Effet de la longueur des fibres sur les propriétés mécaniques des ciments renforcés de fibres cellulosiques

P. MORLIER, M. M. KHENFER

Laboratoire de Génie Civil, Université de Bordeaux I, 33405 Talence Cedex, France

On a étudié l'effet de la longueur des fibres sur les propriétés mécaniques et physiques des ciments renforcés de fibres de cellulose. L'augmentation de la longueur de la fibre renforçante améliore la résistance à la flexion, l'énergie de rupture statique, la résistance au choc et n'a pratiquement aucune influence sur le module de Young, par contre elle diminue la densité du matériau. Les résultats expérimentaux concernant le module de Young, la résistance à la flexion et la densité sont bien en accord avec les prédictions théoriques. L'examen des surfaces de rupture a montré que le mécanisme de rupture dépend aussi de la longueur des fibres incorporées; on passe du mécanisme de fibres déchaussées pour de petites longueurs de fibres au mécanisme de fibres fracturées quand la longueur des fibres devient plus importante.

1. INTRODUCTION

Les propriétés des composites renforcés de fibres dépendent de façon générale de la qualité de la fibre, de celle de la matrice et de l'adhésion entre elles. La résistance des composites faits de matrices contenant des fibres courtes discontinues est contrôlée essentiellement par la liaison interfaciale et par la qualité de la fibre renforçante; celles-ci améliorent les propriétés mécaniques de tels matériaux, qui dépendent de la teneur en fibres et de la manière dont les fibres sont dispersées dans la matrice.

Coutts et Warden [1] ont montré que des ciments renforcés de fibres longues d'Arauco (3 mm environ) ont une résistance à la flexion de l'ordre de 30 MPa, une énergie de rupture de 2 kJ m⁻² avec une densité de 1,5 quand le matériau contient 10% en masse de fibres.

D'autres recherches menées par Coutts [2] sur des composites préparés selon le même procédé que les précédents, contenant le même pourcentage de fibres en masse, et renforcés de fibres courtes d'eucalyptus (1 mm environ) indiquent pour ces matériaux une résistance à la flexion de l'ordre de 20 MPa et une énergie de rupture de $1,5 \text{ kJ m}^{-2}$ avec une densité de 1,4. Ces différences peuvent être dues aussi bien à la qualité des fibres qu'à leur longueur.

Une précédente étude par Khenfer, [3] sur les ciments renforcés de fibres de cellulose a montré que ceux qui sont renforcés de blanchies (et non écrues) présentent de meilleures propriétés. Par ailleurs l'examen des surfaces de rupture des ciments renforcés de fibres de cellulose montre que le mécanisme de rupture dépend du type de fibres utilisées comme renforcement.

Enfin, l'exposition du matériau au vieillissement accéléré ne l'endommage pas: les fibres de cellulose supportent bien le milieu alcalin.

Dans cette étude, on examine l'effet de la longueur des fibres sur les propriétés des ciments renforcés de fibres de cellulose; les propriétés mécaniques et physiques sont 0025-5432/91 @ RILEM

déterminées expérimentalement pour différentes longueurs de fibres et comparées à des évaluations théoriques.

2. DETAILS EXPERIMENTAUX

2.1 Les fibres

Les fibres utilisées sont des fibres d'Arauco préparées selon le procédé Kraft avec un degré de raffinage de 24,5° Sh, soit 520 CSF. Le classement des fibres selon leur longueur se fait à l'aide d'un classeur Clark qui opère sur 5 g de pâte comptés secs: après défibrage de la cellulose dans 21 d'eau pendant 15 mm, on transvase la suspension dans un bécher, on rend la solution homogène et on la verse dans l'entonnoir du Clark; quand la solution cesse de couler, on déclenche le classage qui dure 4 min; après arrêt de l'appareil, on enlève les tamis récepteurs et on recupère les fractions de fibres de chaque tamis.

On détermine la longueur moyenne des fibres de chaque tamis par mesure optique. Chaque tamis retient une population de fibres dont la longueur et la distribution des longueurs sont données dans le Tableau 1.

2.2 Fabrication du matériau

La cellulose qui sera mélangée par la suite à la matrice, afin d'obtenir le composite, est défibrée dans l'eau à une concentration de $6 g/l^{-1}$, puis on ajoute la matrice qui est composée de ciment Airvault C.P.A. 55 et de silice Gallardon 400. Le mélange est malaxé pendant 3 min, puis versé dans une formette de 250 mm × 250 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;

Numero de tamis	Distribu	ition			Moyenne	Moyenne	Écart	
	10% <	25% <	50% =	25%>	10%>	(mm)	(mm)	(mm)
1	1,44	2,03	2,65	3,40	4,05	2.74	2,11	0,75
2	1,24	1,71	2,34	3,06	3,81	2,45	1,96	0,69
3	0,74	1,08	1,59	2,29	3,03	1,77	1,26	0,63
4	0,32	0,49	0,72	1,08	1,61	0,90	0,57	0,30

Tableau 1 Longueurs des fibres d'Arauco obtenues dans chaque tamis du classeur

les deux monocouches suivantes sont empilées directement sur la première sans passer par l'application d'un 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 sur 7 min en charge.

2.3 Conservation

Les matériaux sont conservés dans des sacs en plastique pendant 48 h, puis autoclavés pendant 20 h sous une pression de 7 bar. Avant les essais, les éprouvettes coupées aux dimensions choisies sont placées dans une atmosphère contrôlée (humidité: $50 \pm 5\%$, température: 22° C) pendant 5 jours.

2.4 Méthode d'essai

Des éprouvettes rectangulaires normalisées (ASTM C 947-81 [4]) de dimensions ($120 \text{ mm} \times 40 \text{ mm}$) sont utilisées pour déterminer la résistance à la flexion, le module de Young et l'énergie de rupture en flexion quatre points. Les éprouvettes de flexion sont sollicitées à une vitesse de 0,033 mm s⁻¹ sur une machine Adamel DY 25; la flèche est mesurée au milieu de l'éprouvette à l'aide d'un capteur inductif. Le module de Young E_b est calculé par la pente de la courbe charge-flèche. L'énergie de rupture statique est déterminée par l'aire sous la courbe forcedéplacement divisée par la section de l'éprouvette. On montre les courbes force-déplacement obtenues en flexion quatre points sur la Fig. 1.

La résistance au choc est mesurée à l'aide d'un pendule Charpy sur des éprouvettes non normalisées de 50 mm × 8 mm × 7 mm. La mesure de la densité et de l'absorption d'eau est effectuée selon la méthode ASTM C220-75.

Les variations des propriétés mécaniques et physiques en fonction de la longueur des fibres sont présentées dans le Tableau 2. Chaque mesure est relative à six essais semblables.

3. COMMENTAIRES SUR LES RESULTATS OBTENUS

3.1 Module de Young

La lecture des résultats donnés dans le Tableau 2 montre que le module de Young E_b reste sensiblement constant et ne dépend pas de la longueur de la fibre utilisée (Fig. 2).



Fig. 1 Courbes charge-déplacement obtenues en flexion pour différentes longueurs L de fibres.



Fig. 2 Variation du module de Young E_{b} avec la longueur L des fibres: (\bigcirc) expérimental, (\checkmark) Équation 1.

Cette constatation est en accord avec les prédictions théoriques: Andonian *et al.* [5] ont justifié l'application des lois de mélange pour ce type de matériau. Le module de Young est obtenu par l'expression

$$E = E_{\rm m} (1 - V_0)(1 - V_{\rm f}) + \eta E_{\rm f} V_{\rm f}$$
(1)

où E_m et E_t sont respectivement les modules de Young de la matrice et de la fibre, V_0 et V_t sont respectivement les fractions volumiques du vide et des fibres, et η est un coefficient de distribution des fibres.

Pour une distribution isotrope des fibres dans la matrice, Rumualdi et Mandell [6] suggèrent la valeur η égale à 0,41. L'expression 1 montre bien que le module de Young dépend seulement des modules de Young des constituants, de leurs volumes et de la distribution des fibres dans la matrice. Pour la Fig. 2 (points théoriques, on a utilisé la Formule 1 avec les valeurs suivantes: $\eta = 0,41$, $V_0 =$ volume du vide déterminé par porosimètre à mercure, $E_m = 23$ GPa, $E_f = 30$ GPa.

3.2 Résistance à la flexion

On remarque sur la Fig. 3 que la croissance de la longueur de la fibre augmente considérablement la résistance à la flexion. Cette constatation est justifiée par une loi des



Fig. 3 Variation de la résistance à la flexion en fonction de la longueur des fibres $L:(\bigcirc)$ points expérimentaux, (\swarrow) évaluations théoriques.

mélanges d'où l'expression proposée par Mai [7] et Swamy *et al.* [8]. Selon ces auteurs σ_{b} est donnée par

$$\sigma_{\rm b} = \left(\frac{\alpha}{B}\right) \sigma_{\rm mb} (1 - V_0)(1 - V_{\rm f}) + 2\eta_{\alpha} \tau V_{\rm f} \left(\frac{L}{d}\right) \qquad (2)$$

où $\sigma_{\rm mb}$ est la résistance à la flexion de la matrice, $\alpha = \sigma_{\rm b}/\sigma_{\rm t}$ avec $\sigma_{\rm t}$ la résistance à la traction du composite, et $B = \sigma_{\rm mb}/\sigma_{\rm m}$ avec $\sigma_{\rm m}$ la résistance à la traction de la matrice seule.

 $\sigma_{\rm mb}$ et $\sigma_{\rm m}$ sont déterminés expérimentalement par Andonian *et al.* [5]. α est obtenue en déterminant $\sigma_{\rm b}$ et $\sigma_{\rm t}$ et vaut 2,96; τ est la contrainte de cisaillement. Pour la Fig. 3 (points théoriques), on a utilisé la Formule 2 avec les valeurs suivantes: $\sigma_{\rm mb} = 27,27$ MPa, $\sigma_{\rm m} = 9,71$ MPa, $\alpha = 2.96$, $\tau = 0.85$ MPa.

3.3 Energie de rupture statique et dynamique

Si l'on considère les courbes charges-flèches obtenues en flexion quatre points (Fig. 1) pour des composites renforcés par différentes longueurs de fibres, on remarque que le mode de rupture dépend de la longueur de la fibre renforçante utilisée. La rupture est stable et ductile pour de grandes longueurs de fibres, par contre elle est instable

Tableau 2 Propriétés mécaniques et physiques des ciments renforcés par des fibres de différentes longueurs*

Longueur moyenne pondérée des fibres (mm)	Module de Young experi- mental, E_{b} (GPa)	Module de Young selon l'Équation 1	Résistance à la flexion expéri- mentale, σ_b (MPa)	Résistance à la flexion selon l'Équation 2	Energie de rupture statique (kJ m ⁻²)	Energie de rupture dynamique (kJ m ⁻²)	Densité (expérience)	Densité selon l'Équation 8	Absorption d'eau (%)
0,90	13,93 ± 0,69	14,50	$25,80 \pm 0,96$	24.01	1.36 + 0.34	11.05 + 1.20	1.51 + 0.02	1.54	23.38 ± 0.71
1,77	$13,80 \pm 0,30$	14,27	28,31 + 1,87	27.20	2.96 ± 0.39	11.92 ± 1.58	1.47 + 0.01	1.52	25.12 ± 0.62
2,45	$13,50 \pm 0,30$	14,15	$31,24 \pm 1,17$	31,51	4.47 + 0.53	12.35 + 3.66	1.46 ± 0.04	1.50	25.72 + 1.44
2,74	14,07 <u>+</u> 1,10	14,04	$33,74 \pm 2,29$	33,27	$7,24 \pm 0,68$	$14,31 \pm 1,88$	$1,46 \pm 0,02$	1,49	$25,74 \pm 0,41$

* Le tableau donne des estimations théoriques du module de Young, de la résistance en flexion et de la densité selon des formulations que nous abordons plus loin.



Fig. 4 Variation de l'énergie de rupture ($\stackrel{()}{\longrightarrow}$) dynamique et (\bigcirc) statique en fonction de la longueur des fibres.



des fibres L: (\bigcirc) points expérimentaux, ($\stackrel{\sim}{\searrow}$) évaluations théoriques.

et fragile avec chute brutale de la force après son maximum pour les petites longueurs de fibres.

Donc, plus la longueur des fibres incorporées est grande, meilleure est l'énergie de rupture statique et dynamique obtenue. L'explication par l'examen des faciés de rupture est donnée plus loin. La comparaison des énergies de rupture statique et dynamique montre que cette dernière est plus élevée (Fig. 4); ce résultat est classique pour tous les matériaux.

3.4 Densité et absorption d'eau

La densité du composite décroît en fonction de la longueur des fibres. La densité et l'absorption d'eau sont deux grandeurs physiques dépendantes l'une de l'autre. Les Figs 5 et 6 montrent leur variation en fonction de la longueur moyenne de la fibre de renforcement.

On a essayé d'expliquer la variation des densités par le calcul suivant. Considérons deux composites renforcés par des fibres de même nature mais de longueurs L et L'.



Fig. 6 Variation de l'absorption d'eau w en fonction de la longueur des fibres L.



Fig. 7 Modèle géométrique de la fibre.

Les fibres sont considérées comme des tubes fermés aux extrémités (Fig. 7) et il est raisonnable de prendre les valeurs suivantes: $D = 45 \,\mu\text{m}$, $d = 10 \,\mu\text{m}$.

Les masses de deux fibres de longueurs L et L' peuvent respectivement s'écrire

$$m(L) =$$

$$\rho \left[2 \frac{\pi D^2}{4} \left(\frac{D-d}{2} \right) + \pi \left(\frac{D^2}{4} - \frac{d^2}{4} \right) (L-D+d) \right]$$
(3)

m'(L') =

$$\rho \left[2 \frac{\pi D^2}{4} \left(\frac{D-d}{2} \right) + \pi \left(\frac{D^2}{4} - \frac{d^2}{4} \right) (L' - D + d) \right]$$
(4)

avec ρ , la masse volumique des fibres. La densité de la fibre est

$$d_{\rm f} = \frac{m(L)}{V} = \frac{1}{(\pi D^2 L/4)} \\ \times \left[2\frac{\pi D^2}{4} \left(\frac{D-d}{2}\right) + \pi \left(\frac{D^2}{4} - \frac{d^2}{4}\right)(L-D-d) \right]$$
(5)

Après transformation et développement de l'expression, on aura

$$d_t = \left[1 - \left(\frac{d}{D}\right)^2 + \frac{d^2}{DL} - \frac{d^3}{D^2L}\right]\rho \tag{6}$$

La densité du composite renforcée par des fibres de longueur L est donc

$$d_{\rm c} = d_{\rm f} V_{\rm f} + (1 - V_0)(1 - V_{\rm f}) d_{\rm m}$$
(7)

où $d_{\rm f}$ et $d_{\rm m}$ sont respectivement les densités de la fibre et de la matrice, $V_{\rm f}$ et V_0 respectivement les volumes occupés par les fibres et les volumes des vides;

$$d_{c} = \rho \left[1 - \left(\frac{d}{D}\right)^{2} + \frac{d^{2}}{DL} - \frac{d^{3}}{D^{2}L} \right] \left(\frac{\pi D^{2}}{4}\right) aL + \left[1 - \left(\frac{\pi D^{2}}{4}\right) aL \right] (1 - V_{0}) d_{m} \quad (8)$$

avec a le nombre de fibres de longueur L correspondant à une fraction en masse de fibres.

La matrice est constituée de ciment et de silice. Connaissant leurs densités et leurs fractions en masse, on détermine d_m . La Fig. 5 théorique a été obtenue avec les valeurs suivantes: $d_m = 2,55$, $V_0 =$ déterminé par porosimètre, $d = 10 \,\mu$ m, $D = 45 \,\mu$ m, $\rho = 1,5$.

3.5 Etude des surfaces de rupture par observation sur microscope électronique

On montre les surfaces de rupture des composites renforcés de fibres de différentes longueurs sur les Figs 8 à 11. Comme on l'a remarqué sur les résultats expérimentaux, la longueur de la fibre paraît avoir aussi un effet sur le mode de rupture.

Pour des fibres de faibles longueurs (L = 0.90 mm), la rupture a lieu seulement par déchaussement (extrémités des fibres pointues). A une longueur de fibres de 1,77 mm, on assiste à deux mécanismes associés: des fibres déchaussées (mécanisme prépondérant) et des fibres fracturées. Pour des longueurs de fibres supérieures à 1,77 mm le mode de rupture change: les fibres sont fracturées.

Morrissey *et al.* [9] ont essayé d'examiner le mode de rupture des composites renforcés de fibres de sisal. A partir de la courbe charge-flèche, on montre que quand la longueur de la fibre noyée croît, le mode de rupture passe



Fig. 9 Surface de rupture correspondant à une longueur de fibre L = 1,77 mm.



Fig. 10 Surface de rupture correspondant à une longueur de fibre L = 2,45 mm.



Fig. 8 Surface de rupture correspondant à une longueur de fibre L = 0.90 mm.



Fig. 11 Surface de rupture correspondant à une longueur de fibre L = 2,74 mm.

heu au moment ou le tapport L/d atteint une valeur de 110 ± 50. Pour les ciments renforcés de fibres de cellulose et d'après le MEB, le mécanisme change pour une longueur de fibre égale à 2,45 mm et avec un diamètre de fibre de l'ordre de 45 μ m, ce qui correspond à un rapport L/d de l'ordre de 60.

4. CONCLUSIONS

Les propriétés mécaniques et physiques des ciments renforcés par des fibres de cellulose de différentes longueurs ont été comparées.

On montre que l'augmentation de la longueur de la fibre de renforcement n'a aucun effet sur le module de Young du composite, qu'elle améliore notablement la résistance du matériau, et qu'elle diminue sa densité.

L'examen au MEB des surfaces de rupture des composites renforcés par des fibres de différentes longueurs montre que le mécanisme de rupture dépend de la longueur de la fibre: pour de faibles longueurs de fibres, la rupture a lieu par déchaussement, pour des longueurs de fibres plus élevées, la rupture se produit par fracture de la fibre; le changement de mode de rupture intervient quand le rapport L/d est de l'ordre de 60.

- 1. Coutts, R. S. P. and Warden, P. G., 'Air cured wood pulp, fibre cement composites', J. Mater. Sci. Lett. 4(1985) 117.
- Coutts, R. S. P., 'Eucalyptus wood fibre-reinforced cement', *ibid.* 6 (1987) 955.
- Khenfer, M. M., 'Caractérisation et microstructure des ciments autoclavés renforcés de fibres de cellulose', Colloque I. D. Mat. Sciences et Industries, Paris, 1985.
- 4. Standard test method, 'Flexural properties of thin-section glass-fibre reinforced concrete', ASTM C 947-81.
- Andonian, R., Mai, Y. W. and Cotterel, B., 'Strength and fracture properties of cellulose fibre reinforced cement composites', Int. J. Cement Compos. 1(3) (1979) 151.
- Rumualdi, J. P. and Mandel, J. A., 'Tensile strength of concrete affected by uniformly distributed and closely spaced short lengths of wire reinforcement', J. Amer. Concrete Inst. 61(6) (1964) 657-670.
- Mai, Y. W., 'Strength and fracture properties of asbestos cement-cement mortar composites', J. Mater. Sci. 14(9) (1979) 2091.
- Swamy, R. N., Mangat, P. S. and Rao, C. S. V. K., 'The mechanics of fibre reinforcement of cement matrices', SP-44 (American Concrete Institute, Detroit, 1974) pp. 1–28.
- Morrissey, F. E., Coutts, R. S. P. and Grossman, P., 'Bond between cellulose fibre and cement', Int. J. Cement Compos. 7 (1985) 73.

SUMMARY

Effect of the length of fibres on the mechanical properties of cements reinforced with cellulosic fibres

Cellulose fibres are considered to be satisfactory substitutes for asbestos fibres in cement in view of their low cost and good mechanical properties. A previous study has shown that cements reinforced with bleached fibres (processed) present the best properties. Since the length of fibres can vary considerably from 1 to 3 mm in a range where the examination of fracture surfaces under bending shows that there can be a variety of mechanisms from a debonding of fibres to fracture of the fibres themselves, this report concentrates on describing the influence of the length of fibres on the mechanical and physical properties of cellulose fibre-cement composites. Increasing the length of reinforcing fibres improves the resistance to bending, static fracture energy and resistance to impact, whereas it has practically no influence on the Young's modulus. On the other hand, it decreases the specific gravity of the material. The results concerning the Young's modulus, resistance to bending and specific gravity obtained through experimentation correlate well with the theoretical predictions.