

Caractérisation et microstructure des ciments renforcés de fibres de cellulose

Mohamed-Mouldi KHENFER

Maître de conférence
au Centre universitaire de Laghouat (Algérie)

Pierre MORLIER

Professeur et directeur
du Laboratoire de Rhéologie de bois
de Bordeaux (France)

RÉSUMÉ

L'incorporation de fibres dans le ciment permet d'améliorer la résistance à la traction du matériau obtenu et d'en diminuer la fragilité. L'hypothèse selon laquelle les fibres permettent de maîtriser le mécanisme de fissuration en retardant le départ de la fissure et en la contrôlant une fois qu'elle apparaît est vérifiée. Les fibres de cellulose sont considérées comme un bon substitut aux fibres d'amiante dans le ciment, en raison de leur faible coût et de leurs bonnes propriétés mécaniques. Ces propriétés de résistance peuvent être encore renforcées si l'on utilise des fibres préalablement traitées et si l'interface fibre-matrice est améliorée avec certains agents chimiques. Après avoir vérifié l'isotropie du matériau, nous présentons une évaluation des caractéristiques mécaniques des ciments renforcés par des fibres de cellulose. Celles-ci sont issues de procédés de fabrication différents. Une étude de la microstructure du matériau et du mécanisme de rupture durant le chargement est effectuée et la durabilité du matériau soumis à un vieillissement accéléré est également étudiée. Les analyses montrent que les composites renforcés de fibres longues blanchies et préparées selon un procédé chimique (Kraft) sont des matériaux dotés de bonnes propriétés de résistance. L'étude des surfaces de rupture au microscope électronique révèle une liaison interfaciale efficace entre la fibre et la matrice et non affectée quand le matériau est soumis à un vieillissement accéléré.

MOTS CLÉS : 32 - Ciment - Renforcement (Gén.) - Fibre - Cellulose - Résistance (matér.) - Eprouvette - Rupture - Flexion - Choc - Microtexture - Traction - Caractéristiques - Mécanique - Durabilité - Méthode d'essai - Vieillissement.

Introduction

Les ciments et les bétons actuels sont renforcés par l'adjonction de fibres d'amiante de façon à leur conférer de meilleures propriétés mécaniques. Mais l'utilisation de l'amiante a été remise en cause par la législation sur la santé. Les fibres de cellulose qui, contrairement aux fibres d'amiante, proviennent d'une source renouvelable, sont considérées comme de bonnes substitutions aux fibres d'amiante dans le ciment en raison de leur faible coût et de leurs bonnes propriétés mécaniques. Le tableau I permet de comparer les propriétés mécaniques et géométriques de quelques fibres utilisées pour le renforcement du ciment.

Le renforcement des ciments par des fibres cellulosiques donne un matériau composite qui peut remplacer l'amiante-ciment dans de nombreuses applications telles que les plaques de toiture, la tuyauterie, les revêtements de murs et d'autres applications internes. Des études antérieures [1] ont montré que les ciments renforcés de fibres de cellulose possèdent de bonnes résistances à la rupture, équivalentes à celles des ciments renforcés de fibres d'amiante. Ces propriétés peuvent être améliorées si l'on utilise des fibres préalablement traitées et si l'interface fibre-matrice est traitée chimiquement, ce qui minimise l'effet hygroscopique et augmente la liaison interfaciale.

Dans cette étude, nous donnons une évaluation des caractéristiques mécaniques des ciments renforcés par des fibres de cellulose qui diffèrent par leurs procédés de fabrication, tout en essayant de comprendre le mode de rupture par visualisation des surfaces de rupture au microscope électronique à balayage. Ensuite nous étudions la durabilité du matériau conservé dans différents milieux hygroscopiques, et nous le comparons au matériau témoin.

TABLEAU I
Caractéristiques mécaniques et physiques de quelques fibres

Fibres	Diamètre (μm)	Longueur (mm)	Densité	Résistance en traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement (%)	Prix par kg (FF)
Cellulose	14 - 45	1 à 3	1,50	150 - 500	20 - 40	8 - 12	3
Amiante	0,02 - 20	20 - 80	2,5 - 3,4	300	160	2 - 3	5 - 6
Acier	5 - 500	20 - 80	7,8	1 000 - 3 000	200	3 - 4	8
Verre	5 - 20	40 - 70	2,6	150 - 300	80	2 - 3,5	20

TABLEAU II
Propriétés mécaniques et physiques des éprouvettes coupées dans les deux directions (longitudinale et transversale)

Sens de découpe des éprouvettes	Module d'Young E_b (GPa)	Résistance à la flexion σ_b (MPa)	Énergie de rupture statique (kJ/m ²)
Direction longitudinale	13,7 ± 0,3	29,6 ± 3,3	3,69 ± 0,80
Direction transversale	14,0 ± 0,6	28,0 ± 3,0	3,95 ± 0,96

TABLEAU III
Propriétés mécaniques et physiques des ciments renforcés avec différents types de fibres

Nature des fibres	Module d'Young (GPa)	Résistance à la flexion σ_b (MPa)	Énergie de rupture (kJ/m ²)	Résistance au choc (kJ/m ²)	Densité
Fibres longues non blanchies	10, 3 ± 0,3	10, 9 ± 1,2	0, 63 ± 0,17	13,22 ± 3,82	1,40 ± 0,04
Fibres courtes blanchies	14, 5 ± 0,7	25, 3 ± 2,0	1, 53 ± 0,30	20,28 ± 3,35	1,52 ± 0,03
Fibres longues blanchies	13, 2 ± 0,3	27, 1 ± 2,8	3, 59 ± 0,34	25,88 ± 0,05	1,42 ± 0,05

TABLEAU IV
Caractéristiques mécaniques pour différents milieux hygroscopiques

Durée en jours	Éprouvettes continuellement dans l'air			Éprouvettes continuellement dans l'eau			Éprouvettes soumises à des cycles		
	E (GPa)	σ_b (MPa)	E_r (kJ/m ²)	E (GPa)	σ_b (MPa)	E_r (kJ/m ²)	E (GPa)	σ_b (MPa)	E_r (kJ/m ²)
0	18,2 ± 0,2	33,5 ± 1,5	3,38 ± 1,20	18,2 ± 0,2	33,5 ± 1,5	3,38 ± 1,20	18,2 ± 0,2	33,5 ± 1,5	3,38 ± 1,20
20	16,8 ± 1,2	29,6 ± 1,2	2,13 ± 0,37	15,7 ± 0,5	25,8 ± 2,1	4,03 ± 0,59	17,5 ± 0,6	31,5 ± 1,1	2,34 ± 1,08
40	17,2 ± 0,7	32,6 ± 0,7	2,38 ± 1,50	15,4 ± 0,4	24,9 ± 0,9	4,32 ± 1,09	17,9 ± 0,3	31,5 ± 0,7	1,55 ± 0,22
60	17,9 ± 0,4	31,3 ± 1,4	2,35 ± 1,02	15,0 ± 0,40	25,3 ± 1,1	4,97 ± 1,04	17,0 ± 0,8	27,0 ± 1,2	2,06 ± 0,47

Détails expérimentaux

Les fibres

Les différentes fibres de cellulose utilisées dans cette étude sont :

➤ des fibres longues de pin ($L = 3 \text{ mm}$, $D = 30 \mu\text{m}$) préparées par voie chimique, blanchies et raffinées à un degré de 550 CSF (soit 26°SR) ;

➤ des fibres longues provenant de la même source mais préparées par voie thermomécanique à haute température, non blanchies et qui ont le même degré de raffinage ;

➤ des fibres courtes d'eucalyptus ($L = 1 \text{ mm}$, $D = 14 \mu\text{m}$) préparées par voie chimique, blanchies et raffinées à un degré de 550 CSF.

Fabrication du matériau

La cellulose qui sera mélangée par la suite à la matrice, avec une teneur massique en fibres de l'ordre de 10 %, est défibrée dans l'eau à une concentration de 6 g/l, puis on ajoute la matrice qui est composée du ciment CPA55 et de 10 % de silice Gallardon 400. Le mélange est malaxé pendant 3 min, puis versé dans une formette de $250 \times 250 \text{ mm}$, sur laquelle l'évacuation se fait par aspiration. On réalise ainsi des monocouches de quelques millimètres d'épaisseur. Pour réaliser la manutention des monocouches, il faut procéder de deux façons différentes. Pour la première feuille, un velin est appliqué sur la monocouche afin de faciliter le décollage du composite ; les deux monocouches suivantes sont empilées directement sur la première sans passer par l'application du velin. Enfin, on procède à la découpe des trois jets au massicot et on superpose deux tricouches pour obtenir le produit final. Le matériau est pressé à 18,5 MPa avec une montée en charge sur 7 min. Enfin, les composites sont stockés dans des sacs en plastique pendant 24 h, puis sont autoclavés durant 20 h à une température de 170°C sous une pression de 7 bar.

Méthodes d'essais

Avant essais, les éprouvettes, coupées aux dimensions choisies, sont placées dans une atmosphère contrôlée (humidité relative $50 \pm 5 \%$ et température de $22 \pm 2^\circ\text{C}$) pendant 5 jours. Pour étudier l'effet de l'orientation des fibres, les éprouvettes sont coupées dans les deux directions du matériau (direction

longitudinale et transversale). Des éprouvettes rectangulaires normalisées [2] de dimensions ($150 \times 50 \text{ mm}$) sont utilisées pour déterminer la résistance, le module d'Young et l'énergie de rupture en flexion 4 points. Elles sont sollicitées à une vitesse de 2 mm/min sur une machine Adamel (Modèle DY25). La flèche est mesurée au milieu de l'éprouvette à l'aide d'un capteur inductif de course maximale 10 mm. Les résultats des essais en flexion sont obtenus avec une acquisition automatique des données. Le module d'Young E_b est calculé à partir de la pente charge-flèche. L'énergie de rupture statique est déterminée par l'aire sous la courbe force-déplacement divisée par la section de l'éprouvette. La résilience est mesurée à l'aide d'un pendule Charpy sur des petites éprouvettes. L'étude de la durabilité est conduite sur des éprouvettes soumises à trois tests différents :

a) immersion continue dans l'eau pendant 60 jours,

b) cycles de séchage à 70°C pendant 24 h et immersion dans l'eau à 20°C pendant la même durée (30 cycles ont été appliqués),

c) éprouvettes exposées continuellement à l'air (ambiance de laboratoire).

Les éprouvettes sont testées après 20, 40 et 60 jours et leurs propriétés mécaniques sont comparées à celles des éprouvettes témoins.

Résultats et discussions

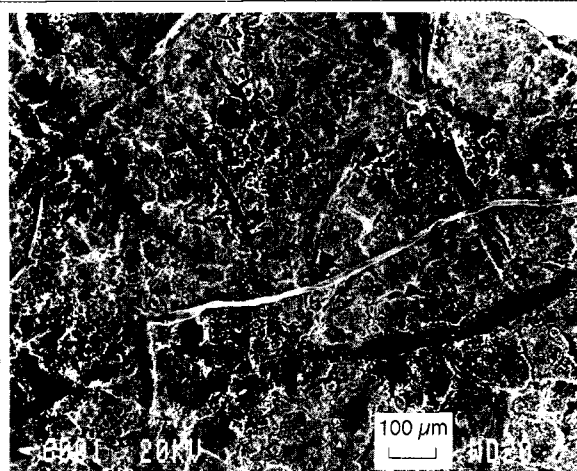
Les tableaux II, III et IV présentent les caractéristiques mécaniques et physiques des ciments renforcés par différents types de fibres et soumis à des cycles de séchage-immersion.

Effet de l'orientation des fibres de cellulose

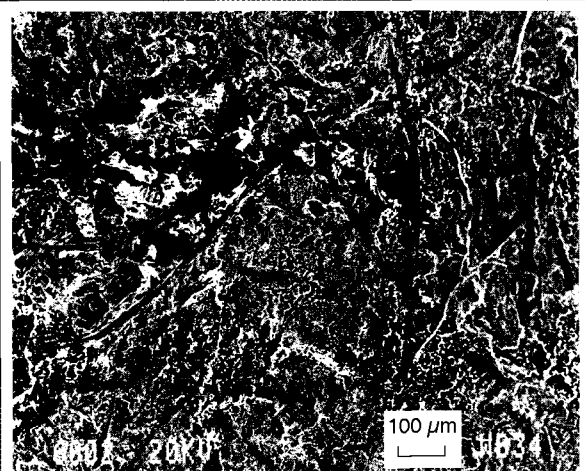
Dans le tableau II, il apparaît que le module d'Young E_b et la résistance à la flexion σ_b sont sensiblement les mêmes pour les éprouvettes coupées dans les deux directions.

Des éprouvettes coupées dans les deux directions sont examinées au microscope électronique à balayage (la technique utilisée consiste à les imprégner dans l'acide chlorhydrique $\text{H}_3\text{O}^+\text{Cl}^-$ afin d'exposer les fibres). L'examen de ces éprouvettes au microscope électronique (fig. 1) montre bien que les fibres sont dispersées au hasard dans toutes les directions ; il n'y a pas d'orientation préférentielle.

Fig. 1 - Distribution des fibres dans la matrice ciment.

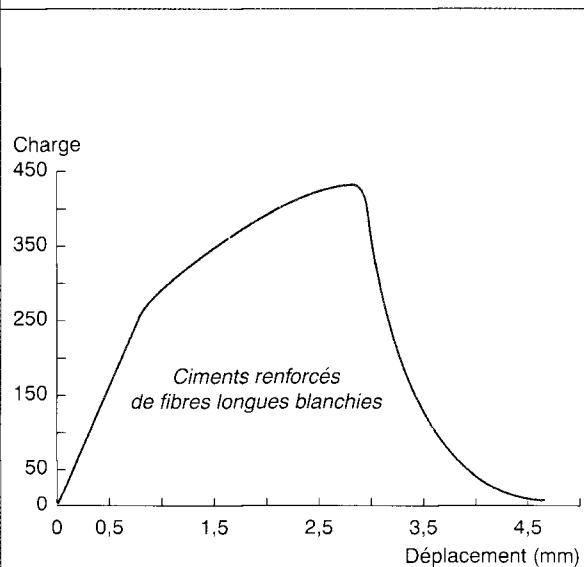


a. Dans la direction longitudinale

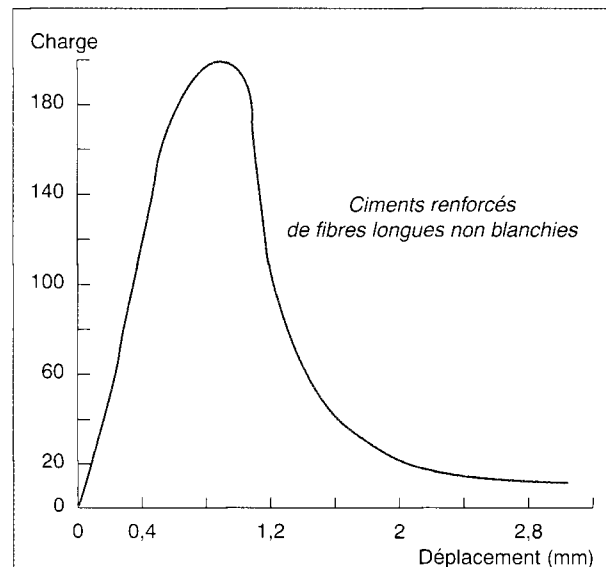


b. Dans la direction transversale

Fig. 2 - Courbes charge-déplacement.



a. Ciments renforcés de fibres longues blanchies



b. Ciments renforcés de fibres longues non blanchies

**Effet des fibres.
Résistance à la flexion**

Le tableau III et la figure 1 montrent que les composites renforcés de fibres blanchies ont des valeurs de résistance, de module d'Young et d'énergie de rupture plus élevées que celles des composites renforcés de fibres non blanchies. Ceci est dû au prétraitement des fibres, qui élimine les produits nuisibles et indésirables. Il est connu que les fibres non blanchies sont couvertes de lignine, relativement rigide, qui manque de compatibilité chimique avec le ciment [3].

La lignine, couvrant la fibre, réduit donc la surface de liaison entre celle-ci et la matrice et provoque, par la suite, de faibles résistances.

En comparant les ciments renforcés de fibres longues blanchies ($L \approx 3 \text{ mm}$, $d \approx 30 \mu\text{m}$) et de fibres courtes blanchies ($L \approx 1 \text{ mm}$, $d \approx 14 \mu\text{m}$), on remarque que les premiers ont une résistance à la flexion et une énergie de rupture statique supérieures à celles des derniers (fig. 2).

Des essais [4] sur des pâtes (sans ciment) de fibres longues de pin et de fibres courtes d'eucalyptus ont

montré qu'elles ont des propriétés de résistance en traction identiques. Par contre, les ciments renforcés de fibres courtes développent de plus faibles résistances que ceux renforcés de fibres longues.

Énergie de rupture

Les valeurs de l'énergie de rupture statique des composites renforcés par différents types de fibres montrent que celles des composites renforcés de fibres thermomécaniques non blanchies sont très faibles (tableau II). Ceci est dû au fait que, pour une même proportion en masse de fibres et durant la rupture, il y a plus de fibres traversant la fissure [5] dans le cas des composites renforcés de fibres chimiques que dans le cas des composites renforcés de fibres thermomécaniques.

Les valeurs de l'énergie de rupture des éprouvettes renforcées de fibres longues blanchies sont plus élevées que celles des éprouvettes renforcées de fibres courtes blanchies (fig. 3). On peut supposer que les fibres courtes ($L \approx 1 \text{ mm}$, $d \approx 14 \mu\text{m}$) développent moins de résistance après chargement que les fibres longues ($L \approx 3 \text{ mm}$, $d \approx 30 \mu\text{m}$).

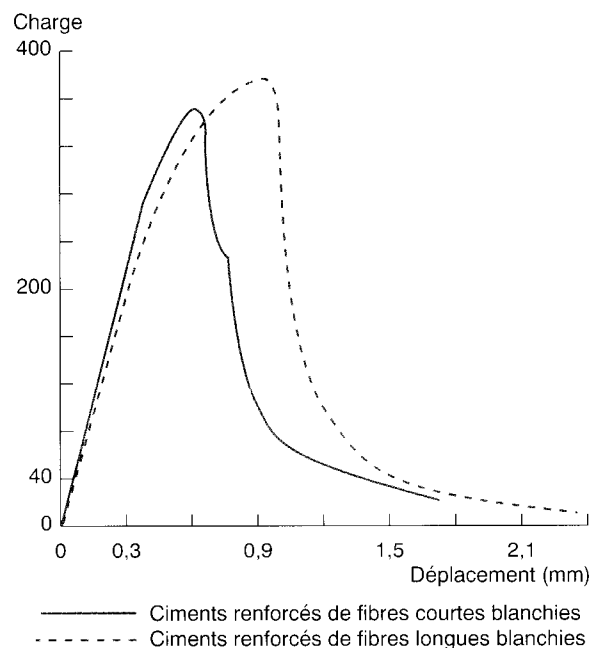


Fig. 3 - Courbes charge-déplacement.

Ces remarques ont bien été confirmées par les études faites sur des ciments renforcés de fibres végétales de sisal testées en traction [6] : les fibres ayant une petite longueur ancrée tendent à se déchausser tandis que celles ayant une grande longueur ancrée tendent à se rompre. Le changement du mode de rupture a lieu quand le rapport L/d est de l'ordre de 60.

Les fibres courtes d'eucalyptus ont un rapport L/d de l'ordre de 70, alors que les fibres lon-

gues de pin ont un rapport L/d de l'ordre de 100. Ceci suppose que les fibres longues peuvent offrir une grande résistance au déchaussement quand le composite est chargé, ce qui entraîne de fortes valeurs de l'énergie de rupture statique.

Résistance au choc

La résistance au choc est l'énergie de rupture sous charge dynamique, qui peut donner une indication sur la fragilité du matériau.

On a fait des essais sur des petites éprouvettes ($8 \times 7 \times 50 \text{ mm}$), en utilisant le pendule Charpy modifié. Malgré les dispersions très fortes (éprouvettes petites), la tendance à l'augmentation des résistances avec l'incorporation des fibres est bien marquée. La comparaison des résistances au choc des composites renforcés avec différents types de fibres montre que cette caractéristique est en liaison étroite avec la résistance à la rupture statique ; les composites ayant donné une grande énergie de rupture sont les plus résistants au choc.

Étude des surfaces de rupture par microscopie électronique

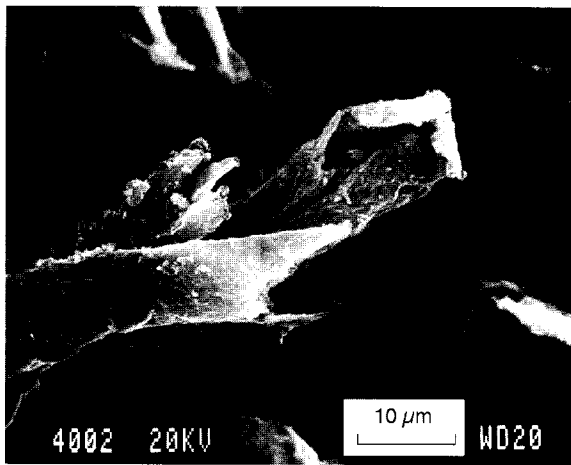
Les observations, au microscope électronique à balayage, des fibres blanchies et des surfaces de rupture obtenues en flexion 4 points des ciments renforcés par différents types de fibres sont présentées sur les figures 4, 5, 6 et 7.

La figure 4 montre que le processus de blanchissement nettoie la surface de la fibre et élimine la couche de lignine qui est bien visible dans le cas des fibres non blanchies.

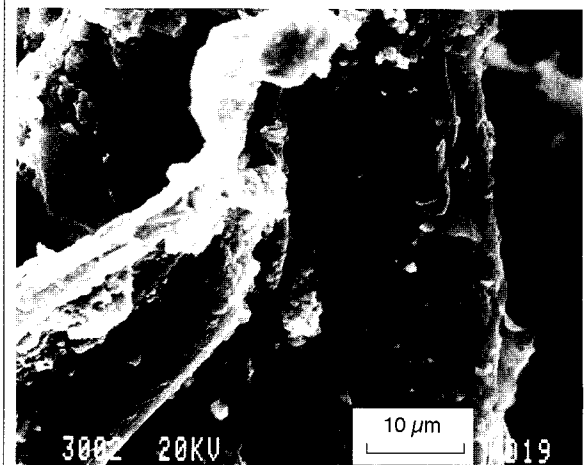
L'examen des surfaces de rupture des composites renforcés de fibres non blanchies (fig. 5) indique que la rupture a lieu par déchaussement des fibres. On remarque (fig. 5a et 5b) que l'extrémité des fibres est pointue, avec diminution de sa section. De plus, on observe la présence de trous attestant que la fibre a glissé et a été enlevée. Cette constatation confirme bien la fragilité du matériau car, durant la rupture, les fibres ne s'opposent pas à la propagation des fissures.

Dans le cas des ciments renforcés de fibres longues et blanchies, on remarque que la rupture a lieu, en grande partie, par fracture des fibres, ce qui nécessite une grande énergie de rupture, d'où une bonne ductilité du matériau (fig. 6a). Un agrandissement plus important (fig. 6b) fait apparaître que la fibre est rompue à son extrémité.

Fig. 4 - Aspect des fibres de cellulose.

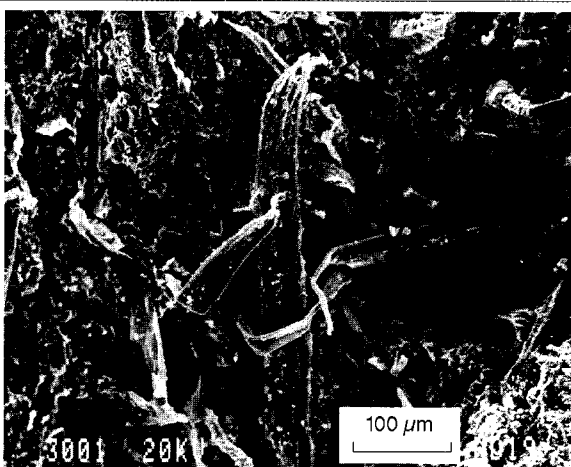


a. Fibre blanchie

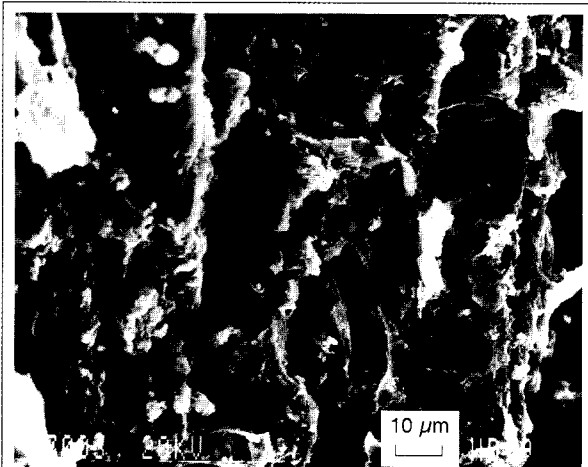


b. Fibre non blanchie

Fig. 5 - Surfaces de rupture de ciments renforcés de fibres non blanchies.

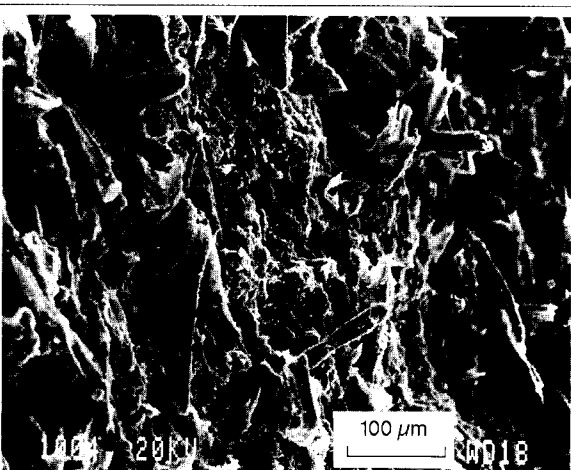


a.

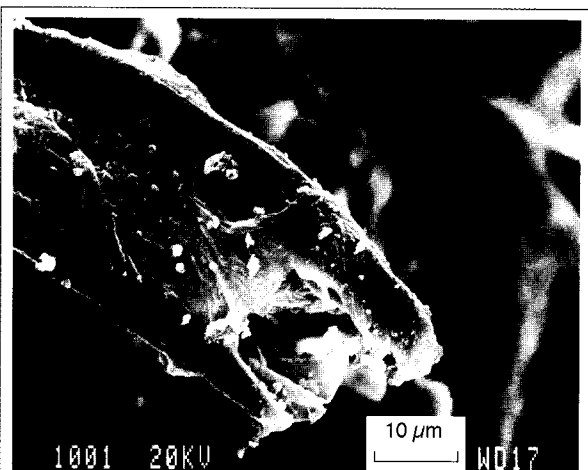


b.

Fig. 6 - Surfaces de rupture de ciments renforcés de fibres longues blanchies.

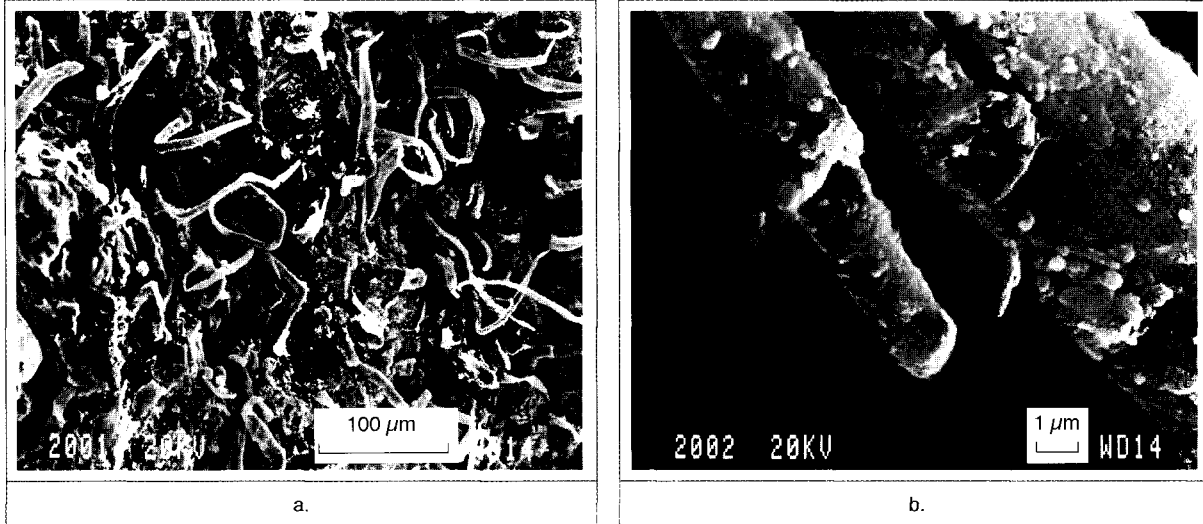


a.



b.

Fig. 7 - Surfaces de rupture de ciments renforcés de fibres courtes d'eucalyptus.



Cette différence dans la rupture entre les composites renforcés de fibres blanchies et de fibres écruées est due à deux raisons :

- ❶ dans le cas des fibres non blanchies, les extraits provenant de la fibre empoisonnent la matrice et entraînent une liaison interfaciale très faible entre celle-ci et la fibre ;
- ❷ les fibres blanchies sont chimiquement compatibles avec le ciment avec, pour conséquence, une bonne liaison entre celle-ci et la fibre.

Les observations des surfaces de rupture des ciments renforcés de fibres blanchies courtes (fig. 7) montrent que les fibres sont plutôt déchaussées que rompues (mécanisme associé de fibres déchaussées et de fibres fracturées). Ceci indique que la surface de contact entre la fibre et la matrice est bonne. Dans ce cas, et contrairement au cas des fibres longues, la fissure ne trouve pas de difficulté à se propager : elle tend à éviter les fibres courtes qui s'opposent à sa propagation, en les contournant. Cette constatation explique bien le comportement à la rupture et la ductilité du matériau entre les composites renforcés de fibres longues et les composites renforcés de fibres courtes.

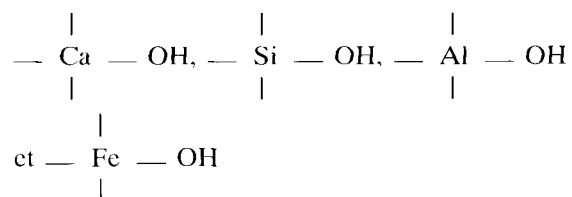
Adhérence fibre-matrice

Les observations, au microscope électronique, des surfaces de rupture montrent que la rupture dépend du type de fibres utilisées.

Dans le cas des fibres blanchies, on assiste à un mécanisme associé de fibres rompues et de fibres déchaussées. Par conséquent, la liaison interfaciale entre la matrice et la fibre est efficace [6, 7 et 8].

Ces observations contredisent celles d'Andonian et al. [1], qui suggèrent que l'origine de la rup-

ture provient principalement de l'étirement des fibres (85 à 90 % des fibres étirées sont sources de la rupture). Cette contradiction est confirmée par nos études [9], qui montrent que le mode de rupture dépend de la longueur des fibres incorporées. La liaison interfaciale, dans le cas des ciments renforcés de fibres, peut être affectée par plusieurs paramètres comme le rapport « eau/ciment », la porosité, la morphologie de la fibre et la compaction. Cette liaison peut être aussi de nature physique ou chimique ou une combinaison des deux, et cela en fonction de la nature de la matrice et de la fibre renforçante. Dans le cas des ciments renforcés de fibres de cellulose, l'hypothèse de deux liaisons mécaniques [10] ou chimique [7] importantes s'impose. La liaison mécanique se manifeste dans le processus de raffinage de fibres qui fait libérer les microfibrilles se trouvant à l'intérieur des fibres et qui seront alors en contact avec le milieu ambiant. L'entrecroisement de ces dernières avec la matrice améliore les performances mécaniques et crée, par conséquent, un bon transfert de charges de la matrice vers les fibres. Celles-ci à leur tour supportent les charges jusqu'à la rupture. La liaison chimique se justifie par la morphologie et par la nature des constituants du composite. Le ciment est un matériau fortement alcalin [11] (pH > 12,5) et contient des groupes hydroxydes de métal comme :



due à l'hydratation et à l'hydroxydation des silicates, des aluminates et des ferrites de calcium qui sont présents dans la matrice ciment.

En plus, les fibres de cellulose, comme toutes les autres fibres de bois, contiennent des groupes :

Hydroxydes covalants $\begin{array}{c} | \\ \text{— C — OH} \\ | \end{array}$ et divers
phénoliques (provenant de la lignine résiduelle)
ou alcooliques (provenant des constituants de la cellulose) et des groupes carboxyliques comme :

$\begin{array}{l} \text{OH} \\ / \\ \text{C} \\ \backslash \\ \text{O} \end{array}$ qui sont dus à l'oxydation de ces derniers groupes.

Les liaisons hydroxydes exercent une influence majeure sur l'adhérence dans ces matériaux. À l'état sec ou ambiant du matériau, les fibres rigides sont engagées dans la matrice ciment et groupées entre elles par un grand nombre de liaisons d'hydrogènes et hydroxydes. Le système fibre- matrice, quand il est chargé, transfère la charge de la matrice aux fibres *via* ces liaisons et la charge passe à la fibre (après rupture de la matrice) jusqu'à fracture de la fibre.

Dans le cas où le matériau est humide ou saturé en eau, les liaisons d'hydrogène entre fibres ou entre fibres et matrice sont détruites par insertion de molécules d'eau entre les groupes hydroxydes. À ce moment, les fibres se gonflent par absorption d'eau. Après chargement, ce phénomène autorise un mouvement relatif des fibres par rapport à la matrice. Par suite de la forte pression de gonflement des fibres, des forces de friction considérables sont développées. Si les forces sont importantes sur une longueur suffisante de la fibre, celle-ci se charge jusqu'à la rupture. Cette interprétation montre l'efficacité de l'adhérence fibre-matrice dans les différents milieux hygroscopiques.

Dans le cas des matériaux séchés à l'air libre (temps de séchage lent), la liaison fibre-matrice apparaît très forte [12] et ne présente aucune zone affectée autour de la fibre. Cette constatation est confirmée par le fait que la fibre de cellulose, contrairement aux fibres de verre et d'acier, est compressible et creuse, et qu'elle absorbe et rejette l'eau comme une éponge. Cette caractéristique est très importante en raison du procédé de fabrication en voie humide du matériau. Elle permet de réduire la quantité d'eau libre à l'interface fibre-matrice par la tendance de la fibre à réabsorber de l'eau après compression : les proportions des vides à l'interface entre la fibre et la matrice sont diminuées et, par conséquent, le produit final est un matériau à matrice dense, homogène et à interface fibre-matrice résistante.

Étude de la durabilité du matériau

La durabilité à long terme des matériaux composites est un problème inévitable qui se pose aux fabricants et aux utilisateurs. Il n'est pas facile

d'y répondre simplement et rapidement car, si on connaît bien le comportement de chaque élément constitutif, les réactions entre eux, quand ils forment un composite, sont souvent mal cernées. D'autre part, l'étude de la durabilité nécessite une assez longue durée d'essais, ce qui limite les recherches. La durabilité des ciments renforcés de fibres de cellulose dépend de plusieurs paramètres [13, 14] qui sont :

- prétraitement des fibres et nature de la matrice ;
- conditions de séchage du matériau ;
- nature du milieu de conservation.

Notre objectif est de mesurer les caractéristiques mécaniques et physiques du matériau soumis à un vieillissement accéléré et de connaître les différents facteurs qui peuvent agir directement ou indirectement sur le matériau.

L'effet des cycles de séchage-mouillage sur le poids du matériau ainsi que sur les caractéristiques mécaniques est présenté sur la figure 8 et dans le tableau IV.

On constate qu'après le sixième cycle, la variation du taux d'humidité entre l'état sec et l'état mouillé tend à être constante. Ceci est associé au comportement réversible de l'effet de l'eau sur le matériau. Cette réversibilité trouve sa confirmation quand on a constaté que les éprouvettes immergées dans l'eau, jusqu'à saturation, ont presque le même poids que celles qui ont subi des cycles de séchage-mouillage avant d'être saturées en eau.

Éprouvettes continuellement exposées à l'air

Les caractéristiques mécaniques pour différents milieux de conservation ont sensiblement varié. À l'air ambiant, le module d'Young et la résistance à la flexion sont presque inchangés, par contre la rupture devient de plus en plus fragile (diminution de l'énergie de rupture). Cette évolution est certainement due au début de carbonatation de la matrice, qui est assez lente et qui n'est pas encore assez importante pour affecter le module et la résistance à la flexion.

La diminution de l'énergie de rupture est attribuée au changement dans la microstructure du composite. Des études [14] sur des ciments autoclavés renforcés de fibres de cellulose et exposés à l'air, pour une assez longue période, ont montré une légère amélioration du module d'Young E_b et de la résistance à la flexion σ_b avec diminution de la déformation à la rupture (la rupture est devenue fragile). Ce changement du mode de rupture est dû à la modification de la microstructure et en particulier à la légère pétrification [15] observée sur la fibre.

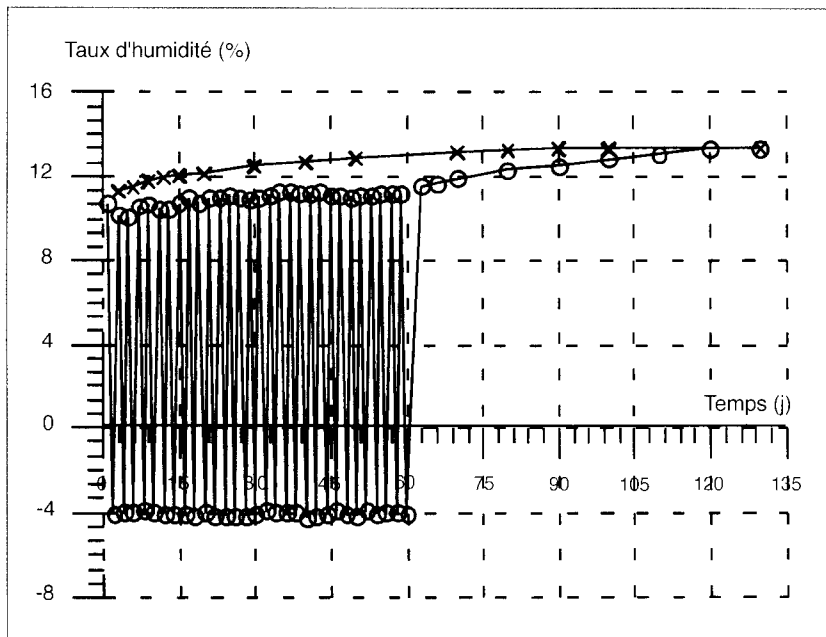


Fig. 8 -
Effet des cycles
de séchage-mouillage
sur le poids du matériau.

Éprouvettes continuellement immergées dans l'eau

Dans ce milieu de conservation, on remarque un comportement tout à fait contraire au cas précédent : diminution du module d'Young et de la résistance à la flexion avec ductilité du matériau. Des études précédentes [14, 16] ont montré, pour le même test, une légère croissance de la résistance à la flexion après 3 semaines, et suggèrent que la dégradation des ciments renforcés de fibres de cellulose par corrosion des fibres est pratiquement improbable. Wells [17] montre une réduction de la résistance à la flexion après 80 jours. Ce résultat est en accord avec les résultats que nous avons obtenus. La diminution des caractéristiques mécaniques des ciments renforcés de fibres de cellulose n'est pas due à une dégradation du matériau ou à une infection des fibres, mais seulement à l'effet de l'eau sur le matériau et en particulier sur les fibres. On a montré une diminution de la résistance à la flexion et du module d'Young avec amélioration de la ductilité du matériau.

Éprouvettes soumises à des cycles de séchage-mouillage

Les éprouvettes soumises aux cycles de séchage-mouillage montrent que leurs propriétés diminuent un peu à partir des 10 premiers cycles. Cette constatation se trouve à la fois en accord et en contradiction avec d'autres travaux. Sharman et Vautier [14] ont constaté une légère amélioration de la résistance à la flexion après le dixième cycle sur des éprouvettes soumises au test normalisé V313. Par contre, les tests d'Akers et Studikna [13] sont en accord avec les résultats que nous avons obtenus. Cette légère diminution des caractéristiques

mécaniques est bien liée à une modification de la microstructure du composite. Ce changement de la microstructure, qui est plus important dans le cas des composites séchés à l'air libre [15], est certainement dû à la rupture des chaînes de molécules de cellulose durant le vieillissement.

Conclusions

Les propriétés mécaniques des ciments renforcés de fibres de cellulose longues, courtes, blanchies et écrues ont été comparées.

Ces études montrent, d'une part, que les ciments renforcés de fibres blanchies développent de meilleures propriétés mécaniques que ceux renforcés de fibres écrues et, d'autre part, que les fibres longues apportent un meilleur renfort que les fibres courtes.

L'examen, au microscope électronique à balayage, des surfaces de rupture des composites autoclavés montre que le mécanisme de rupture dépend du type de fibres utilisé. Dans le cas des ciments renforcés de fibres blanchies, on a un mécanisme associé de fibres rompues et de fibres déchaussées avec domination du premier mécanisme pour les composites renforcés de fibres longues, et du second mécanisme pour les composites renforcés de fibres courtes.

Dans le cas des fibres non blanchies, on a seulement des fibres déchaussées car la matrice a été empoisonnée par les extraits existants dans les fibres non blanchies.

L'exposition du matériau à différents environnements (eau, air, cycles de séchage-mouillage) ne détériore pas le matériau et confirme la réversibilité de l'effet de l'eau sur les propriétés physiques du matériau.

- [1] ANDONIAN A.L., MAY Y.W., COTTEREL B. (1979), Strength and fracture properties of cellulose-fibres reinforced cement composites, *International Journal Cement Composites and Lightweight Concrete*, vol. 11 (3), pp. 151-158.
- [2] Standard tests methods (1981), Flexural properties of thin section glass reinforced concrete, ASTM C947.81.
- [3] TAM DOO P.A., KEREKES R.J. (1982), The flexibility of wet pulp fibre, *Pulp and Paper of Canada* 83, vol. 2, pp. 46-50.
- [4] COUTTS R.S.P. (1987), Eucalyptus wood fibre-reinforced cement, *Journal of Materials sciences letters*, 6, pp. 955-957.
- [5] CAMPBELL M.D., COUTTS R.S.P. (1980), Wood fibre-reinforced cement composites, *Journal of Materials Sciences*, vol. 15, pp. 1962-1970.
- [6] MORRISSEY F.E., COUTTS R.S.P., GROSMANN P. (1985), Bond between cellulose-fibre and cement, *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, vol. 7, pp. 73-80.
- [7] COUTTS R.S.P., KIGTLY P. (1984), Bonding in wood fibre-cement composites, *Journal of Materials sciences*, vol. 19, pp. 3335-3359.
- [8] KHENFER M.M., MORLIER P. (1999), Plâtres renforcés de fibres de cellulose, *Journal Matériaux et constructions*, vol. 32.
- [9] KHENFER M.M., MORLIER P. (1991), Effet de la longueur des fibres sur les propriétés des ciments renforcés de fibres de cellulose, *Journal matériaux et constructions*, vol. 24, pp. 185-190.
- [10] COUTTS R.S.P., KIGTLY P. (1982), Microstructure of autoclaved refined wood fibre-cement, *Journal of Materials sciences*, vol. 17, pp. 1801-1806.
- [11] LEA F.M. (1976), The chemistry of cement and concrete, Third edn. Edward Arnold Ltd. London.
- [12] COUTTS R.S.P. (1987), Fibre-matrix interface in air cured wood-pulp fibre cement composites, *Journal of Materials sciences letters*, vol. 6, pp. 140-142.
- [13] AKERS S.A.S., STUDINKA J.B. (1985), Ageing behaviour of cellulose fibre-cement composites in natural weathering and accelerated tests, *International Journal Cement composites and Lightweight Concrete*, vol. 11 (2), pp. 93-97.
- [14] SHARMAN W.R., VAUTIER B.P. (1986), Durability studies on wood fibre reinforced cement sheets. Third International Symposium on development in fibre-reinforced cement and concrete, vol. (2).
- [15] BENTUR A., AKERS S.A.S. (1989), The microstructure and ageing of cellulose-fibre reinforced autoclaved cement composites, *International Journal Cement composites and Lightweight Concrete*, vol. 11, 2, pp. 111-115.
- [16] HARPERS S. (1982), Developing asbestos-free calcium silicates boards, *Journal Composites*, vol. 13, 2, pp. 123-128.
- [17] WELL R.A. (1982), Future development in fiber reinforced mortars and concretes, *Journal Composites*, vol. 13, 2, pp. 169-172.

ABSTRACT

Characterization and microstructure of cellulose fibre-reinforced cement

M.M. KHENFER - P. MORLIER

The addition of fibres to cement increases the tensile strength and reduces the fragility of the material obtained. The hypothesis that fibres control the cracking mechanism by delaying the formation of a crack and limiting its size once it appears has been confirmed. Cellulose fibres are considered to provide a good alternative to asbestos fibres in cement because of their low cost and good mechanical characteristics. Their strength can be increased even further if they are given a prior treatment and if certain chemical agents are used to improve the quality of the fibre-matrix interface. After verifying the isotropic nature of the material, the authors assessed the mechanical properties of a number of cellulose fibre-reinforced cements. A study of the microstructure of the material and the fracture mechanism during loading was conducted and the durability of the material, which was subjected to accelerated ageing, was also studied. The cellulose fibres had been manufactured using a variety of techniques. Analyses have demonstrated that composites which are reinforced with long fibres which are bleached and prepared using a chemical process (Kraft process) have good strength properties. Study of the fracture surfaces by electron microscopy has revealed effective bonding at the fibre/matrix interface which is not affected by accelerated ageing.