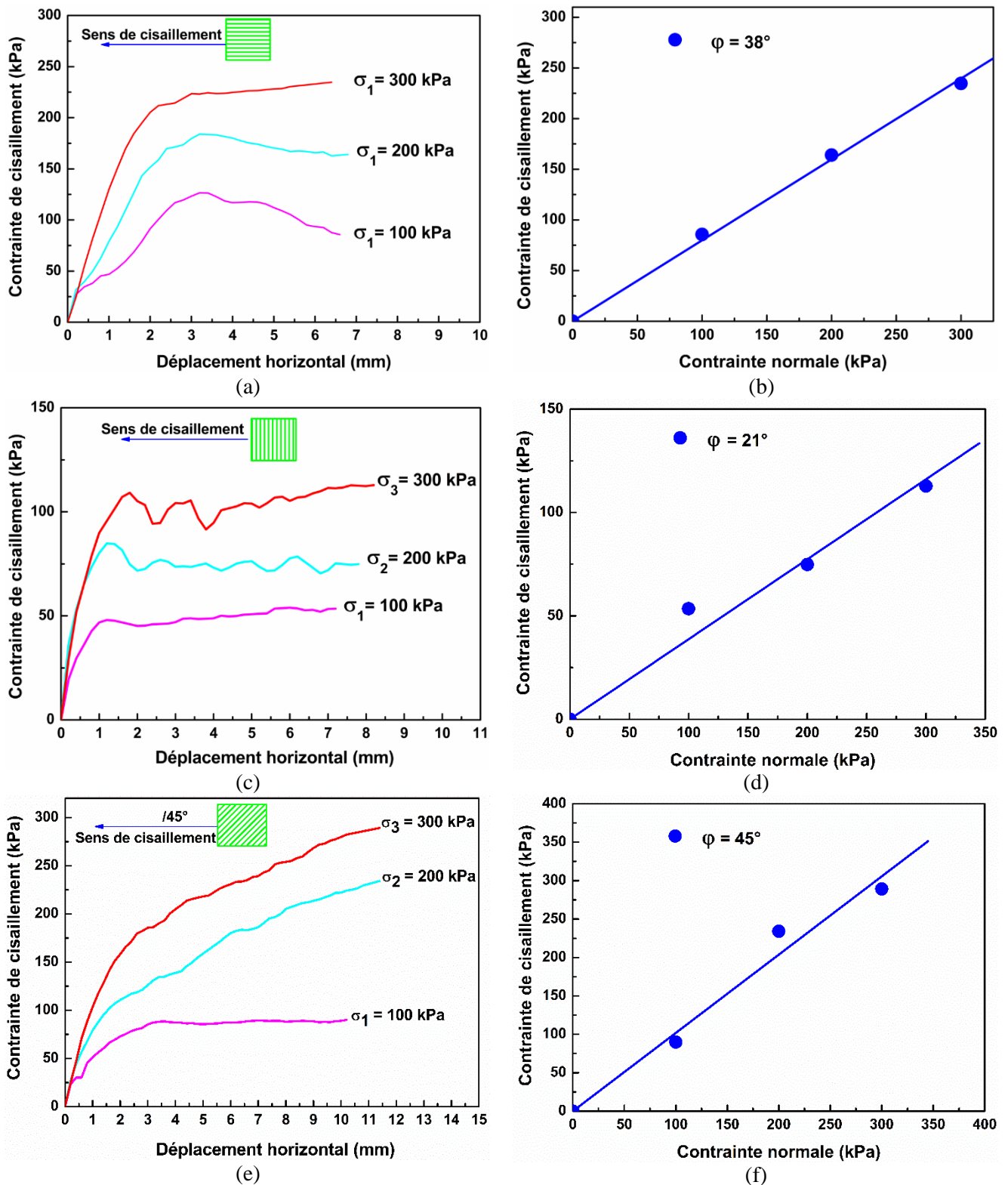


Figure 3.12 (a,c & e) Courbe de déplacements horizontaux, (b,d & f) Enveloppe de rupture de Mohr-Coulomb d'interface sable sec- Alfa naturelle

On remarque que, dans le cas des feuilles naturelles, l'hypothèse de continuité est vérifiée (le diamètre moyen d'une feuille est de l'ordre de 1 mm). Par ailleurs, les photos rassemblées sur

la figure 3.14 montrent qu'au-delà d'un certain déplacement, les feuilles se décolle du support. Ceci pourrait expliquer :

- 1- La faible valeur de l'angle d'interaction trouvé ( $21^\circ$ ) dans le cas des feuilles perpendiculaires à la direction du cisaillement.
- 2- l'absence de paliers (figure 3.12 e)
- 3- et aussi les fluctuations observées sur la figure 3.12 c.

Pour y remédier, nous avons décidé d'appliquer des contraintes normales moins fortes au niveau de l'interface sable-alfa afin d'éviter l'arrachement de l'alfa lors du cisaillement. Cette nouvelle série d'essais fait l'objet du paragraphe suivant.



Figure 3.13 Décollement des feuilles d'Alfa après l'essai du cisaillement

#### ***3.4.2.2 Effet de la contrainte normale sur le comportement de l'interface sable - alfa***

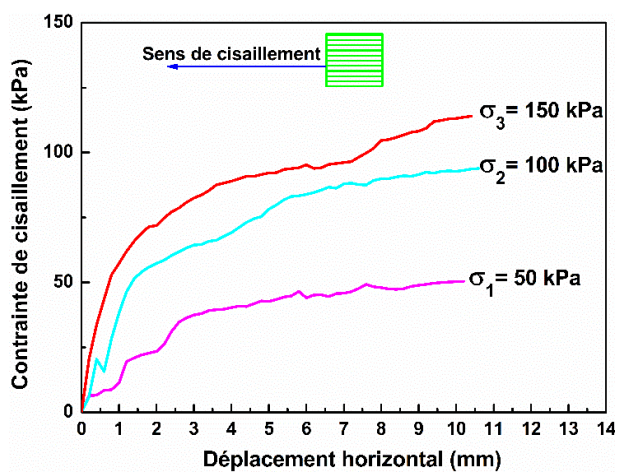
Trois essais de cisaillement ont été réalisés avec des contraintes normales plus faibles que précédemment, soit 50, 100 et 150 kPa.

Contrairement à ce qui a été observé sur la figure 3.13, l'application de ces faibles contraintes normales n'a pas abimé l'interface sable - alfa et n'a pas fait décoller les feuilles (fig3.14).

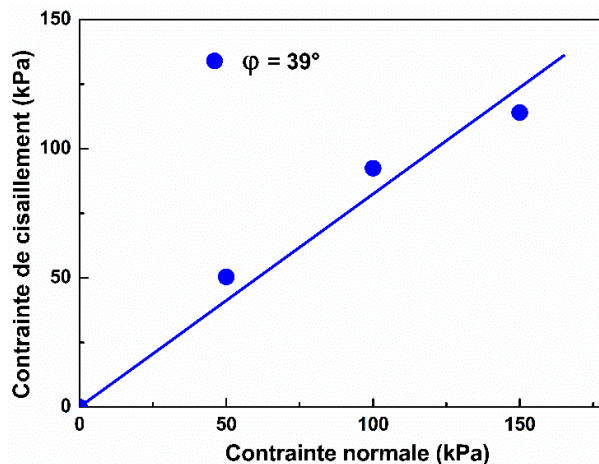


Figure 3.14 Etat des feuilles d'Alfa après l'essai du cisaillement

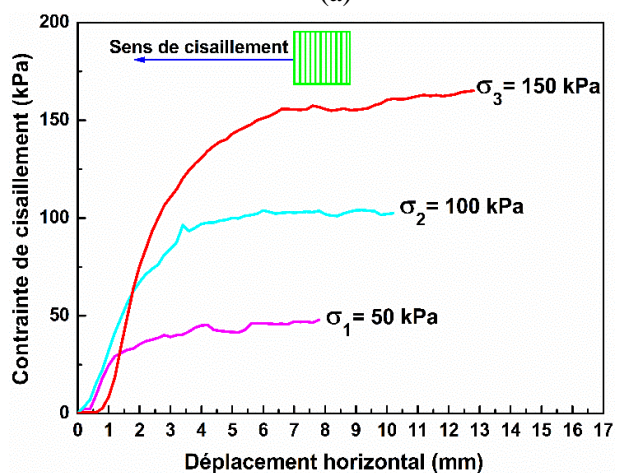
La figure 3.15 représente les trois essais réalisés dans les plans déplacement-contrainte de cisaillement et aussi dans le plan de Mohr-Coulomb. On remarque que l'ensemble des essais présente des paliers dans le plan  $(\Delta l ; \tau)$ . Dans le plan  $(\sigma_n ; \tau)$ , les enveloppes de rupture de Coulomb montrent, pour le cas des fibres perpendiculaires au plan de rupture, que l'angle du frottement d'interaction est de l'ordre de  $49^\circ$  (fig.3.15d) et est supérieur de celui obtenue dans le cas de l'essai précédent ( $21^\circ$ ) (fig.3.12d). Par contre, les valeurs des angles du frottement pour les deux cas, parallèle et incliné à  $45^\circ$  par rapport au plan de cisaillement (fig.3.15b et f), sont sensiblement les mêmes. On peut conclure que les valeurs des contraintes normales à appliquer lors d'essais de cisaillement des interfaces sol-fibres végétales doivent être adaptées en fonction du type de fixation de ces feuilles. Dans notre cas spécifique, il est nécessaire d'utiliser de faibles valeurs de contraintes normales pour éviter tout décollement des fibres.



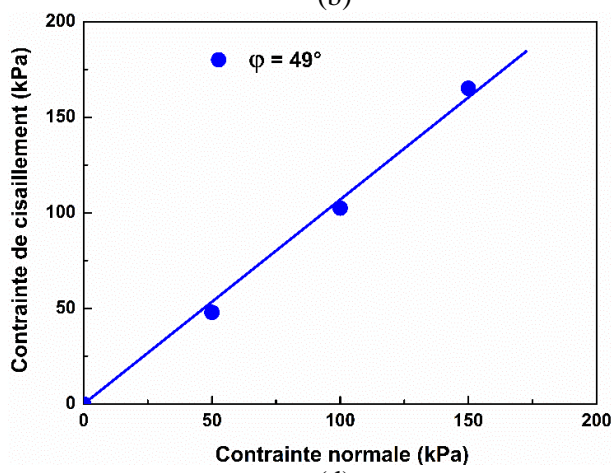
(a)



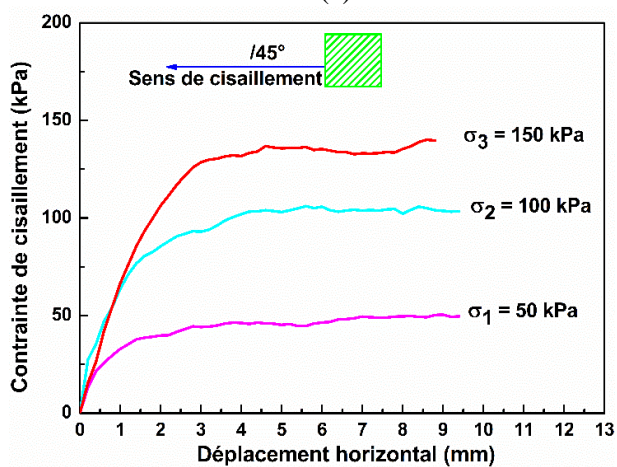
(b)



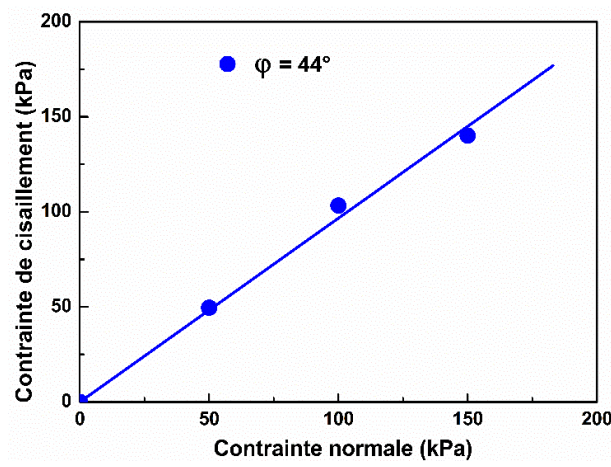
(c)



(d)



(e)



(f)

Figure 3.15 (a) Courbe de déplacements horizontaux, (b) Enveloppe de rupture de Mohr-Coulomb d'interface sable sec- alfa naturelle

### 3.4.2.3 Mesure du coefficient d'interaction sable - alfa

Le coefficient d'interaction est calculé en utilisant l'équation suivante (Tatlisoz et al. 1998) :

$$\mu_{\text{interface}} = \frac{\tan \varphi_{\text{interface}}}{\tan \varphi_{\text{sol-sol}}} \quad (3.6)$$

Les valeurs de «  $\mu_{\text{interface}}$  » pour les différents essais sont résumées dans le tableau 3.2 :

Tableau 3. 2 Calcul du coefficient d'interaction sable - alfa

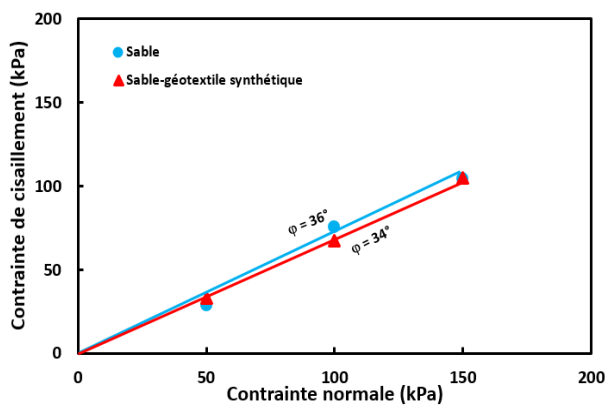
Renforcement	Angle de frottement d'interaction ( $\varphi_{\text{interface}}$ )			coefficient d'interaction ( $\mu_{\text{interface}}$ )		
	//	⊥	/45°	//	⊥	/45°
Fibres extraites d'alfa tissées (Cordes) ( $\sigma = 100, 200, 300$ kPa)	41°	45°	46°	0,76	0,87	0,91
Feuilles alfa naturelles ( $\sigma = 100,$ 200, 300 kPa)	38°	21°	45°	0,68	0,34	0,87
Feuilles alfa naturelles ( $\sigma = 50,$ 100, 150 kPa)	39°	49°	44°	0,70	1	0,84

On remarque que le coefficient d'interaction est compris entre 0,34 et 1. Lorsque le  $\mu_{\text{interface}}$  est inférieur à 0,5, cela signifie une faible zone de contact (de liaison) entre le sable et l'alfa (Coronel J. 2006 ; Tatlisoz et al. 1998). En revanche, dans le cas où  $\mu_{\text{interface}}$  est supérieur à 1, cela signifie une forte liaison au niveau de l'interface sable - alfa.

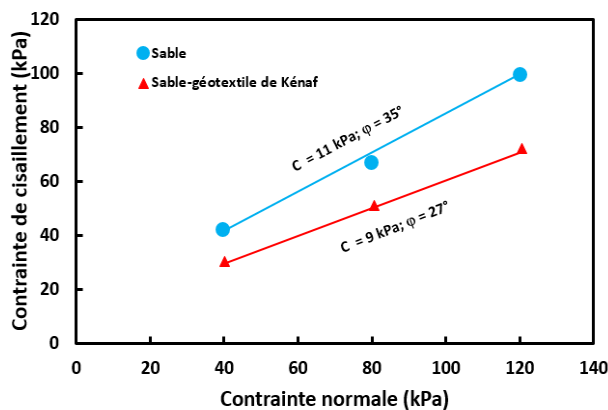
### 3.4.3 Comparaison avec les résultats de la littérature

Les résultats trouvés dans la littérature sur la caractérisation de l'interface sable-géotextile à la boîte de cisaillement (fig. 3.16), confirment ce qu'on a obtenu comme résultats vis-à-vis l'interaction sable-fibre alfa. Les angles de frottement de l'interface sol-géosynthétique (végétale ou synthétique) ne peuvent pas être supérieurs à celui du sol seul (Vieira et al. 2013, Tuna et al. 2012, Artidteang et al. 2012, Iqraz et al. 2005).





(Vieira et al. 2013)



(Artidteang et al. 2012)

Figure 3.16 Comparaison des enveloppes de rupture du sable en interaction avec un géotextile

Le tableau 3.3 synthétise les résultats de la littérature concernant les différences observées dans les angles de frottement sol-sol et sol-géotextiles. Dans ce tableau, nous avons intégré nos résultats. On observe globalement que cette différence de frottement peut varier de 2 à 12° selon le type de sol, de géotextile, les densités initiales, ... etc.

Tableau 3. 3 Comparaison des angles de frottement d'interface

Références	Angle de frottement du sable	Angle de frottement interface ( $\varphi_{interface}$ )	Différence d'angle de frottement sol-sol et sol-interface			Coefficient d'interaction ( $\mu_{interface}$ )				
[Vieira et al. 2013]	36°	Sable-géocomposite : 34°	2°			0,93				
[Tuna et al. 2012]	36.5°	Sable-géotextile : 32°	4,5°			0,85				
[Artidteang et al. 2012]	35°	Sable- géotextile de KénaF : 27°	12°			0,81				
[Iqraz et al. 2005]	33°	Sable- géotextile de Bambou : 31°	2°			0,93				
[Khelifi. 2016]	49°	Sable-Alfa naturelle			Sable-Alfa naturelle			Sable-Alfa naturelle		
		//	⊥	//	⊥	/45°	/45°	//	⊥	/45°
		39°	49°	0,70	1	0,84	5°	0,70	1	0,84
		Sable-Alfa extraite tissée			Sable-Alfa extraite tissée			Sable-Alfa extraite tissée		
		//	⊥	//	⊥	/45°	/45°	//	⊥	/45°
41°	45°	0,76	0,87	0,91	3°	0,76	0,87	0,91		

Concernant le coefficient d'interaction (tableau 3.3), (Tuna et al. 2012) ont trouvé un coefficient d'interaction entre le sable et un géotextile de l'ordre de 0,84. (Artidteang et al.

2012) ont étudié la résistance au cisaillement d'un sable silteux avec un géotextile de Kénaif, ils ont trouvé  $\mu_{\text{interface}} = 0,81$ . (Iqraz et al. 2005) ont trouvé un coefficient  $\mu_{\text{interface}} = 0,93$  entre le sable et le géotextile de bambou.

### 3.5 Conclusion

Ce chapitre présente une tentative de compréhension du comportement expérimental d'un sable sec en interaction avec les fibres végétales de type alfa. Des essais de cisaillement direct ont été établis afin d'étudier le mécanisme d'interaction du sable compacté et des feuilles d'alfa naturelles. En variant l'orientation des feuilles d'alfa par rapport au plan de rupture, les résultats expérimentaux ont montré que le frottement de l'interface s'est avéré un paramètre très important affectant la résistance au cisaillement des sols renforcés.

Les résultats obtenus peuvent être synthétisés comme suit :

- Le frottement d'interface sable-alfa n'est pas influencé seulement par la surface extérieure des feuilles mais aussi par leur orientation par rapport au plan de cisaillement.
- L'orientation perpendiculaire des feuilles au plan de cisaillement donne un angle de frottement plus élevé en comparaison avec les feuilles parallèles et inclinées
- L'angle du frottement obtenu au niveau de l'interface est inférieur à l'angle de frottement interne du sable sec, et ceci pour les deux types de renforts d'alfa utilisés (cordes et feuilles naturelles) ; cela est dû à la faible surface de contact développée le long de l'interaction entre le sable et l'alfa.

L'effet des feuilles naturelles sur le comportement mécanique du sol sera étudié dans le chapitre suivant où les feuilles d'alfa naturelle sont incorporées dans la matrice du sol. Ce comportement sera analysé en réalisant des essais triaxiaux.

# Chapitre 4

## Comportement mécanique des sols renforcés par des feuilles d'alfa sur des chemins triaxiaux

### 4.1 Introduction

Le renforcement des sols est une technique utilisée pour améliorer les performances mécaniques du sol, telles que la résistance au cisaillement, à la traction ou à la compression. Ceci a pour but d'améliorer la stabilité du sol, d'accroître sa capacité portante, de réduire les tassements et les déformations latérales. Parmi les techniques de renforcement envisageables, l'usage des fibres végétales a rencontré un grand intérêt dans le domaine de la recherche en géotechnique et dans celui des matériaux de construction.

Dans ce chapitre, on s'intéresse à l'étude du comportement d'un sol limoneux renforcé par les fibres végétales de l'espèce alfa. Pour cela, une série d'essais triaxiaux a été réalisée afin de comprendre et quantifier l'effet des feuilles d'alfa intégrées au sol sur sa résistance au cisaillement triaxial.

### 4.2 Matériaux

#### 4.2.1 Limon GO

Le sol choisi pour cette étude est un limon référencé GO, qui a été utilisé dans la confection d'un matériau à base de terre crue pour le BTP.

L'identification de ce matériau a été faite par Hibouche (2013). Sa courbe granulométrique (fig. 4.1) a été déterminée selon les normes (NF P 94-056. 1996) et (NF P94-057. 1992). Ses propriétés physiques sont résumées dans le tableau 4.1. Ses coefficients d'uniformité et de courbure sont de l'ordre de 4,37 et 0,94, respectivement. D'après l'analyse granulométrique, le limon GO ne contient aucune fraction argileuse ( $< 2 \mu\text{m}$ ) et présente une granulométrie étalée.

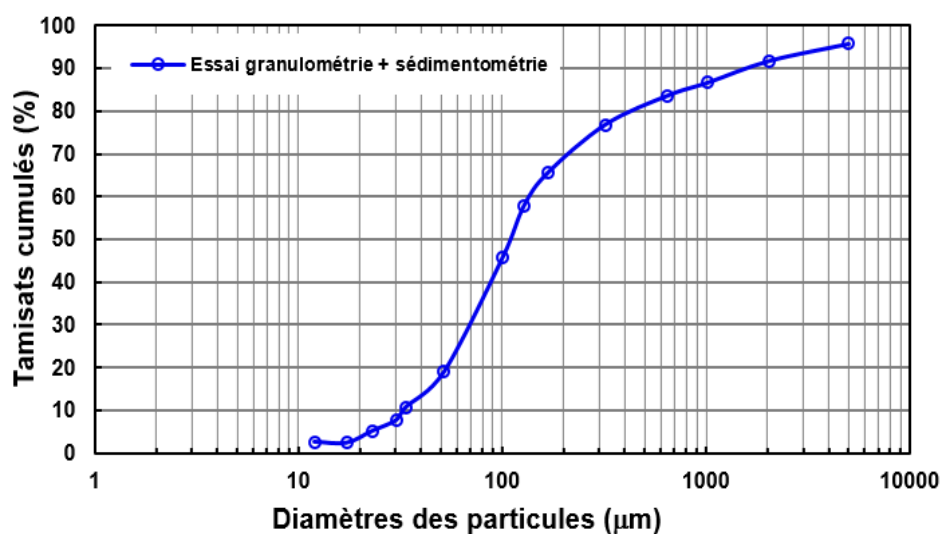


Figure 4.1 Courbe granulométrique du limon GO (Hibouche. 2013)

Tableau 4.1 Granularité du limon GO (Hibouche. 2013)

	Limons GO
Teneur en fines ( $< 80 \mu\text{m}$ )	35 %
Les différentes fractions	
Argile ( $< 2 \mu\text{m}$ )	0 %
Limon ( $2 \mu\text{m}$ à $60 \mu\text{m}$ )	25 %
Sable ( $0,06 \text{ mm}$ à $2 \text{ mm}$ )	67 %
Gravier ( $> 2 \text{ mm}$ )	8 %
$D_{10}$	$32 \mu\text{m}$
$D_{60}$	$140 \mu\text{m}$
$D_{30}$	$65 \mu\text{m}$
Cu	4,37
Cc	0,94

La limite de liquidité ( $w_L$ ) du limon a été déterminée à l'aide de l'essai à la coupelle de Casagrande (NF P 94-051. 1993), elle est de l'ordre de 22 %. En revanche, l'auteur a estimé l'indice de la plasticité ( $I_P$ ) à partir de la corrélation de Biarez et Favre. 1975, en utilisant la formule suivante :

$$I_P = 0,73 (w_L - 13) \quad (4.1)$$

Et ceci à cause de la difficulté de déterminer cette valeur expérimentalement selon la norme (NF P 94-051) de façon fiable et reproductible. La valeur de ( $I_P$ ) estimée est de l'ordre de 6.

D'après l'essai au bleu de méthylène (NF P 94-068. 1998), la valeur de VBS trouvée est de 0,5. Cette valeur correspond aux sols sablo-limoneux.

En se basant sur ces essais d'identification, ce matériau est classé comme un sable limoneux SL (SM) selon la classification LCPC-USCS.

#### **4.2.2 Feuilles d'Alfa**

Les fibres utilisées dans cette étude sont les feuilles végétales d'alfa naturelles. Elles sont introduites dans la matrice du sol selon deux façons :

- 1- Feuilles d'alfa coupées en feuilles de longueur de 1 cm (fig. 4.2a)
- 2- Feuilles d'alfa broyées finement (fig. 4.2b)

Ces feuilles ont été mélangées au limon à hauteur de 2% massique.

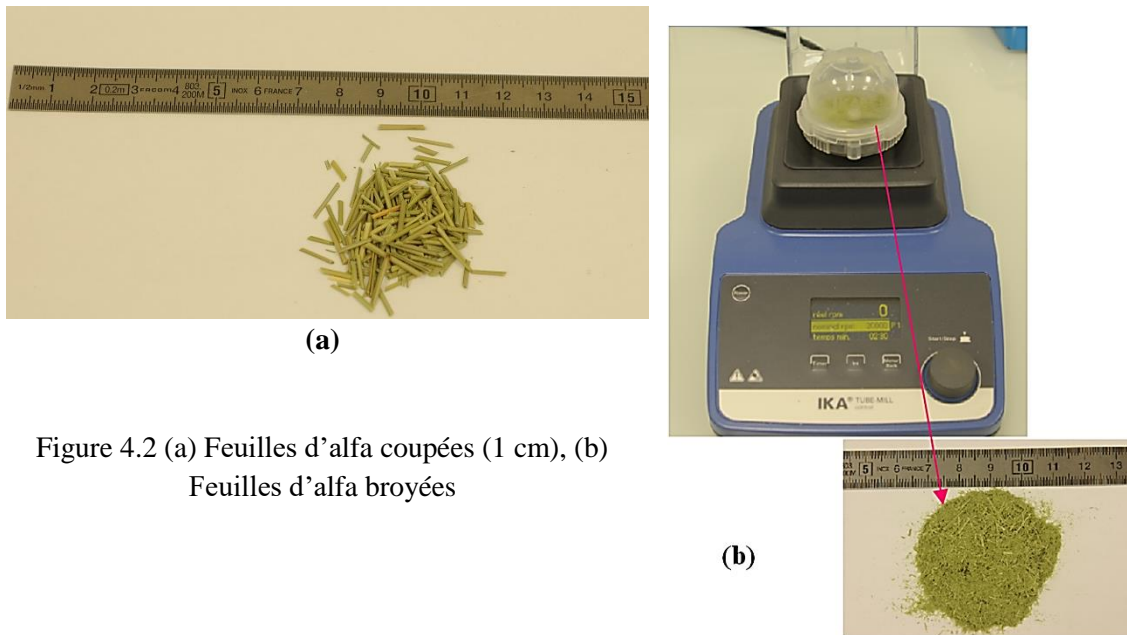
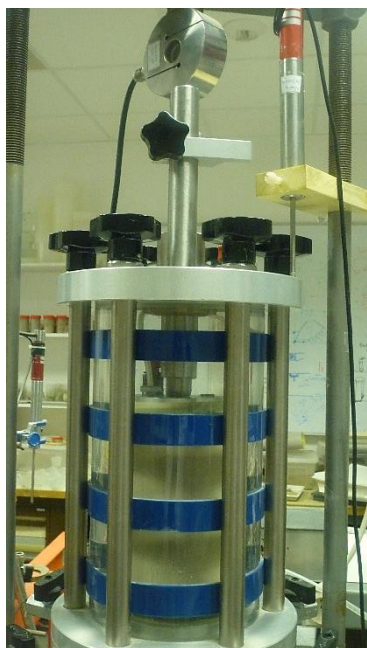


Figure 4.2 (a) Feuilles d'alfa coupées (1 cm), (b) Feuilles d'alfa broyées

### 4.3 Dispositif expérimental

Des essais triaxiaux à teneur en eau constante ont été réalisés à l'aide d'un appareil triaxial constitué d'une cellule pour des éprouvettes ayant un diamètre de 70 mm et un élancement de 2, d'un contrôleur pression-volume pour l'application de la contrainte de confinement, et d'une presse de chargement axial. Deux capteurs ont été placés pour mesurer la force axiale et le déplacement axial (fig.4.3a). Les capteurs sont reliés à un système d'acquisition piloté par un ordinateur (fig.4.3b).



(a)



(b)

Figure 4.3 Dispositif triaxial : (a) cellule triaxiale ; (b) contrôleur pression-volume et système d'acquisition

Tout d'abord, des essais triaxiaux à teneur en eau constante ont été réalisés sur le limon seul (sans feuilles ajoutées) afin de caractériser son comportement mécanique de référence en déterminant les caractéristiques intrinsèques telles que l'angle de frottement et la cohésion. Pour cela, des éprouvettes cylindriques de dimensions  $70 \times 140$  mm ont été confectionnées par compactage statique à l'aide d'une presse manuelle (fig.4.4 a). Les éprouvettes ont été compactées aux conditions de l'optimum Proctor Normal (densité sèche maximale ( $\gamma_{dmax}$ ) et la teneur en eau optimale ( $w_{opt}$ )).



Figure 4.4 (a) Compactage statique des éprouvettes de limon



Figure 4.4 (b) Eprouvette de limon après compactage statique

Ne disposant pas de ces deux paramètres car la quantité de matériau disponible n'était pas suffisante pour réaliser un essai Proctor selon les normes, nous les avons estimés à l'aide des corrélations de (Fleureau et al. 2002) qui permettent de déterminer  $(\gamma_{dmax}, w_{opt})$  en fonction de la limite de liquidité ( $w_L$ ) :

$$w_{opt} = 1.99 + 0.46 w_L - 0.0012 w_L^2 \quad (4.1)$$

$$\gamma_{dmax} = 21.00 - 0.113w_L + 0.00024 w_L^2 \quad (4.2)$$

En se basant sur les formules (4.1 et 4.2), on a trouvé une teneur en eau  $w_{opt} = 10\%$  et poids volumique sec maximal  $\gamma_{dmax} = 19 \text{ kN/m}^3$ .

Sachant que la contrainte limite de la presse utilisée pour le compactage est égale à 30 kN, on a constaté que la contrainte de compactage de nos éprouvettes à l'optimum Proctor nécessitait une presse de plus grande capacité que 30 kN. Dans ce cas, nous avons décidé de diminuer le poids volumique sec de compactage à une valeur de  $16 \text{ kN/m}^3$ , compatible avec la limite de la presse.



Le limon renforcé par les feuilles d'alfa a été préparé en mélangeant 2 % de feuilles d'alfa (pourcentage par rapport à la masse du sol humidifié à la teneur en eau optimale de 10%). Les feuilles ont été distribuées de manière uniforme dans le sol. Ensuite, le tout a été mixé à l'aide d'un malaxeur électrique (fig4.5a). Les éprouvettes de limon renforcé par les feuilles ont été réalisées en respectant les mêmes étapes de préparation que celles des éprouvettes de limon seul (fig4.5b).

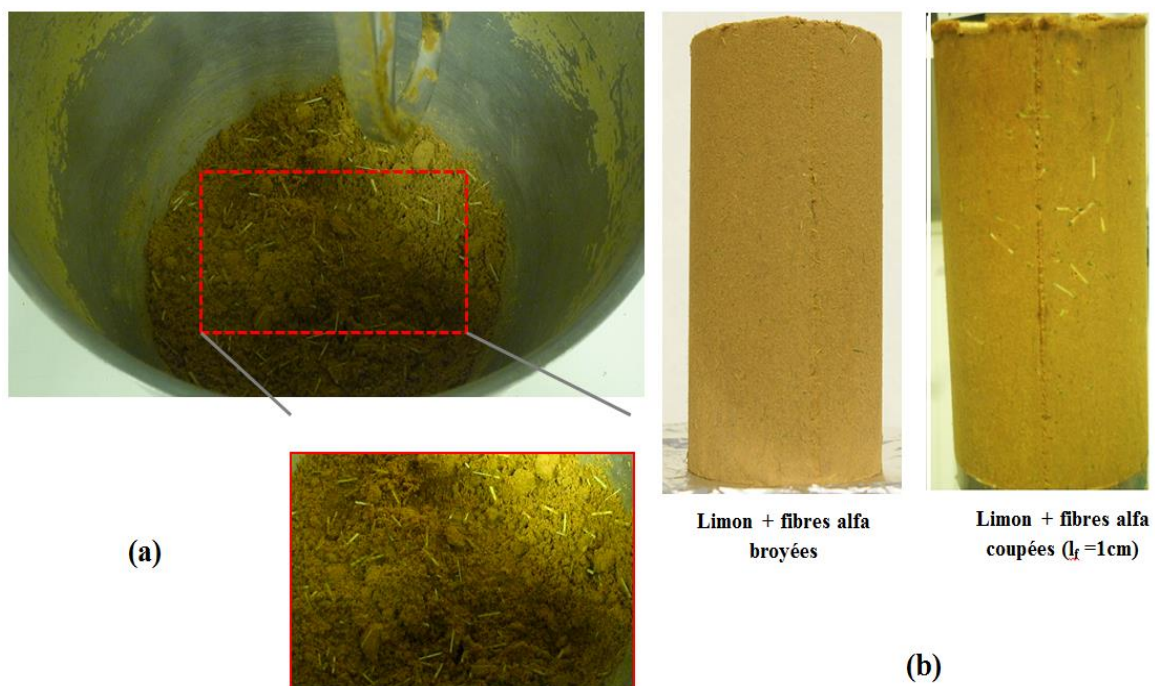


Figure 4.5 (a) : Malaxage des feuilles avec le limon ; (b) éprouvettes de limon renforcé avec les feuilles selon le type

Tous les spécimens ont été testés dans un appareil triaxial sous trois différentes contraintes de confinement isotropes, respectivement de 100, 300 et 500 kPa à teneur en eau constante (non drainé). Le cisaillement axial a été appliqué avec une vitesse contrôlée de 0,23 mm/min jusqu'à la rupture de l'échantillon en maintenant la contrainte isotrope constante. Un nombre total de 9 tests a été réalisé pour les différentes pressions de confinement et les différents renforcements.

## 4.4 Résultats et discussions

### 4.4.1 Essai triaxial de compression sur le limon seul

La figure 4.6 montre les éprouvettes de limon à la fin du cisaillement. On peut observer clairement les plans de rupture sur les trois échantillons.

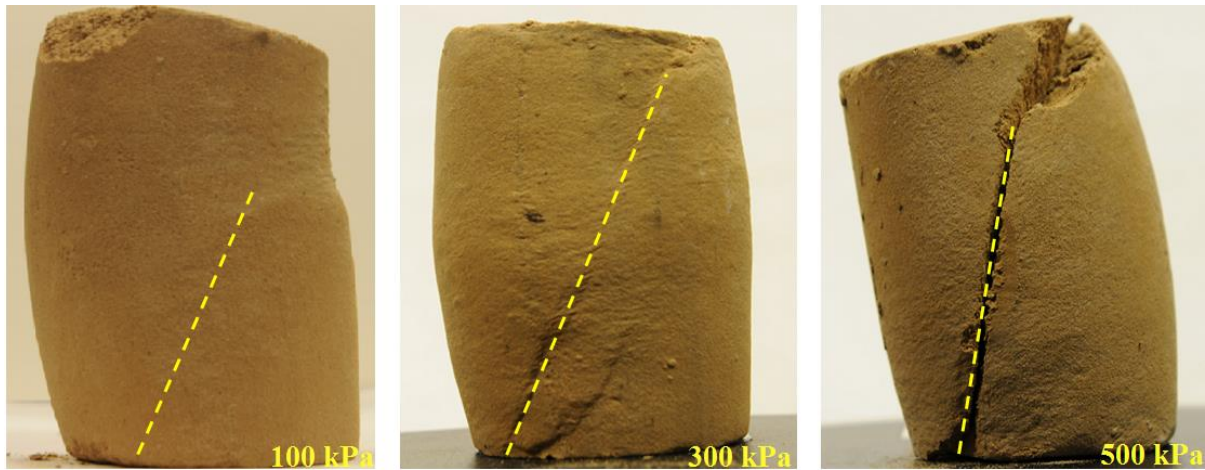


Figure 4.6 Illustrations des plans de rupture sur les éprouvettes après l'écrasement

Pendant les essais, la répartition des contraintes est supposée homogène, en tout point de l'échantillon, on a alors (fig.4.7) :

- sur le plan horizontal s'exerce la contrainte axiale définie par :

$$\sigma_1 = \frac{F}{A} + \sigma_3 \quad (4.1)$$

- sur le plan vertical s'exerce la contrainte radiale :  $\sigma_3$

Donc, on définit le déviateur des contraintes par :

$$q = \sigma_1 - \sigma_3 = \frac{F}{A} \quad (4.2)$$

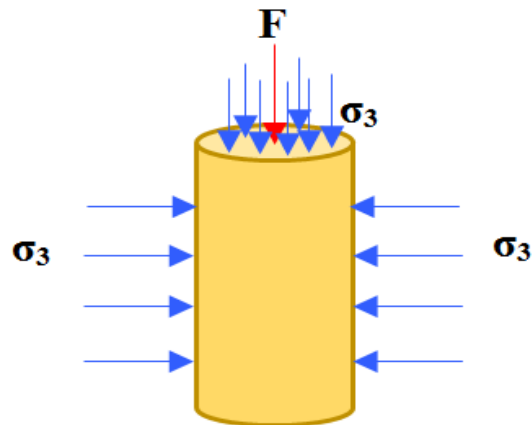
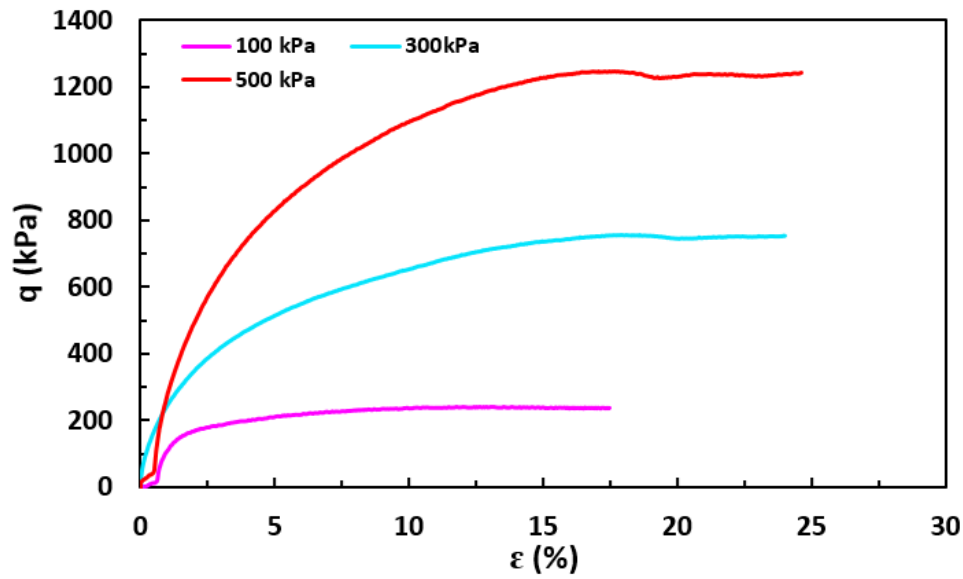


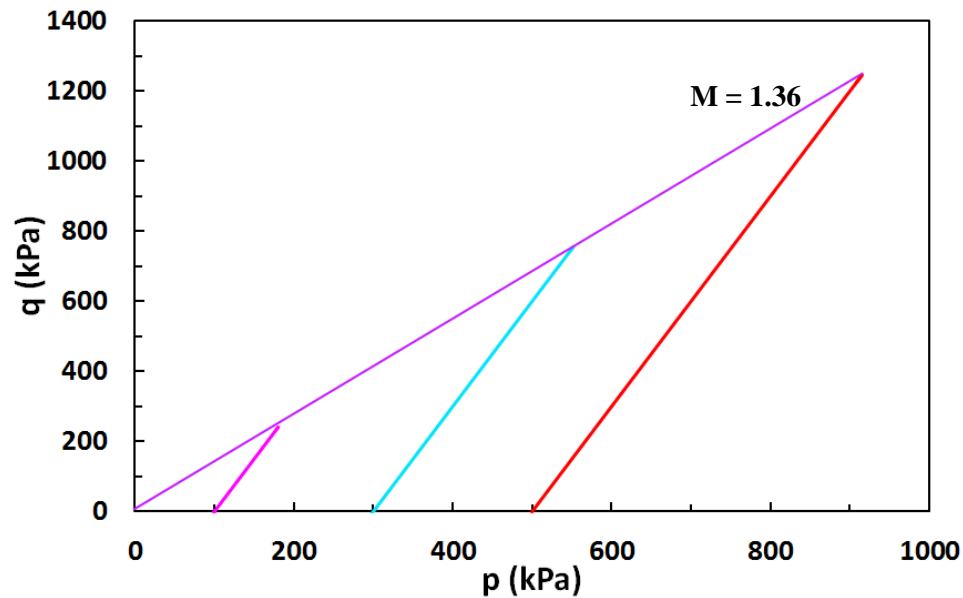
Figure 4.7 Illustration des sollicitations au cours d'un essai triaxial

En exploitant les résultats des trois essais sur la figure 4.8a dans le plan déviateur-déformation axiale, on peut remarquer que :

- La contrainte, pour une déformation fixée au voisinage de l'origine, croît avec la contrainte de confinement, autrement dit le module de déformation dépend de la pression moyenne.
- La résistance maximale représentée par un palier de plasticité parfaite croît aussi avec la contrainte de confinement.
- On remarque l'absence de pic de résistance bien que le sol soit compacté initialement et donc surconsolidé. Cependant cette surconsolidation doit être relativement faible du fait que le compactage a donné un poids volumique sec de  $16 \text{ kN/m}^3$  au lieu des  $19 \text{ kN/m}^3$  initialement visés.



(a)



(b)

Figure 4.8 Evolution du déviateur de contrainte en fonction de (a) la déformation axiale et (b) de la contrainte moyenne totale

Sur le graphe 4.8b, on présente le plan du déviateur de contrainte  $q$  en fonction de la contrainte moyenne totale  $p$ .

$$p = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3} = \frac{\sigma_1 + 2\sigma_3}{3} \quad (4.3)$$

$$p = \frac{q}{3} + \sigma_3 \quad (4.4)$$

Les chemins de chargement déviatoire présentent une pente de 3/1, comme il est normal en contraintes totales. L'enveloppe des résistances maximales peut être représenté par une droite de pente M. La valeur de la pente M est directement reliée à la valeur de l'angle de frottement du matériau. Dans notre cas :

$$M = 1.36 \rightarrow \sin \varphi = \frac{3M}{6+M} \rightarrow \sin \varphi = 0.553 \rightarrow \varphi = 33,6^\circ$$

La droite de pente M passant par l'origine, ceci implique que la cohésion est nulle ( $C = 0$ ). Le tableau 4.2 résume les propriétés mécaniques du limon.

Tableau 4.2 Caractéristiques mécaniques du limon GO

Propriété	$\varphi$ (°)	C (kPa)
valeur	33,6	0

#### 4.4.2 Essai triaxial de compression sur le limon renforcé par les feuilles d'Alfa naturelles

##### 4.4.2.1 Feuilles d'alfa naturelles coupées en feuilles de 1 cm

Dans ce cas, on étudie l'effet des feuilles d'alfa naturelles coupées d'une longueur de 1 cm sur le comportement mécanique du limon. La figure 4.9 montre les éprouvettes de limon renforcé à l'aide des feuilles alfa coupées de 1 cm de longueur à la fin du cisaillement. Les lignes jaunes discontinues montrent les plans de rupture.

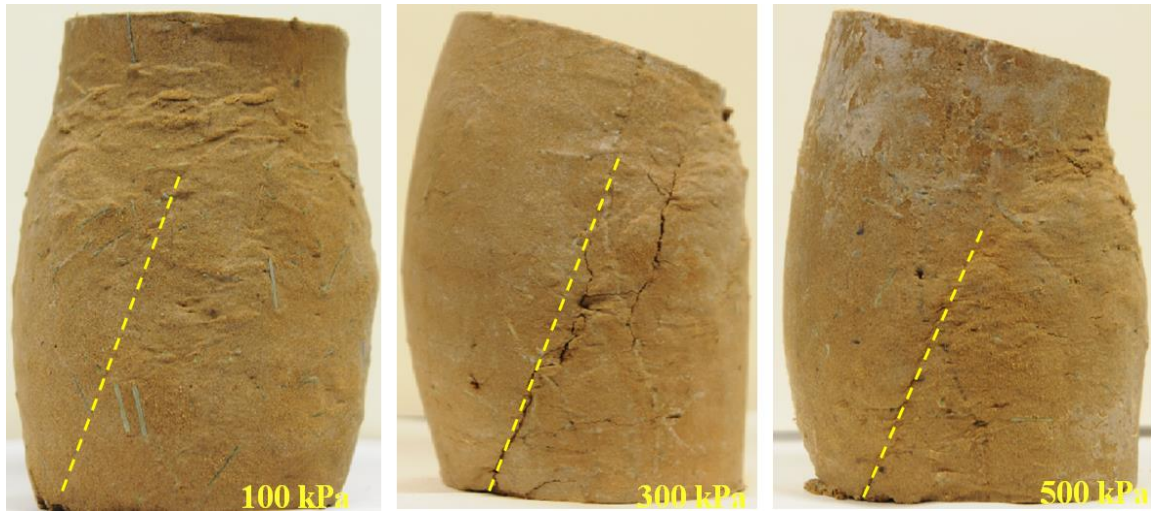
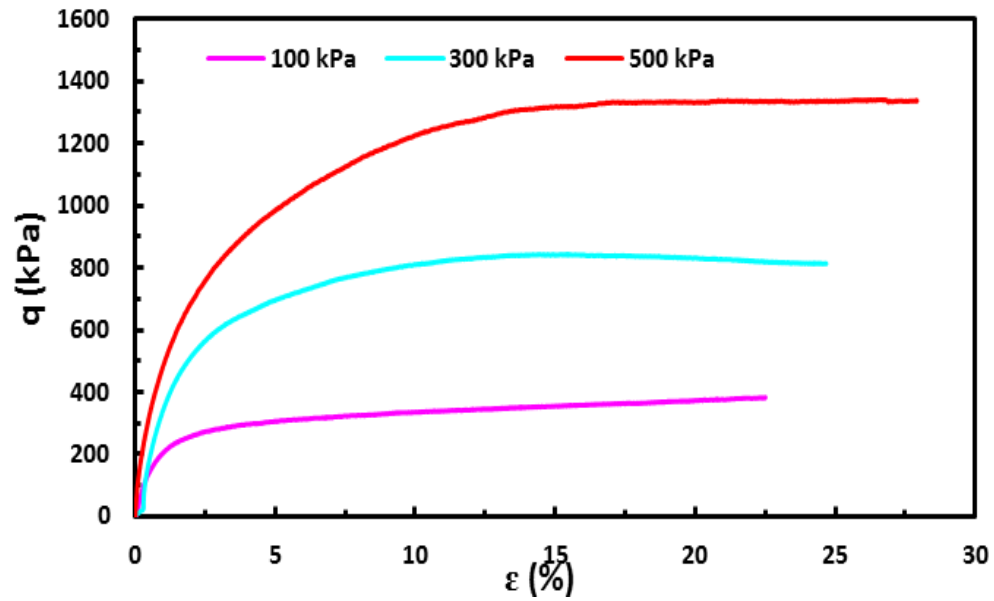
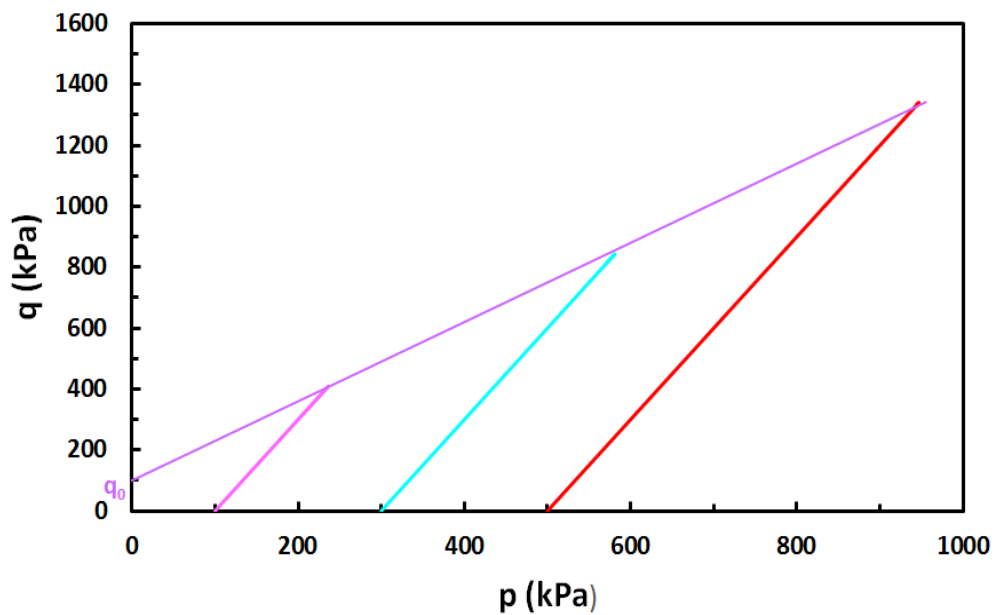


Figure 4.9 Illustrations des plans de rupture sur les éprouvettes de limon renforcé à l'aide des feuilles d'alfa coupées de  $\ell = 1\text{cm}$  après l'écrasement

Les résultats obtenus sont montrés sur la figure 4.10. On remarque sur la figure 4.10a que l'évolution du déviateur de contrainte en fonction de la déformation axiale présente la même allure que celle observée pour le limon seul. Les mêmes constats peuvent être faits, à savoir : absence de pics de résistance et évolution du module en fonction de la contrainte de confinement.



(a)



(b)

Figure 4.10 Chemins triaxiaux à teneur en eau constante du limon renforcé par des feuilles d'alfa coupées de 1 cm de long. (a) relations déviateur de contrainte-déformation axiale ; (b) plan pression moyenne-déviateur de contrainte

D'après le graphe (4.10b), en traçant l'enveloppe des résistances maximales de pente  $M$ , on observe que cette droite ne passe pas par l'origine et fait donc apparaître une ordonnée à

l'origine de valeur  $q_0$  égale à 100 kPa. La cohésion apparente est reliée à  $q_0$  par la relation suivante :

$$q_0 = c \times \frac{6 \cos \varphi}{3 - \sin \varphi} \quad (4.5)$$

$$q_0 = 100 \text{ kPa} \rightarrow c = 49 \text{ kPa.}$$

Qui donne une valeur de cohésion de 49 kPa. L'angle de frottement déduit de la valeur de la pente M est de l'ordre de  $32^\circ$ .

#### 4.4.2.2 Feuilles d'alfa naturelles broyées

Le comportement du limon a été aussi testé en y intégrant des feuilles broyées. L'image 4.11 montre les éprouvettes de limon renforcé à l'aide des feuilles alfa broyées à la fin du cisaillement.

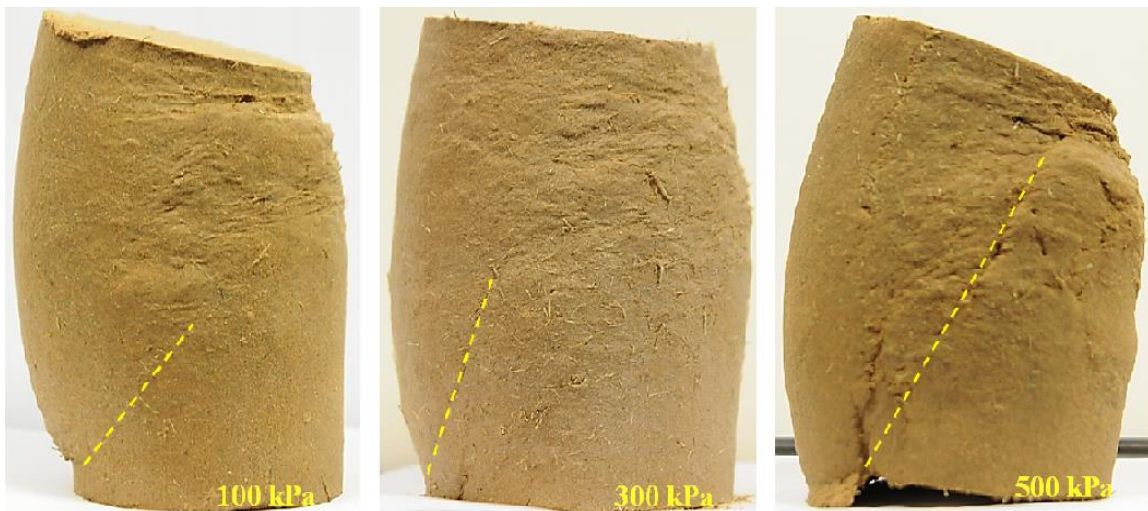
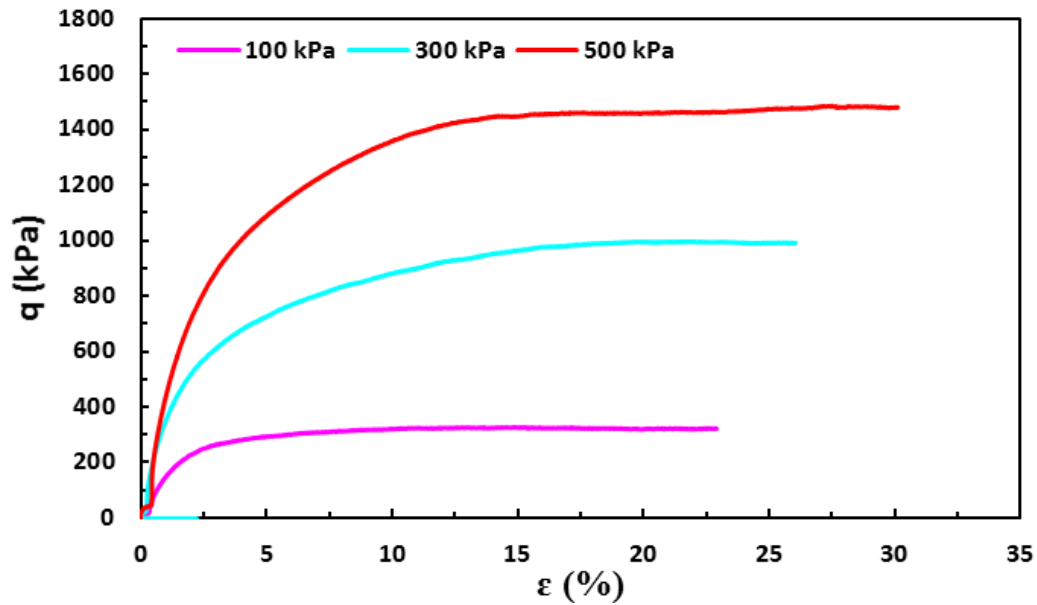


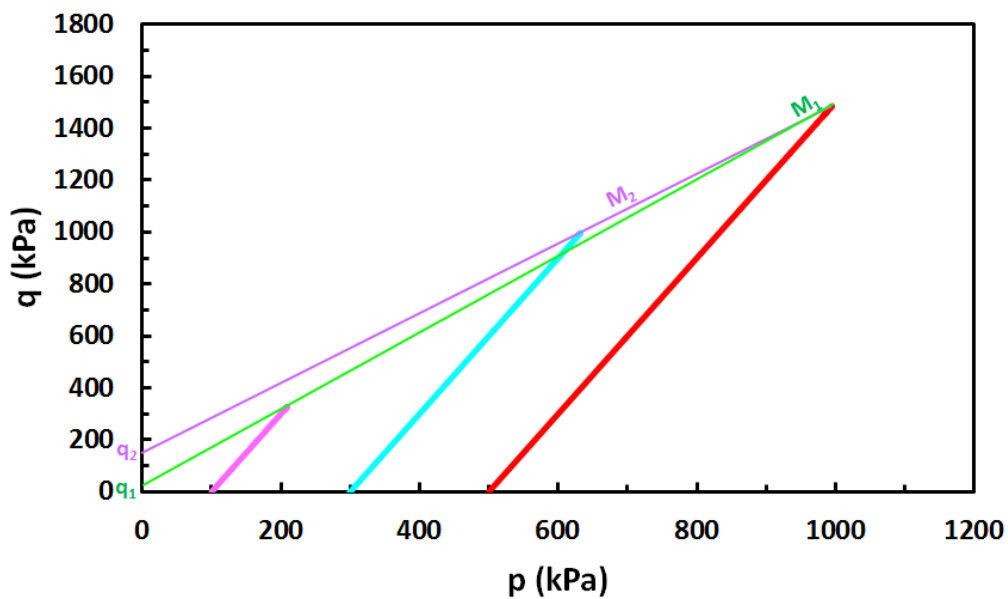
Figure 4.11 Illustrations des plans de rupture sur les éprouvettes de limon renforcé à l'aide des feuilles d'alfa broyées après l'écrasement

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 4.12. On observe sur la figure 4.12a que les chemins dans le plan déformation axiale-déviateur de contrainte sont similaires à ceux des feuilles coupées.





(a)



(b)

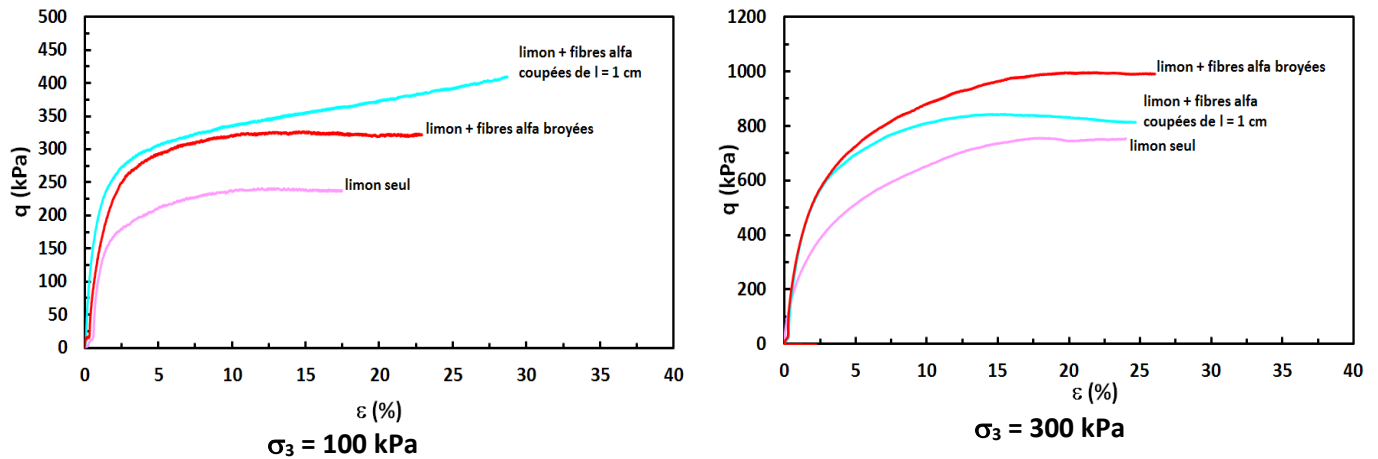
Figure 4.12 Chemins triaxiaux à teneur en eau constante du limon renforcé par des feuilles d'alfa broyées. (a) relations déviateur de contrainte-déformation axiale ; (b) plan pression moyenne-déviateur de contrainte

En traçant l'enveloppe de résistance dans le plan déviateur de contrainte-pression moyenne (fig.4.12b), on peut observer qu'en fonction des résistances maximales prises en compte pour le tracé de cette enveloppe, on peut faire apparaître ou non une cohésion. Si on se base sur l'enveloppe  $M_1$ , la cohésion apparente est de l'ordre de 18 kPa et l'angle de frottement

correspondant est de  $36,2^\circ$ . Si on se base sur l'enveloppe M2, la cohésion est dans ce cas de l'ordre de 78 kPa et l'angle de frottement est de l'ordre de  $33^\circ$ . Il serait plus logique de retenir la première enveloppe M1 car les feuilles broyées peuvent agir comme des particules frottantes non cohésives.

#### 4.4.3 Discussion

La figure 4.13 présente pour chaque valeur de contrainte de confinement la superposition des chemins de cisaillement déviatoires dans le plan  $[\varepsilon_1 ; q]$  pour les 3 types de préparation (limon seul, limon renforcé avec feuilles coupées et limon renforcé avec des feuilles broyées). On remarque que les niveaux de palier de plasticité parfaite se classent de la plus petite à la plus grande valeur, respectivement pour le limon seul, limon avec feuilles coupées et limon avec feuilles broyées.



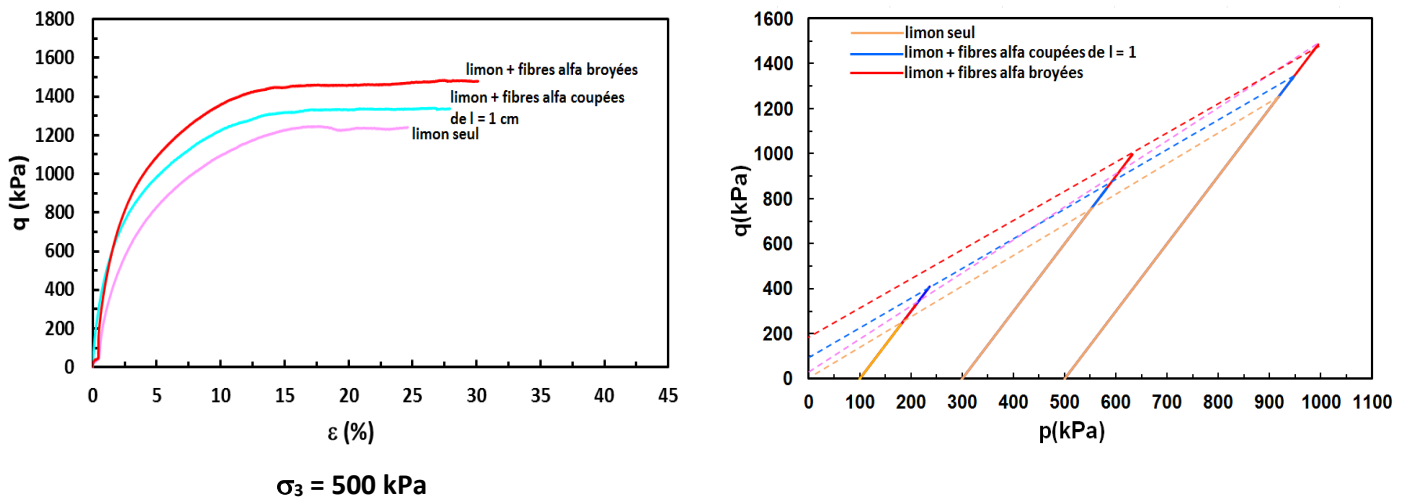


Figure 4.13 Comparaison des résultats des essais triaxiaux

Le tableau 4.3 résume les caractéristiques mécaniques à la rupture des essais triaxiaux sur le limon naturel et renforcé à l'aide des feuilles d'alfa. On remarque que le limon seul présente une cohésion nulle alors que le limon renforcé avec les feuilles d'alfa présente une cohésion apparente non nulle, et cela quel que soit le type de préparation des feuilles d'alfa.

Tableau 4.3 Récapitulatif des caractéristiques mécaniques de limon renforcé

Matériau		$q_0$ (kPa)	M	$\varphi$ (°)	C (kPa)
Limon seul		0	1,36	33,6	0
Renfort avec des feuilles d'alfa coupées de 1 cm de longueur		100	1,30	32	49
Renfort avec des feuilles d'alfa broyées	Pente $M_1$	36	1,45	36,2	18
	Pente $M_2$	159	1,33	33	78

Cependant, on n'arrive pas à mettre en évidence d'une manière claire l'effet du type de feuilles d'alfa (coupées ou broyées) sur la valeur de la cohésion apparente obtenue. Concernant l'angle de frottement, en se basant sur l'incertitude liée aux critères de rupture dans le cas du renfort avec les feuilles broyées, on peut conclure que l'intégration des feuilles

d'alfa coupées ou broyées à hauteur de 2% dans la matrice du sol a augmenté légèrement l'angle de frottement du matériau.

Si on interprète les résultats triaxiaux en terme de module sécant  $E_{50}$ , dont la détermination est expliquée sur la figure 4.14, on peut observer sur la figure 4.15 que les modules croient avec la contrainte de confinement selon une loi quasi linéaire. En revanche, on n'observe pas d'effet du renforcement à l'aide des feuilles d'alfa sur la valeur du module sécant et son évolution avec la contrainte de confinement.

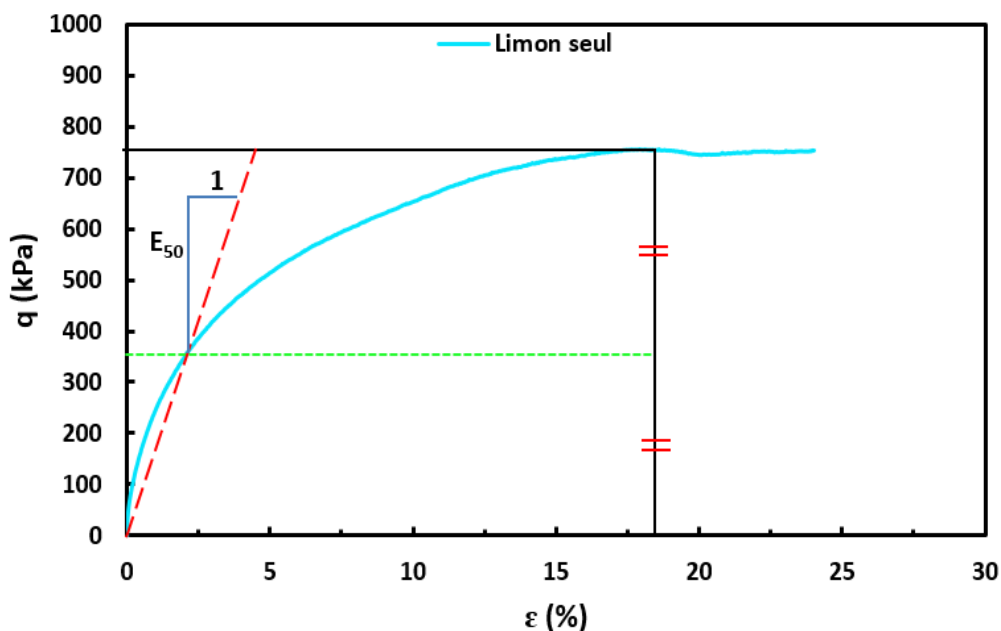


Figure 4.14 Principe de la détermination du module  $E_{50}$

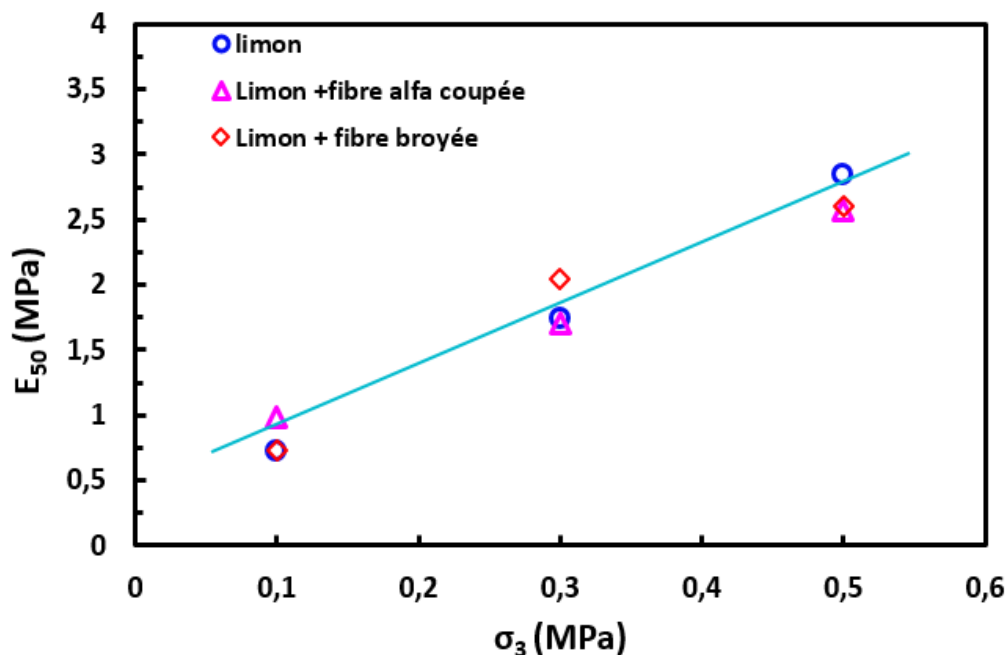


Figure 4.15 Représentation des modules sécants pour le cas du limon GO renforcé et non

#### 4.4.4 Comparaison avec des résultats de la littérature

Sivakumar babu et al. (2008) ont étudié l'effet des fibres de coir extraites sur l'amélioration des paramètres de résistance au cisaillement d'un sable limoneux sur des chemins triaxiaux (CU). La figure 4.16 présente la variation de la cohésion et de l'angle de frottement du sol renforcé en fonction du pourcentage des fibres et de leur diamètre pour une longueur de 15 mm des fibres. Il est noté une diminution marginale puis une augmentation de l'angle de frottement (fig.4.16a). Cette diminution est compensée par une augmentation de la cohésion observée sur la fig. 4.16a. Ceci conforte nos résultats trouvés pour les deux types de fibres d'alfa naturelles (coupées ou broyées (tableau 4.2)). On peut remarquer aussi que l'angle de frottement a légèrement augmenté à partir de 1,5 % de fibres pour atteindre une valeur maximale au-delà de 2 % de fibres. Par contre la valeur optimale de la cohésion est entre 1,5 et 2 % des fibres. Il est important aussi de noter que la variation de la cohésion et l'angle de frottement en fonction de pourcentage des fibres naturelles intégrées dans la matrice du sol est non linéaire et présente une valeur optimale pour le pourcentage des fibres. Les auteurs ont

utilisé une teneur en fibre maximale de 2,5 %, vue la difficulté de la préparation des échantillons au-delà de ce pourcentage.

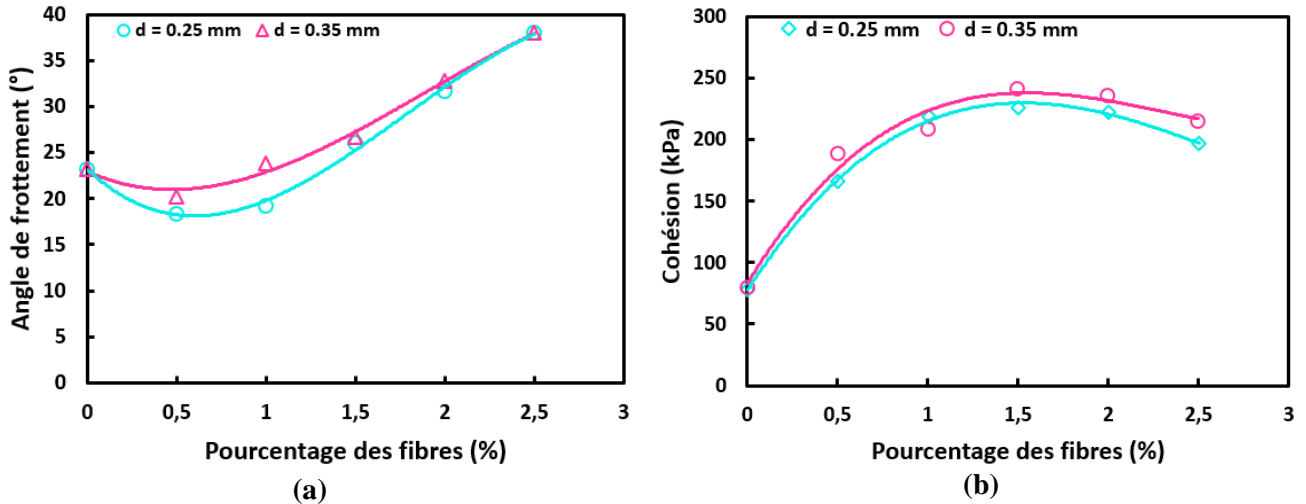


Figure 4.16 (a) Angle de frottement et (b) Cohésion en fonction du pourcentage des fibres de coir ( $\ell = 15$  mm)

(Ahmad et al. 2010) ont de leur côté étudié l'effet des fibres de drupes de palmier à huile afin d'investiguer l'amélioration des performances mécaniques d'un sable limoneux sur des chemins triaxiaux (CD). Dans leur étude, les auteurs ont utilisé les fibres extraites avec et sans traitement chimique. Le traitement chimique est fait avec un polymère type Acrylonitrile butadiène styrène, pour protéger les fibres contre les dégradations biologiques et assurer une longue durabilité. Ils ont réalisé les essais triaxiaux (CD) avec deux pourcentages différents, de 0,25 et 0,5% de fibres et avec différentes longueurs (15, 30 et 45 mm). Leurs résultats présentés sur le graphe 4.17, montrent une variation non linéaire de l'angle de frottement en fonction de la longueur des fibres jusqu'à une valeur maximale atteinte pour une longueur de 30 mm des fibres, au-delà de cette longueur une diminution de frottement du sol renforcé est observée et ceci pour les deux cas des fibres traitées et non. On remarque aussi que le traitement des fibres améliore le frottement par rapport au sol renforcé avec les fibres naturelles non traitées. Mais dans les deux cas des fibres traitées ou non, les angles de

frottement ont légèrement augmenté d'environ  $7^\circ$ . En revanche, le traitement avec les fibres traitées ou non n'a pas influencé la cohésion du sol, et cela contrairement à notre cas d'étude (tableau 4.2).

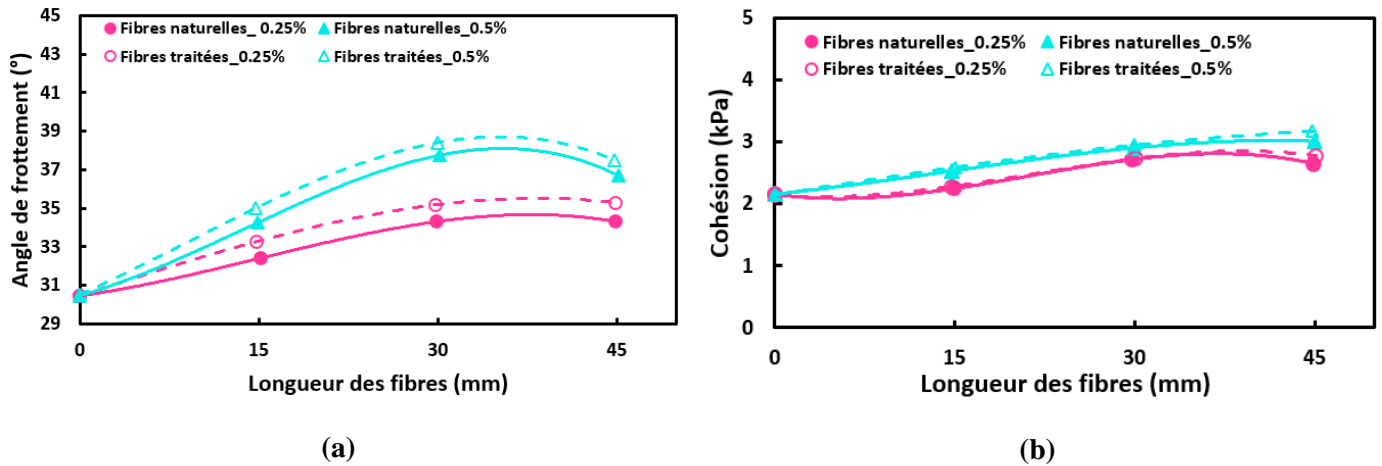


Figure 4.17 (a) Angle de frottement et (b) Cohésion en fonction de la longueur des fibres de drupes de palmier à huile

En comparant nos résultats avec ceux trouvés dans la littérature, on trouve que l'introduction des feuilles d'alfa naturelles (coupées ou broyées) a amélioré significativement la cohésion de notre matériau et a augmenté légèrement son angle de frottement pour le cas des feuilles broyées. Ceci peut s'expliquer par le changement de la structure des fibres d'alfa naturelles coupées de 1 cm de longueur à l'état broyé, qui donne une certaine rugosité de la surface externe des feuilles.

## 4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, on s'est intéressé à l'effet des feuilles végétales d'alfa sur le comportement mécanique du limon GO. A partir de cette étude, on peut conclure ce qui suit :

- Dans un essai triaxial, la surface de rupture du limon renforcé avec les feuilles alfa distribuées de manière aléatoire dans la matrice du sol est plane et orientée de la même manière que celle prédite par la théorie de Coulomb
- un pourcentage de 2 % de feuilles intégrées dans la matrice du limon augmente la valeur du déviateur de contrainte au palier de 8 % dans le cas des feuilles coupées, et de 15 % dans le cas des feuilles broyées par rapport au limon seul.
- Le renforcement à l'aide des feuilles d'alfa fait apparaître une cohésion apparente dans le matériau, alors que celle-ci était nulle dans le cas du limon seul.
- L'intégration des feuilles d'alfa coupées ou broyées à hauteur de 2% dans la matrice du sol augmente légèrement l'angle de frottement du matériau.
- Les modules sécants  $E_{50}$  croient avec la contrainte de confinement. Cependant, l'intégration des feuilles d'alfa coupées ou broyées à hauteur de 2% n'influence pas les valeurs de ces modules.



## **Conclusion générale et perspectives**

L'objectif de notre travail était une contribution à l'étude du comportement des sols renforcés à l'aide de feuilles végétales d'alfa.

Notre modeste recherche a concerné principalement l'utilisation de l'alfa, une plante endémique des régions arides et semi-arides de l'Algérie, comme un matériau renfort dans les sols. Pour cela, nous avons analysé les propriétés mécaniques des fibres et des feuilles d'alfa ainsi que leur durabilité. L'étude de la biodégradation de l'alfa a été quantifiée en analysant les pertes de résistance mécanique et de perte de masse en fonction du temps.

Par ailleurs, des analyses au MEB et au diffractomètre RX ont permis de mieux comprendre le mécanisme d'endommagement lié à la biodégradabilité. Les résultats obtenus ont montré que les composants non celluloses (hémicelluloses, lignine) sont moins sujets à la biodégradation que la cellulose. Puisque celle-ci est considérée comme étant la principale composante de renfort de la paroi cellulaire de la plante, la disparition relativement rapide des fibres avait comme conséquence une baisse de la résistance de la feuille, de sa rigidité et de sa capacité à résister à des cycles de chargement répétés. Il semble qu'il est préférable d'utiliser les feuilles d'alfa brutes dans les applications où elles sont exposées à un environnement de dégradation (d'enfouissement de sols, les milieux humides, etc.). En effet, il a été démontré que les composants non-cellulosiques sont plus résistants à la biodégradation que la cellulose pure, et la cellulose pure pourraient bien être protégée par les autres constituants de la plante.

Notons que ce test de la biodégradation a été réalisé dans des conditions relativement sévères (température, humidité, présence de fumier de cheval riche en azote). Il faut garder à l'esprit que la cinétique réelle de la biodégradation des feuilles d'alfa sera différente si ces feuilles avaient été enfouies dans un sol réel ou si elles avaient simplement été laissés sur le sol, à l'interface sol / air. Par exemple, la biodégradation dans un environnement riche en minéraux et pauvre en matière organique serait considérablement plus lente.

Des essais de cisaillement direct ont été réalisés afin d'étudier le mécanisme d'interaction du sable compacté et des feuilles d'alfa naturelles. En variant l'orientation des feuilles d'alfa par rapport à la direction du cisaillement, les résultats expérimentaux ont montré que le frottement de l'interface s'est avéré un paramètre très important affectant la résistance au cisaillement des sols renforcés. Le frottement d'interface sable-alfa n'est pas influencé seulement par la surface extérieure des feuilles mais aussi par leurs orientations par rapport au plan de cisaillement. L'orientation perpendiculaire des feuilles au plan de cisaillement donne un angle de frottement plus élevé en comparaison avec les feuilles parallèles et inclinées. L'angle de frottement obtenu au niveau de l'interface est inférieur à l'angle de frottement interne du sable sec, et ceci pour les deux types d'alfa utilisés (cordes et feuilles naturelles) ; cela est dû à la faible rugosité et la faible surface de contact développée le long de l'interaction entre le sable et l'alfa.

L'effet des feuilles d'alfa naturelles sur le comportement du sol limoneux a été étudié sur des chemins triaxiaux. Les feuilles ont été mélangées avec le sol de manière aléatoire. Les résultats ont montré que la surface de rupture est plane et orientée selon les prédictions de la théorie de Coulomb. Un pourcentage de 2 % de feuilles intégrées dans la matrice du limon a augmenté la valeur du déviateur de contrainte au palier de 8 % dans le cas des feuilles coupées, et de 15 % dans le cas des feuilles broyées par rapport au limon seul. Le renforcement à l'aide des feuilles d'alfa a fait apparaître une cohésion apparente dans le

matériau, qui était nulle dans le cas du limon seul. L'intégration des feuilles d'alfa coupées ou broyées à hauteur de 2% dans la matrice du sol n'a pas d'effet remarquable sur l'angle de frottement du matériau, même si celui-ci a augmenté légèrement. Les modules sécants E50 croissent avec la contrainte de confinement. Cependant, l'intégration des feuilles d'alfa coupées ou broyées à hauteur de 2% n'influence pas les valeurs de ces modules.

Nous avons vu que l'utilisation de différentes fibres végétales contribue à l'amélioration des caractéristiques mécaniques des sols en contact. Cette amélioration a été observée dans la résistance au cisaillement, à la compression et éventuellement dans les grandeurs des angles de frottement et de la cohésion des différents sols étudiés.

En revanche, l'utilisation de ces fibres végétales comme des renforts dans les matériaux de construction ou dans les couches de remblai des sols, demande une protection contre tous les agents périphériques en raison de leur biodégradabilité. Les fibres végétales se prêtent à des modifications car ils portent des groupes hydroxyles de la cellulose et de la lignine. En outre le revêtement des fibres avec des matériaux chimiques réduit leurs absorptions d'eau et les protège de toute attaque bactérienne et des champignons.

En effet, il faut considérer que les matériaux composites renforcés par des fibres végétales sont en cours de développement ; actuellement leurs utilisations sont adaptées à des renforts sous certaines conditions d'utilisation : ouvrages temporaires ou matériaux hors eau/humidité/contact couche humique du sol (murs, par exemple).

## **Perspectives**

Notre étude a montré la complexité des phénomènes mis en jeu lorsqu'on utilise des fibres végétales, donc biodégradables, comme renforts dans les sols. Les perspectives pour poursuivre ce travail sont donc multiples, à savoir :

- Elargir l'étude de l'interaction fibres d'alfa-sol à d'autres types de sol moins frottant, plus argileux en utilisant des boîtes de cisaillement de dimensions plus grandes pour tenir compte de la taille des fibres et intégrer les hétérogénéités locales.
- Réaliser des essais triaxiaux avec différents pourcentages et différentes longueurs de feuilles d'alfa afin d'analyser leur effet sur la résistance du sol.
- Etudier la biodégradation des feuilles d'alfa naturelles dans un environnement riche en minéraux et organiquement pauvres pour se rapprocher des cas d'utilisation courante pour le renforcement de sols (remblais, etc.).
- Traitement des fibres végétales en vue d'augmenter leur résistance à la biodégradabilité.
- Etudier la variabilité des fibres, de leurs propriétés mécaniques, de leurs dimensions,...etc.
- Faire le lien entre avancement de la biodégradation et essais mécaniques triaxiaux ou en cisaillement.

## Bibliographie

**Ahmad, F., Bateni, F., Azmi, M.** (2010). Performance evaluation of silty sand reinforced with fibres. *Geotextiles and Geomembranes* Vol 28, 93–99.

**Akchiche, O., Messaoud, B.K.** (2007). Esparto grass (*Stipa tenacissima* L.), raw material of papermaking. First part. *Chimija rastitel'nogo syr'ja*, 4, 25-30.

**Anand, S.** (2008). Designer natural fibre geotextiles- A new concept. *Indian Journal of fibre & Textile Research*. Vol 33, pp 339-344.

**Baley, C** (2004). Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Technique de l'ingénieur*, Ref. AM. 5 130.

**Ben Brahim, S.B., Cheikh, R.B.** (2007). Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite. *Compos. Sci. Technol.* 67, 140–147.

**Bessadok, A., Langevin, D., Gouanvé, F., Chappey, C., Roudesli, S., and Marais, S.** (2008). Study of water-sorption on modified Agave fibres. *Carbohydrate Polymers*. Vol 76 (1), 74–85.

**Bessadok, A., Roudesli, S., Marais, S., Follain, N., Lebrun, L.** (2009). Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 40, 184–195.

- Bessadok, A., Belgacem, M.N., Dufresne, A., Bras, J.** (2010). Beneficial Effect of Compatibilization on the Aging of Cellulose-Reinforced Biopolymer Blends. *Macromol. Mater. Eng.* 295, 774–781.
- Biagiotti, J., Puglia, D., Kenny, J. M.** (2004). A Review on Natural Fibre-Based Composites-Part I. *Journal of Natural Fibers*, Vol. 1(2), p37-68.
- Biarez, J., Hicher, P. Y.** (1994). *Elementary Mechanics of Soil Behaviour: Saturated Remoulded Soils*. Balkema, pp 5-7.
- Bledzkî, A. K., Gassan, J.** (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer science*, vol. 24, pp. 221-274.
- Bouiri, B., Amrani, M.,** (2010). Production of dissolving grade pulp from Alfa. *BioRes.* 5(1), 291-302.
- Bu, L., Himmel, M.E., Crowley, M.F.,** (2015). The molecular origins of twist in cellulose I-beta. *Carbohydr. Polym.* 125, 146–152.
- Budhu, M.** (2010). *Soil mechanics and foundations*. 3<sup>ième</sup> edition, John Wiley & Sons, Inc, pp 262-264.
- Burgert, I., Gierlinger, N., Eder, M., Fratzl, P.,** (2006). The mechanical design of wood cell walls. *Journal of Biomechanics* , Vol39 , S351.
- Castelan, G.** (2010). *Polymères biodégradables*. *Technique de l'ingénieur*, p 1-25.
- Chaiyaput, S., Bergado, D. T., Artidteang, S.** (2014). Measured and simulated results of a Kenaf Limited life Geosynthetics (LLGs) reinforced test embankment on soft clay. *Geotextiles and geomembranes*, Vol 42, pp 39-47.
- Charlet, K., Jernot, J.P., Goumina, M., Biet, L., Bréard, J.** (2008). Analyse structurale et comportement mécanique d'une fibre de Lin. *Revue des composites et des matériaux avancés, Renforcement des polymères par des fibres végétales*, AMAC vol.18-n°2, pp.157-162.

**Charlet, K., Jernot, J.P., Gomina, M., Bréard, J., Morvan, C., Baley, C.** (2009). Influence of an Agatha flax fibre location in a stem on its mechanical, chemical and morphological properties". *Composite Science & Technology*, 69, 9, pp.1399-1403.

**Cheng, G., Zhang, X., Simmons, B., Singh, S.**, (2015). Theory, practice and prospects of X-ray and neutron scattering for lignocellulosic biomass characterization: towards understanding biomass pretreatment. *Energy Environ. Sci.* 8, 436–455.

**Conley, K., Whitehead, M.A., Ven, T.G.M. van de**, (2016). Chemically peeling layers of cellulose nanocrystals by periodate and chlorite oxidation. *Cellulose* 23, 1553–1563.

**Coronel, J.** (2006). Frictional interaction properties between geomaterials and geosynthetics. Thèse de doctorat, B.E., Escuela Superior Politecnica del Litoral, Espagne

**Dallel, M.**, (2012). Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil (PhD Thesis). Université de Haute Alsace – Mulhouse, France.

**Dasaka, S. M., Sumesh, K. S.** (2011). Effect of coir fiber on the stress – strain behavior of a reconstituted fine – grained soil. *Journal of Natural Fibers*, Vol 8, No3, pp 189-204.

**Ding, S.-Y., Liu, Y.-S., Zeng, Y., Himmel, M.E., Baker, J.O., Bayer, E.A.**, (2012). How Does Plant Cell Wall Nanoscale Architecture Correlate with Enzymatic Digestibility? *Science* 338, 1055–1060.

**Dollase, W.A.**, (1986). Correction of intensities for preferred orientation in powder diffractometry: application of the March model. *J. Appl. Crystallogr.* 19, 267–272.

**Duchemin, B., Corre, D.L., Leray, N., Dufresne, A., Staiger, M.P.**, (2015). All-cellulose composites based on microfibrillated cellulose and filter paper via a NaOH-urea solvent system. *Cellulose* 23, 593–609.

**Duchemin, B., Newman, R., Staiger, M.**, (2007). Phase transformations in microcrystalline cellulose due to partial dissolution. *Cellulose* 14, 311–320.

- Duchemin, B., Thuault, A., Vicente, A., Rigaud, B., Fernandez, C., Eve, S.,** (2012). Ultrastructure of cellulose crystallites in flax textile fibres. *Cellulose* 19, 1837–1854.
- Elhamdouni, Y., Khabbazi, A., Benayad, C., Dadi, A., Ahmid, O.I.** (2015). Effect of Fiber Alfa on Thermophysical Characteristics of a Material based on Clay. *Energy Procedia* 74, 718–727.
- Fibres Recherche Développement (FRD)** (2012). *Fibres et renforts végétaux Solutions composites*. Troyes – France.
- Fleureau, J. M., Verbrugge, J. C., Huergo, P., Gomes Correia, A., Kheirbek-Saoud, S.** (2002). Aspects of the behaviour of compacted clayey soils on drying and wetting paths. *Can. Geotech. J.* Vol. 39.
- Fratzl, P.,** (2003). Cellulose and collagen: from fibres to tissues. *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.* 8, 32–39.
- French, A.D., Cintrón, M.S.,** (2012). Cellulose polymorphy, crystallite size and the Segal Crystallinity Index. *Cellulose* 20, 583–588.
- Ghali, L., Zidi, M., Roudesli, S.,** (2006). Physical and Mechanical Characterization of Technical Esparto (Alfa) Fibres. *J. Appl. Sci.* 6, 2450–2455.
- Ghavami, K., Toledo Filho, R. D., Barbosa, N. P.** (1999). Behavior of composite soil reinforced with natural fibres”, *Cement and concrete Composite*, Vol 21, pp 39-48.
- Gjønnnes, J., Norman, N.,** (1958). The use of half width and position of the lines in the x-ray diffractograms of native cellulose to characterize the structural properties of the samples. *Acta Chem Scand* 12, 2028–2033.
- Gray, D. H., Ohashi, H.** (1983). Mechanics of fiber reinforcement in sand”, *Journal of Geotechnical Engineering*, Vol 109, No 3, pp 335-353.
- Gray, D. H., Al-Refeai, T.** (1986). Behavior of fabric – versus fiber reinforced sand”, *Journal of Geotechnical Engineering*, Vol 112, No 8, pp 804-820.



**Guinier, A.**, (1994). X-ray diffraction in crystals, imperfect crystals, and amorphous bodies. Courier Corporation, pp 121-149.

**Hamza, S., Saad, H., Charrier, B., Ayed, N., Charrier-El Bouhtoury, F.** (2013). Physico-chemical characterization of Tunisian plant fibers and its utilization as reinforcement for plaster based composites. *Ind. Crops Prod.* 49, 357–365.

**Hanana, S., Elloumi, A., Placet, V., Tounsi, H., Belghith, H., Bradai, C.**, (2015). An efficient enzymatic-based process for the extraction of high-mechanical properties alfa fibres. *Ind. Crops Prod.* 70, 190–200.

**Hejazi, S.M., Sheikhzadeh, M., Abtahi, S.M., Zadhoush, A.** (2012). A simple review of soil reinforcement by using natural and synthetic fibers. *Construction and Building Materials*, V30, pp 100–116.

**Hibouche, A.** (2013). Sols traités aux liants Performances hydro-mécaniques et hygro-thermiques Applications en BTP. Thèse de doctorat, LOMC, Université du Havre, France.

**Horrocks, A.R., Anand, S.C.** (2000). *Handbook of Technical Textiles*. Woodhead Publishing Limited in association with The Textile Institute Abington Hall, Abington Cambridge CB1 6AH. England.

**Ho Thi, T. N.** (2008). Étude de l'influence de la température et de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco. Thèse de doctorat, Université du Québec, Montréal, Canada

**Hu, Z., Liu, Y., Chen, G., Gui, X., Chen, T., Zhan, X.**, (2011). Characterization of organic matter degradation during composting of manure–straw mixtures spiked with tetracyclines. *Bioresour. Technol.* 102, 7329–7334.

**Iqraz, N.K., Swami, S.** (2004). A study of the phenomenon of soil-reinforcement interaction. *Journal -The Institution of Engineers, Malaysia* Vol. 66, No. 2, 2004.

- Isogai, A.**, (1989). Solid-state CP/MAS  $^{13}\text{C}$  NMR study of cellulose polymorphs. *Macromolecules* 22, 3168–3172.
- ISO 12957-1.** (2005) : Géosynthétiques – Détermination des caractéristiques de frottement. Partie 1 : Essai de cisaillement direct. Norme internationale.
- Jaballi, S., Miraoui, I., Hassis, H.** (2015). Optimization of Flexural Strength and Thermal Conductivity of Mortar Reinforced With Alfa Fibers. *Appl. Mech. Mater.* Vol 799-800, 794-799.
- Keckes, J., Burgert, I., Frühmann, K., Müller, M., Kölln, K., Hamilton, M., Burghammer, M., Roth, S.V., Stanzl-Tschegg, S., Fratzl, P.**, (2003). Cell-wall recovery after irreversible deformation of wood. *Nat. Mater.* 2, 810–813.
- Khalidi, M., Vivet, A., Poilâne, C., Doudou, B.B., Chen, J., Bourmaud, A., Sereir, Z.** Etude en rupture d'un composite à fibres végétales d'Alfa, in : Conférence Matériaux, Colloque Eco-matériau, 24-28 Novembre 2014, Montpellier, France.
- Köhler, L., Spatz, H.C.** (2002). Micromechanics of plant tissues beyond the linear elastic range. *Planta*, 215, p. 33-40.
- Krassig, M.A.** (1993). *Cellulose: Structure, Accessibility and Reactions, Polymer Monographs.* Gordon and Breach Science Publishers, 11, Yverdon, Switzerland, 76-120.
- Kugan, R., Sarsby, R.W.**, (2011). In-soil biodegradation of palm mat geotextiles. *Land Degrad. Dev.* 22, 463–471.
- Lehtiö, J., Sugiyama, J., Gustavsson, M., Fransson, L., Linder, M., Teeri, T.T.**, (2003). The binding specificity and affinity determinants of family 1 and family 3 cellulose-binding modules. *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* 100, 484–489.
- Liu, Y.-S., Baker, J.O., Zeng, Y., Himmel, M.E., Haas, T., Ding, S.-Y.**, (2011). Cellobiohydrolase Hydrolyzes Crystalline Cellulose on Hydrophobic Faces. *J. Biol. Chem.* 286, 11195–11201.

- Lopes, M. L.** (2002). Soil – Geosynthetic Interaction, Geosynthetics and Their Applications, Shukla, S. K., editor. Thomas Telford Publishing, pp 55.
- Mabrouk, A.B., Kaddami, H., Boufi, S., Erchiqui, F., Dufresne, A.,** (2012). Cellulosic nanoparticles from alfa fibers (*Stipa tenacissima*): extraction procedures and reinforcement potential in polymer nanocomposites. *Cellulose* 19, 843–853.
- Maity, J., Chattopadhyay, B. C., Mukherjee, S.P.** (2011). Variation of compaction characteristics of sand randomly mixing with various natural fibers », Proceedings of Indian Geotechnical Conference, December 15-17, Kochi, No. H -287.
- Marandi, S.M., Bagheripour, M.H., Rahgozar, R., Zare, H.** (2008). Strength and Ductility of Randomly Distributed Palm Fibers Reinforced Silty-Sand Soils. *American Journal of Applied Sciences* 5 (3): 209-220.
- Marrakchi, Z., Khiari, R., Oueslati, H., Mauret, E., Mhenni, F.,** (2011). Pulping and papermaking properties of Tunisian Alfa stems (*Stipa tenacissima*)—Effects of refining process. *Ind. Crops Prod.* 34, 1572–1582.
- Mechakra, H., Nour, A., Lecheb, S., Chellil, A.,** (2015). Mechanical characterizations of composite material with short Alfa fibers reinforcement. *Compos. Struct.* 124, 152–162.
- Meirhaeghe, C.** (2011). Evaluation de la disponibilité et de l’accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France. Etude réalisée pour le compte de l’ADEME par Fibres Recherche Développement.
- Mwasha, A., Petersen, A.,** (2010). Thinking outside the box: The time dependent behaviour of a reinforced embankment on soft soil. *Mater. Des.* 31, 2360–2367.
- Nam, S., French, A.D., Condon, B.D., Concha, M.,** (2016). Segal crystallinity index revisited by the simulation of X-ray diffraction patterns of cotton cellulose I $\beta$  and cellulose II. *Carbohydr. Polym.* 135, 1–9.

- Nishiyama, Y., Langan, P., Chanzy, H.,** (2002). Crystal structure and hydrogen-bonding system in cellulose I $\beta$  from synchrotron x-ray and neutron fibre diffraction. *J Am Chem Soc* 124, 9074–9082.
- NF EN 933-8.** (1999) : Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats. Partie 8 : Evaluation des fines- Equivalent de sable. Norme Européenne Française, AFNOR.
- NF P 94-054.** (1991) : Détermination de la masse volumique des particules solides des sols. Méthode du pycnomètre à eau. Norme Française, AFNOR.
- NF P 94-057.** (1992) : Analyse granulométrique des sols. Méthode par sédimentation. Norme Française, AFNOR.
- NF P 94-051.** (1993) : Détermination des limites d'Atterberg. Limite de liquidité à la coupelle – Limite de plasticité au rouleau. Norme Française, AFNOR.
- NF P 94-071-1.** (1994) : Essai de cisaillement rectiligne à la boîte. Partie 1 : Cisaillement direct. Norme Française, AFNOR
- NF P 94-056.** (1996) : Analyse granulométrique. Méthode par tamisage à sec après lavage. Norme Française, AFNOR.
- NF P 94-068.** (1998) : Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux. Essai à la tâche. Norme Française, AFNOR.
- Oehme, D.P., Doblin, M.S., Wagner, J., Bacic, A., Downton, M.T., Gidley, M.J.,** (2015). Gaining insight into cell wall cellulose microfibril organisation by simulating microfibril adsorption. *Cellulose* 22, 3501–3520.
- Ouagne P** (2008). Composites à Fibres Naturelles : Enjeux et Utilisations. Laboratoire PRISME Mécanique des Matériaux Hétérogènes. Exposé, Université Orléans, France.

- Paiva, M.C., Ammar, I., Campos, A.R., Cheikh, R.B., Cunha, A.M.,** (2007). Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization. *Compos. Sci. Technol.* 67, 1132–1138.
- Penttilä, P.A., Várnai, A., Pere, J., Tammelin, T., Salmén, L., Siika-aho, M., Viikari, L., Serimaa, R.,** (2013). Xylan as limiting factor in enzymatic hydrolysis of nanocellulose. *Bioresour. Technol.* 129, 135–141.
- Pérez, J., Munoz-Dorado, J., de la Rubia, T., Martínez, J.,** (2002). Biodegradation and biological treatments of cellulose, hemicellulose and lignin: an overview. *Int. Microbiol.* 5, 53–63.
- Philipp, B.** (1990). Organic solvents for cellulose». *Polymer News*, Vol 6, pp 170-175.
- Poilâne, C., Vivet, A., Momayez, L., Doudou, B.B., Ayachi, M., Chen, J.,** (2009). Traction de fibre unitaire et mesure des déformations en champ complet. Application à la fibre de lin. *Comptes Rendus des JNC 16-Toulouse*, France.
- Plameira, E.M.** (1987). The study of soil-reinforcement interaction by means of large-scale laboratory test. Thèse de doctorat, université d’Oxford, Royaume-Uni.
- Pritchard, M., Sarsby, R.W., Anand, S.C.,** (2000). Textiles in civil engineering. Part 2 – natural fibre geotextiles, in: *Handbook of Technical Textiles*. Elsevier, pp. 372–406.
- Preston, R.D.,** (1974). *The physical biology of plant cell walls*. Chapman and Hall, London.
- Ramírez, D.A., Valladares, F., Domingo, F., Bellot, J.,** (2008). Seasonal water-use efficiency and chlorophyll fluorescence response in alpha grass (*Stipa tenacissima* L.) is affected by tussock size. *Photosynthetica* 46, 222–231.
- Rokbi, M., Osmani, H., Imad, A., Benseddiq, N.,** (2011). Effect of Chemical treatment on Flexure Properties of Natural Fiber-reinforced Polyester Composite. *Procedia Engineering* Vol 10, 2092–2097.

- Rowell, R. M., Anand, R.** (1997). Utilization of Natural Fibers in Plastic Composites: Problems and Opportunities, in *Lignocellulosic-Plastics Composites*, A.L. Leao, F.X. Carvalho, and E. Frollini, Eds., pp 23-52, Universidade de Sao Paulo Press, Sao Paulo, Brazil.
- Santa-Maria, M., Jeoh, T.,** (2010). Molecular-Scale Investigations of Cellulose Microstructure during Enzymatic Hydrolysis. *Biomacromolecules* 11, 2000–2007.
- Sarsby, R.W.,** (2007). Use of “Limited Life Geotextiles” (LLGs) for basal reinforcement of embankments built on soft clay. *Geotext. Geomembr.* 25, 302–310.
- Saha, P., Roy, D., Manna, S., Adhikari, B., Sen, R., Roy, S.** (2012). Durability of transesterified jute geotextiles. *Geotextiles and Geomembranes* 35 69-75.
- Santhi Krishna, K., Sayida, M. K.** (2009). Behavior of black cotton soil reinforced with Sisal fibre. 10th National Conference on Technological trends (NCTT09), 6-7, College of Engineering Trivandrum, India.
- Satyanarayana, K. G., Sukumaran, K., Mukherjee, P. S.** (1986). Materials science of some lignocellulosic fibers. *Metallography*, vol. 19, pp. 389-400.
- Sedan, D.** (2007). Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite. Thèse de doctorat, Université de Limoges, France.
- Scheller, H.V.** (2007). Biosynthesis of pectin, *Physiologia Plantarum*, Vol 129, pp.283–295.
- Schuster, E., Dunn-Coleman, N., Frisvad, J.C., Van Dijck, P.W.** (2002). On the safety of *Aspergillus niger* – a review. *Applied Microbiology and Biotechnology*, Vol 59, pp.426–435
- Scholey, J.J., Wilcox, P.D., Wisnom, M.R., Friswell, M.I.,** (2010). Quantitative experimental measurements of matrix cracking and delamination using acoustic emission. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 41, 612–623.

**Siau, J. F.** (1995). Wood: Influence of moisture on physical properties: Department of Wood Science and Forest Products, Virginia Polytechnic Institute and State University, USA. Carvalho, and E. Frollini, Eds., pp. 23-51.

**Siu, R.G.H.,** (1951). Microbial Decomposition of Cellulose: With Special Reference to Cotton Textiles. Reinhold Publishing Corp, New York.

**Sivakumar Babu, G. L., Vasudevan, A. K.** (2008). Strength and stiffness response of coir fiber – reinforced tropical soil. Journal of Materials in Civil Engineering, Vol 20, No9, pp 571-577.

**Spatz, H. CH., Köhler, L., Niklas, K.J.** (1999). Mechanical behavior of plant tissue: composite materials or structures. The Journal of Experimental Biology, 202, p. 3269-3272.

Spraget, H.W.G., (1989). Spreadsheet simulation of x-ray powder diffraction. Comput. Educ. 13, 101–108.

**Su, Y., Burger, C., Ma, H., Chu, B., Hsiao, B.S.,** (2015). Exploring the Nature of Cellulose Microfibrils. Biomacromolecules 16, 1201–1209.

**Tjahjanto, D.D., Girlanda, O., Östlund, S.,** (2015). Anisotropic viscoelastic–viscoplastic continuum model for high-density cellulose-based materials. J. Mech. Phys. Solids 84, 1–20.

**Tanchaisawat, T., Bergado, D.T., Artidteang, S., Saowapakpiboon, J.** (2013). Measured and Simulated Interactions between Kenaf Geogrid Limited Life Geosynthetics (LLGs) and Silty Sand Backfill. Proceedings of the 18th International Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering, Paris.

**Tatlisoz, N., Edil, T.B., Benson, C.H.** (1998). Interaction between Reinforcing Geosynthetics and Soil-Tire Chip Mixtures.” Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, pp 1109-1119.

**Tuna,S.C., Altun S.** (2012). Mechanical behaviour of sand-geotextile interface”. Scientia Iranica, Transactions A: Civil Engineering, 19 (4), 1044–1051.

- Tuomela, M., Vikman, M., Hatakka, A., Itävaara, M.,** (2000). Biodegradation of lignin in a compost environment: a review. *Bioresour. Technol.* 72, 169–183.
- Vallet, C., Chabbert, B., Czaninski, Y., Monties, B.,** (1996). Histochemistry of Lignin Deposition during Sclerenchyma Differentiation in Alfalfa Stems. *Ann. Bot.* 78, 625–632.
- Viëtor, R.J., Mazeau, K., Lakin, M., Pérez, S.,** (2000). A priori crystal structure prediction of native celluloses. *Biopolymers* 54, 342–354.
- Vieira, C.S., Lopes, M.L.** (2013). Soil-Geosynthetic Interface Shear Strength by Simple and Direct Shear Tests. *Proceedings of the 18th International Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering*, 2–6 September, Paris, France.
- Wakelyn, P.J., Bertonière, N.R., French, A.D.** (1998). Cotton fibers”. In: Lewin (M.), Pearce (E.M.), editors. *Handbook of fibre Science and Technology*. New York; Marcel Dekker, pp 577.
- XP G 38-064.** (2010) : Utilisation des géotextiles et produits apparentés : Murs inclinés et talus raidis en sols renforcés par nappes géosynthétiques. Justification du dimensionnement et éléments de conception. Normalisation française.





