# Plâtres renforcés de fibres cellulosiques

(Cellulose fibres reinforced plaster)

M. M. Khenfer<sup>1</sup> et P. P. Morlier<sup>2</sup>

(1) Centre Universitaire de Laghouat, Algérie(2) Laboratoire de Rhéologie du Bois de Bordeaux, France

Article reçu : 5 juin 1997 ; Article accepté : 10 février 1998

# RÉSUMÉ

L'incorporation de fibres dans les matrices à base de plâtre est réalisée afin d'améliorer leur résistance à la traction et de diminuer leur fragilité. L'hypothèse importante est que les fibres permettent de retarder l'initiation de fissures et de contrôler leur propagation une fois qu'elles apparaissent. Les conditions essentielles pour obtenir une résistance optimale des composites renforcés de fibres sont une bonne liaison entre la fibre et la matrice, avec une distribution uniforme des fibres et une faible proportion des vides. Le rapport eau/plâtre influe sur les caractéristiques mécaniques et physiques du plâtre de la même manière que pour les ciments : un excès en eau donne un matériau poreux à faible densité. Comme le procédé de fabrication se fait par voie humide et comme la fibre est hydrophile, la présente étude s'attache à étudier l'effet de l'eau et du temps de pressage sur les propriétés mécaniques et physiques des plâtres renforcés de fibres de cellulose en confirmant que le composite développe de bonnes propriétés mécaniques comparables à celles des ciments renforcés de fibres de cellulose.

#### ABSTRACT

Tensile strength and toughness of plaster is highly improved by fibre reinforcement, specially because of the delaying action of the fibres on crack propagation. The conditions required for an optimal reinforcement are a low porosity of the matrix, a uniform distribution of the fibres and a good connection between fibres and matrix. The water/plaster ratio affects the physical (density) and mechanical properties of plaster: water content in excess results in a low-density porous material.

A wet process is used for making fibre-plaster composites; since cellulosic fibres have also a strong interaction with water, the effect of casting duration and water content on the mechanical performance of fibre reinforced plasters are presented and discussed in this paper.

#### **1. INTRODUCTION**

Le plâtre est un matériau qui, comme le ciment, résiste bien à la compression mais mal à la traction. Les fibres de cellulose peuvent être utilisées pour renforcer la matrice plâtre en produisant un matériau composite ayant de bonnes propriétés de résistance en comparaison avec les ciments renforcés de fibres de cellulose. Il est évident que les propriétés des composites renforcés de fibres dépendent d'un façon générale de la qualité des fibres [4, 7], de celle de la matrice et de l'adhérence entre elles. Une précédente étude [6, 7] sur les ciments renforcés de fibres de cellulose montre que ceux qui sont renforcés de fibres blanchies (et non écrues) présentent de meilleures propriétés. Par ailleurs l'examen des surfaces de ruptures de ces composites montre que le mécanisme de rupture dépend du type de fibres utilisées comme renfort. Les conditions essentielles pour obtenir de bonnes résistances de tels composites sont une bonne liaison interfaciale entre la fibre et la matrice, une distribution uniforme des fibres et une compaction suffisante pour diminuer la proportion des vides. Dans la présente étude, l'effet du taux d'humidité et du temps de pressage sur les propriétés mécaniques et physiques et sur la résistance à fissuration a été étudié. Ces propriétés ont été déterminées expérimentalement pour différents états hygroscopiques avec présentation des surfaces de rupture visualisées au microscope électronique.

# 2. DÉTAILS EXPÉRIMENTAUX

Les fibres de cellulose utilisées sont des fibres d'Arrauco préparées selon le procédé chimique (Kraft) avec un degré de raffinage de 550 CSF soit 26°SR. Les composites en plâtre renforcés de fibres de cellulose, avec une teneur massique en fibres de 10%, sont préparés sous forme de plaquettes d'épaisseur 7 mm environ, selon le même procédé de fabrication que les ciments renforcés de fibres de cellulose [7]. Comme le procédé de fabrication est relativement long (30 minutes environ), le temps de prise est retardé pour qu'on puisse achever la fabrication sans perte de maniabilité du matériau; le retardateur utilisé dans nos manipulations est de la Keratine: 3% en poids sont utilisés pour donner un temps de prise de l'ordre de 3 heures. On a fait varier le temps de pressage, paramètre important pour les performances du produit.

# 2.1 Conservation

Le produit final est conservé dans les conditions suivantes pendant 14 jours : 20°C et 50% d'humidité relative. Les tests ont été faits sur des éprouvettes de différents taux d'humidité : les éprouvettes séchées sont mises dans l'étuve à une température de 50°C pendant 24 heures, tandis que les éprouvettes humides sont gardées dans une enceinte à 96% d'humidité relative jusqu'à stabilisation de leur poids, enfin les éprouvettes à humidité ambiante sont gardées dans le laboratoire pendant 5 jours.

#### 2.2 Éprouvettes et méthodes d'essais

Les essais mécaniques et de rupture ont été effectués sur le même type d'éprouvettes et selon les mêmes méthodes d'essais que celles effectués sur les ciments renforcés de fibres de cellulose [7].

# 3. EFFET DU TEMPS DE PRESSAGE SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET PHYSIQUES DES PLATRES RENFORCÉS DE FIBRES DE CELLULOSE

Le rapport eau/plâtre influe sur les caractéristiques mécaniques et physiques du plâtre de la même manière que pour les ciments; un excès en eau donne un matériau poreux à densité faible. La Fig. 1 confirme bien l'effet majeur du rapport eau/plâtre sur la densité sèche du plâtre.

Les variations des propriétés mécaniques (module, résistance en flexion, énergie de rupture) et physiques (densité) en fonction du temps de pressage sont présentées dans le Tableau 1. Chaque mesure est relative à six essais semblables.



Fig. 1- Variation de la densité en fonction du rapport E/P (eau/plâtre).



Fig. 2 – Variation du module d'Young E<sub>b</sub> en fonction du temps de pressage.

# 3.1 Module d'Young

Les résultats donnés dans le Tableau 1 montrent que le module d'Young  $E_b$  croît avec le temps de pressage (Fig. 2).

Cette constatation est en accord avec les prédictions théoriques des lois de mélange des composites renforcés de fibres courtes et discontinues [3]: pour un même pourcentage en masse de fibres, le module d'Young varie inversement avec le volume des vides dans la matrice. Plus le temps de pressage est prolongé, plus le volume des vides se réduit et par conséquent plus la rigidité du matériau s'améliore.

Tableau I – Variation des propriétés mécaniques et physiques en fonction du temps de pressage					
Temps de pressage en mn	Module d'Young E <sub>b</sub> (GPa)	Résistance à la flexion $\sigma_{\rm b}$ (MPa)	Énergie de rupture (kJ/m²)	Densité	
5	1,66 ± 0.12	7,56 ± 0.71	$1,60 \pm 0.18$	0,96	
7	3,15 ± 0.20	12,95 ± 0.62	4,76 ± 0.29	1,08	
8.5	4,06 ± 0.11	15,73 ± 0.96	5,61 ± 0.27	1,13	
14	9,56 ± 0.85	28,35 ± 2.93	8,36 ± 0.37	1,43	



Fig. 3 – Variation de la résistance à la flexion en fonction du temps de pressage.

#### 3.2 Résistance à la flexion

On remarque sur la Fig. 3 une augmentation linéaire de la résistance à la flexion en fonction du temps de pressage. Des études [2, 4] sur les plâtres renforcés de fibres de verre et des plâtres renforcés de fibres de cellulose ont montré une amélioration de la résistance à la flexion en fonction de la pression exercée sur le matériau durant la fabrication. Dans notre cas, quand le temps de pressage passe de 5 mn à 14 mn, une nette amélioration peut être expliquée par le rôle de l'interface fibre matrice : avec le temps de pressage la qualité de la liaison fibre-matrice et la densité du matériau augmentent et par conséquent elles contribuent à l'amélioration des propriétés de résistance.

# 3.3 Énergie de rupture

La variation de l'énergie de rupture avec le temps de pressage montre une amélioration non linéaire (Fig. 4). Dans des études précédentes sur les plâtres renforcés de fibres de verre, Ali et Grimer [1] ont suggéré que l'augmentation de la pression de compactage, durant la fabrication du matériau, entraînerait une chute de la résistance à la rupture. Ryder [9] a effectué des travaux dans le but d'étudier l'effet de la longueur de fibre et de la pression de compactage sur les propriétés mécaniques des plâtres renforcés de fibres de verre ; il a montré que la résistance au choc augmente avec le pourcentage en masse de fibres, mais elle diminue avec la pression de compactage. Cette constatation est aussi confirmée par les études de Ali et Singh [2] sur l'effet de la porosité sur les propriétés des plâtres renforcés de fibres de verre. Par contre des études de Coutts et Warden [4] sur les plâtres renforcés de fibres de cellulose ont montré une variation inverse de l'énergie de rupture et elles sont en accord avec notre étude. Cette contradiction est due au fait que, dans le cas des fibres de verre, le phénomène de déchaussement des fibres est le mécanisme



Fig. 4 - Variation de l'énergie de rupture en fonction du temps de pressage.

majeur [1, 2] qui contribue à la résistance à la rupture : quand on augmente la pression de compactage, on a beaucoup moins de fibres déchaussées et le mécanisme de rupture est dominé par les fibres facturées [1, 2, 9]. Dans le cas des fibres de cellulose, les fibres s'entrecroisent avec les particules de la matrice [8] et une bonne liaison, qui s'améliore de plus en plus avec la pression de compactage, se crée.

#### 3.4 Densité

La densité du matériau est déterminé selon les normes ASTM C220-75; la variation en fonction du temps de pressage est présentée sur la Fig. 5 : la fibre de cellulose étant hydrophile, elle réduit la teneur en eau à son voisinage; plus le temps de pressage croît plus l'eau en excès est absorbée par la fibre et plus le produit est un composite dense à faible porosité.



Fig. 5 - Variation de la densité en fonction du temps de pressage.



Photo 1 – Surface de rupture des plâtres renforcés de fibres de cellulose.



Photo 2 - Mécanisme de rupture des fibres de cellulose.



Photo 3 - Extrémité des fibres de cellulose rompues par traction

# 3.5 Microstructure des plâtres renforcés de fibres de cellulose

L'étude de la microstructure des surfaces de rupture permet de bien comprendre le mécanisme qui a lieu durant le chargement par flexion jusqu'à la rupture. La surface de rupture de la matrice plâtre sans renfort est relativement plate à cause du mode de rupture fragile  $(0,05 \text{ kJ/m}^2 [4, 5])$ .



Photo 4 - Couverture de la fibre par des cristaux de la matrice.

Quand on introduit des fibres, le composite a une valeur d'énergie de rupture de l'ordre de 6 kJ/m<sup>2</sup> et les observations au microscope électronique des surfaces de rupture montrent qu'elles ne sont plus plates (Photo 1) et que la rupture a lieu par un mécanisme combiné de fibres rompues et de fibres déchaussées de la matrice (Photo 2).

En utilisant un agrandissement plus important (Photo 4), on remarque que des petits cristaux de la matrice sont attachés à la surface de la fibre et s'entrecroisent pour former une couche sur la fibre. Ceci prouve qu'il y a une bonne adhésion entre la fibre et la matrice et qu'elle est plus importante que celle qui retient l'ensemble des cristaux de la matrice [5].

# 4. EFFET DU TAUX D'HUMIDITÉ SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

#### 4.1 Module et résistance

Le module d'Young, les propriétés de résistance et de rupture obtenues dans différentes ambiances sont présentées dans les Tableaux 2 et 3.

Sur le Tableau 2, il apparaît que les valeurs du module d'Young  $E_b$  et de la résistance à la flexion  $\sigma_b$  sont nettement inférieures pour les éprouvettes conditionnées à l'état humide, effet dû à la matrice de plâtre ; par contre, l'humidification rend le matériau de plus en plus ductile et les valeurs de l'énergie de rupture sont améliorées de presque 40% par rapport à l'état sec ; l'amélioration de l'énergie de rupture n'est pas aussi importante que dans le cas des ciments renforcés de fibres de cellulose. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'eau a deux effets simultanés sur le

Tableau 2 – Propriétés mécaniques des plâtres renforcés de fibres de cellulose					
Milieu	Teneur en eau	Module d'Young E <sub>b</sub> (GPa)	Résistance à la flexion $\sigma_{b}$ (MPa)	Énergie de rupture (kJ/m <sup>2</sup> )	
sec	14,02 ± 0.38	9,87 ± 0.84	38,53 ± 2.38	6,59 ± 0.41	
ambiant	16,35 ± 0.16	7,56 ± 1.29	28,35 ± 2.93	8,36 ± 0.37	
humide	17,31 ± 0.09	5,25 ± 0.37	22,08 ± 1.06	8,93 ± 0.72	



Fig. 6 - Courbes force-déplacement obtenues en flexion 4 points. (a) plâtres renforcés de fibres de cellulose à l'état sec ;(b) plâtres renforcés de fibres de cellulose à l'état humide.

composite : un effet défavorable sur la résistance de la matrice et un effet favorable sur la ductilité des fibres ; ce dernier effet l'emporte sur le premier en entraînant une augmentation sensible de l'énergie de rupture entre l'état ambiant et l'état humide.

#### 4.2 Résistance à la fissuration

Les essais de rupture ont été effectués sur le même type d'éprouvettes et selon les mêmes méthodes d'essai que celles effectuées sur les ciments renforcés de fibres de cellulose [7].

#### 4.2.1 Analyse des courbes R

Nous avons tracé les courbes R en facteurs d'intensité de contraintes  $K_R$  [6]; différents stades de comportement de la résistance à la fissuration en fonction de la propagation de la fissure ont été distingués (Fig. 7):

- au début de la propagation de la fissure, la résistance à la fissuration augmente fortement avec la longueur de fissure;

- ultérieurement, la résistance croît peu à peu jusqu'à son maximum.

Pour chaque courbe R, nous avons déterminé les coefficients d'intensité de contrainte  $K_A$  et  $K_R$  correspondant respectivement au début de non linéarité de la courbe charge-ouverture et à la valeur maximale  $K_R$ . La valeur de la déformation résiduelle  $\delta_R$  est déterminée directement à partir de la courbe charge-ouverture.

#### 4.2.2 Comparaison des courbes R

Dans le cas des plâtres, un comportement tout à fait différent de celui des ciments renforcés de fibres cellulosiques est observé [7]. Les tests effectués aux trois états d'humidité montrent que l'initiation de la fissure dépend largement de la teneur en eau dans le matériau (Fig. 7): plus l'humidité dans le matériau est faible, plus l'initiation de la fissure est difficile.

La forme de la courbe R dépend aussi de l'état d'humidité dans le matériau. A humidité ambiante et en comparant avec le matériau à l'état humide et à



Fig. 7 – Courbes  $K_{\rm R}$  en fonction de  $\Delta a$  correspondant à différents états d'humidité.

◆ État ambiant ● État sec ■ État humide

Tableau renf	Tableau 3 - Caractéristiques des plâtres renforcés de fibres de cellulose				
Milieu	K <sub>A</sub> (MPa. √m)	K <sub>R</sub> (MPa. √m)			
sec	4,76	5,75			
ambiant	4,02	7,15			
humide	3,30	5,28			



Fig. 8 – Courbes R (déplacement résiduel) en fonction de a/w (a : longueur de la fissure ; w : largeur de l'éprouvette) correspondant aux différents états d'humidité.

■ État humide 🔶 État ambiant 🔍 État sec

l'état sec on remarque une croissance importante de la résistance R et un accroissement de la résistance à la fissuration avec l'avancée de la fissure. Les courbes R des matériaux à l'état sec et à l'état humide ont presque les mêmes allures et diffèrent seulement par l'initiation de la fissure. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'eau n'a aucun effet bénéfique, comme dans le cas du ciment [7], sur la résistance à la fissuration, au contraire la matrice et la liaison interfaciale entre la fibre et la matrice plâtre sont détériorées par la présence d'eau. Ceci peut se remarquer également sur le déplacement résiduel (Fig. 8) important observé dans le cas du matériau à l'état humide ; cette déformation est due au déchaussement irréversible des fibres durant le chargement.

## 4.2.3. Surfaces de rupture

Les surfaces de rupture des éprouvettes, conditionnées dans différents états d'humidité et rompues par traction, sont présentées sur les Photos 5, 6 et 7.

Aux états sec et ambiant (Photos 5 et 6) on remarque bien que l'adhérence fibre-matrice n'est pas affectée; à l'état sec (Photo 5) les fibres ne sont pas loin de la surface de rupture et leurs sections restent constantes jusqu'à l'extrémité, ce qui montre qu'elles sont fracturées. A



Photo 5 - Surface de rupture du composite à l'état sec.



Photo 6 - Surface de rupture du composite à l'état ambiant.





Photo 7 – Surfaces de rupture du composite à l'état humide. (a) : x 150; (b) : x 800.

l'état ambiant, on remarque un mélange de fibres rompues et de fibres déchaussées.

Par contre à l'état humide et sur la Photo 7a, on remarque que l'extrémité de la fibre est très loin du plan de rupture : ce qui justifie que la fibre a glissé dans la matrice. Ce phénomène est bien visible à un agrandissement plus important : on remarque des trous sur la surface de rupture, ce qui montre que les fibres ont été enlevées (Photo 7b).

#### 5. CONCLUSIONS

Le comportement mécanique des plâtres renforcés de fibres de cellulose longues et blanchies a été étudié. Il a été montré que l'augmentation du temps de pressage améliore l'énergie de rupture. Cette constatation contredit les précédentes études sur les plâtres renforcés par d'autres fibres qui enregistrent un effet inverse. Le prolongement du temps de pressage augmente notablement le module d'Young, la résistance et la densité du composite. L'étude de la microstructure et plus particulièrement des surfaces de rupture révèle une adhérence efficace entre la fibre et la matrice. Enfin l'étude des propriétés mécaniques à différentes ambiances hygroscopiques montre que l'eau a un effet négatif sur le matériau : dans un milieu saturé, le matériau s'endommage et la liaison fibre-matrice est affectée, mais la ductilité améliorée des fibres humides permet de rehausser néanmoins l'énergie de rupture.

## **BIBLIOGRAPHIE**

- Ali, M.A. and Grimer, F.J., 'Mechanical properties of glass fibrereinforced gypsum', *Journal of Materials Science* 4 (1969) 389-395.
- [2] Ali, M.A. and Singh, B., 'The effect of porosity on the properties of glass fibre-reinforced gypsum plaster', *Ibid.* 10 (1975) 1920-1928.
- [3] Andonian, A.L., Mai, Y.W. and Cottereli, B., 'Strength and fracture properties of cellulose-fibre reinforced cement composite', *International Journal of Cement Composites* 11 (3) (1979) 151-158.
- [4] Coutts, R.S.P. and Warden, P.G., 'The effect of casting pressure on the properties of wood fibre-reinforced plaster', *Journal of Materials Science Letters* 7 (1988) 918-921.
- [5] Coutts, R.S.P. and Ward, J.V., 'Microstructure of wood fibrereinforced plaster', *Ibid.* 6 (1987) 562-564.
- [6] Khenfer, M.M., 'Caractérisation structurale et rhéologique des ciments et plâtres renforcés de fibres de cellulose', Thèse n° 467, Université Bordeaux I, 1990.
- [7] Morlier, P. and Khenfer, M.M., 'Effet de la longueur des fibres sur les propriétés mécaniques des ciments renforcés de fibres cellulosiques', *Mater. Struct.* 24 (1991) 185-190.
- [8] Morrissey, F.E., Coutts, R.S.P. and Grossman, P., 'Bond between cellulose fibre and cement', *International Journal of Cement Composite* 7 (1985) 73-80.
- [9] Ryder, J.F., 'Conference on Prospect for Fibre-Reinforced Materials', International Building Exhibition Proceedings, Buildings Research Establishment Watford (1971) 69-75.