# Meervoudige scheurvorming en zelfheling in cementgebonden composieten versterkt met natuurlijke vezels

Pierre-André Smetryns

Promotor: prof. dr. ir. Nele De Belie Begeleider: ir. Didier Snoeck

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van Master in de ingenieurswetenschappen: bouwkunde

Vakgroep Bouwkundige Constructies Voorzitter: prof. dr. ir. Luc Taerwe Faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur Academiejaar 2012-2013



# Meervoudige scheurvorming en zelfheling in cementgebonden composieten versterkt met natuurlijke vezels

Pierre-André Smetryns

Promotor: prof. dr. ir. Nele De Belie Begeleider: ir. Didier Snoeck

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van Master in de ingenieurswetenschappen: bouwkunde

Vakgroep Bouwkundige Constructies Voorzitter: prof. dr. ir. Luc Taerwe Faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur Academiejaar 2012-2013



## Voorwoord

Bij deze zou ik de tijd willen nemen om alle personen te bedanken die mij geholpen en gesteund hebben bij het tot stand komen van deze thesis.

In de eerste plaats zou ik mijn promotor prof. dr. ir. Nele De Belie willen bedanken voor het mogelijk maken van deze thesis en voor het in goede banen leiden ervan. In het bijzonder wens ik mijn begeleider ir. Didier Snoeck te bedanken voor de vele raden en adviezen, de waardevolle gedeelde kennis en de menige geleverde inspanningen te mijnen behoeve.

Het personeel van het Laboratorium Magnel wil ik algemeen bedanken voor de hulp en de bijstand bij het experimenteel werk. Aan mevrouw Johanna Louwagie en mevrouw Katrien Ver Eecke van de vakgroep Textielkunde richt ik mijn welgemeende dank voor de hulp bij het uitvoeren van de vezeltrekproeven.

Mijn dank gaat ook uit naar de bedrijven Debruyne nv en Galle nv, alsook naar de organisatie Inagro, voor het leveren van de vlas- en hennepvezels, welke een essentieel bestanddeel van deze thesis vormden. Het bedrijf Sibelco nv zou ik willen bedanken voor het aanbieden van het geschikte zandmateriaal.

Speciaal zou ik ook mijn collega-studenten willen vermelden, die er steeds waren om hulp te bieden en die de menige uren experimenteel werk in het laboratorium aangenamer hebben gemaakt.

Tenslotte, en niet in het minst, wens ik mijn ouders te bedanken om mijn studies mogelijk te maken. Specifiek wil ik ze hierbij nog bedanken voor de steun en hulp bij mijn thesis.

# Toelating tot bruikleen

"De auteur geeft de toelating deze masterproef voor consultatie beschikbaar te stellen en delen van de masterproef te kopiëren voor persoonlijk gebruik. Elk ander gebruik valt onder de beperkingen van het auteursrecht, in het bijzonder met betrekking tot de verplichting de bron uitdrukkelijk te vermelden bij het aanhalen van resultaten uit deze masterproef."

"The author gives permission to make this master dissertation available for consultation and to copy parts of this master dissertation for personal use. In the case of any other use, the limitations of the copyright have to be respected, in particular with regard to the obligation to state expressly the source when quoting results from this master dissertation."

Gent, 3 juni 2013 Pierre-André Smetryns

# Meervoudige scheurvorming en zelfheling in cementgebonden composieten versterkt met natuurlijke vezels

Pierre-André Smetryns

Promotor: prof. dr. ir. Nele De Belie Begeleider: ir. Didier Snoeck

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van Master in de ingenieurswetenschappen: bouwkunde

Vakgroep Bouwkundige Constructies Voorzitter: prof. dr. ir. Luc Taerwe

Faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur Academiejaar 2012-2013

#### Samenvatting

In deze masterproef werd een geschikt mengselontwerp gezocht om meervoudige scheurvorming te bekomen in cementgebonden composieten via de toevoeging van natuurlijke vezels. Hierbij werd het onderzoek geconcentreerd op verschillende types vlas en hennep. Een optimalisatie van de meervoudige scheurvorming werd gezocht door de vezels te onderwerpen aan verscheidene chemische behandelingen. De eigenschappen van de cementcomposieten werden onderzocht, met een focus op de meervoudige scheurvorming, de verwerkbaarheid, de sterkte en de stijfheid. Met behulp van vierpuntsbuigproeven werden scheuren aangebracht in de proefstukken. De zelfheling van de bekomen scheuren werd onderzocht door microscopische analyse van de scheurdichting. Tenslotte werden de degradatie in cementmilieu en het effect van de chemische behandelingen getest door de vezels te onderwerpen aan trekproeven.

Meervoudige scheurvorming werd behaald voor vezelinhouden vanaf 1,5 vol.%. Chemische behandelingen leverden bij sommige mengsels een aanzienlijke verbetering van het scheurgedrag. Zelfheling trad steeds op na blootstelling van de proefstukken aan nat/droogcycli. De proefstukken met de beste meervoudige scheurvorming vertoonden de fijnste scheuren en ook de grootste mate van zelfheling. Trekproeven toonden aan dat de vezels aanzienlijke degradatie ondergingen na blootstelling aan cementoplossingen.

#### Trefwoorden

Beton, vlas, hennep, duurzaamheid, degradatie

# Multiple cracking and self-healing in cementitious composites reinforced with natural fibers

Pierre-André Smetryns

Supervisors: Prof. dr. ir. Nele De Belie, ir. Didier Snoeck

Abstract- Natural fibers such as flax and hemp fibers are often considered low-value materials, but have outstanding mechanical properties. These fibers have great potential as reinforcement in cementitious composites, as an alternative to synthetic microfibers. The multiple cracking capacity of cementitious composites reinforced with natural fibers still remains to be investigated, as well as the fiber degradation in alkaline environments. Consequently, a proper mixture design needs to be found and treatments may be investigated to improve fiber characteristics. The application of flax and hemp fibers in cementitious composites was examined, with a focus on inducing multiple cracking under tensile stress. Mechanical properties of the natural fibers, as well as of the cementitious composites were studied. Lastly, the degradation of the natural fibers in alkaline environments was investigated. Multiple cracking was achieved and further improvements were made using chemical treatments of the fibers. Mercerization with 2 m% NaOH resulted in optimal multiple cracking. This multiple cracking resulted in small cracks widths, which allowed autogenous healing when exposed to wet/dry-cycles. Natural fibers were thus found to be a valid eco-friendly alternative to synthetic microfibers.

*Keywords*- Concrete, flax fibers, hemp fibers, durability, degradation.

#### I. INTRODUCTION

The use of natural fibers is very attractive for a number of reasons. The production of natural fibers can happen at low costs and with a limited ecological impact. The concrete industry in particular is prone to high carbon dioxide emissions and would thus benefit from the use of renewable, eco-friendly materials. Some natural fibers have particularly good mechanical properties, as is the case for hemp and flax fibers. The use of these natural fibers in concrete is therefore an object of great interest.

Synthetic microfibers have the ability to increase the durability of concrete. As concrete is known to crack under tensile stress, fibers can be used as a reinforcing material. A proper mixture design can produce cementitious composites which exhibit tensile strain-hardening and multiple cracking, while minimizing the crack width (Yang, 2008). These small crack widths improve the durability and promote the autogenous healing of the cracks. Autogenous healing of cracks occurs through the further hydration of non-hydrated cement-particles and the precipitation of calcium carbonate, as was shown by Edvardsen (1999).

Multiple cracking and self-healing have only scarcely been studied in cementitious composites with natural fibers. As a result, proper mixture design still needs to be determined. Unfortunately natural fibers also have a few disadvantages, such as their high water absorption and their susceptible nature to degradation. This degradation can occur in several ways. Exposure to moisture can cause biodegradation after only three days, and, more importantly, cellulosic fibers deteriorate in an alkaline environment (Stamboulis et al., 2001).

#### II. MATERIALS AND METHODS

#### A. Materials

The mortar mixtures were composed of ordinary Portland Cement 52.5 N (571 kg/m<sup>3</sup>), fly ash class F (685 kg/m<sup>3</sup>), quartz sand M34 Sibelco (456 kg/m<sup>3</sup>), water (332 kg/m<sup>3</sup>), a polycarboxylate superplasticizer (Glenium 51, conc. 35%) and fibers (0.5 vol.% - 2 vol.%). The natural fibers consisted of four basic types: technical flax (TF), cottonised flax (CF), non-retted hemp (NH) and slightly-retted hemp (RH). The raw fiber material was hand-processed and cut into separate fibers of variable lengths (5 mm / 10 mm / 20 mm). One synthetic PVA-fiber (Kuralon K-II, Kuraray) was also used for reference purposes.

#### B. Methods

Some mixtures were reinforced with chemically treated fibers. The different treatments used were an impregnation with a silane coupling agent, a treatment with benzoyl peroxide (6 m%), three types of mercerization (2/6/10 m% NaOH), a treatment with acetic acid and an acetylation treatment using acetic anhydride.

Displacement-controlled four-point-bending tests (W+B DB 250/15) were executed to induce multiple cracking and to determine the mechanical properties of the mixtures.

After crack formation, the samples were cured by means of wet/dry-cycles during a period of 14 days. Self-healing was then assessed by investigating the crack closure with a stereo microscope (Leica S8 APO).

Degradation of the fibers was achieved by exposing the fibers to different environments (cementitious filtered slurry, demineralized water, tap water) for a period of six months. Mechanical properties of the fibers were determined by displacement-controlled tensile tests (TexTechno Favimat).

#### III. RESULTS AND DISCUSSION

Fiber contents of more than 1 vol.% could not be achieved without hydrating the fibers with additional water prior to mixing. Using this hydrating step, mixtures were created with fiber contents of 1.5 vol.% and 2 vol.%.

Multiple cracking was achieved for all fiber types, except retted hemp. Using 2 vol.% of fibers gave more multiple cracking than 1.5 vol.%. The best results were achieved with technical flax fibers, giving an average of 4.7 cracks per sample, with an average crack width of 48  $\mu$ m.

Chemical treatments of the fibers improved the cracking behavior of certain mixtures. Mixtures reinforced with technical flax improved by mercerization (2 m% NaOH) and by acetylation. Use of mercerization (2 m% NaOH) also enhanced the cracking properties of mixtures with non-retted hemp. All treatments, with the exception of peroxide treatment, improved the cracking of mixtures using retted hemp. The best multiple cracking results were obtained with the mercerization (2 m% NaOH) of TF and RH, providing respective averages of 7.3 and 7.0 cracks per sample, with average crack widths of 34  $\mu$ m and 64  $\mu$ m.

Mechanical properties, such as stiffness, first-cracking strength and tensile strength, comparable to those of the PVAmixture were obtained. Samples with multiple cracking showed clear tensile strain-hardening behavior (Figure 1).



Figure 1 Stress-strain diagram for a mixture with 2 vol.% fibers, type TF, treated by mercerization with 2 m% NaOH.

Self-healing was observed through microscopic examination of the cracks. Small widths (<  $35 \mu$ m) often showed complete closure of the cracks, as can be seen in

Figure 2. Larger widths (> 50  $\mu$ m) only partially healed. Great variability was detected in the self-healing of the cracks, as some small cracks did not heal entirely and some larger cracks showed a large amount of crack filling. The mixtures with optimal multiple cracking capacity had the smallest crack widths. Consequently the best self-healing occurred in those mixtures.



Figure 2 Crack closure through self-healing, after 14 days of wet/dry-cycles.

Measurements of the mechanical properties of the natural fibers showed that TF (821 MPa) and RH (972 MPa) had significantly larger tensile strengths than CF (457 MPa) and NH (561 MPa). The largest stiffness was exhibited by TF (30 GPa) and the largest strain capacity by RH (3.6%).

Tensile tests after degradation in cementitious filtered slurry revealed a decrease in tensile strength, stiffness and strain capacity for all fibers. A similar decrease was observed for degradation in demineralized water. Fiber samples which were conserved in tap water showed severe biological degradation. The chemical treatments of the fibers did not increase the tensile strength or the stiffness. In some cases these values greatly decreased. The strain capacity was sometimes augmented by the chemical treatment. Combination of chemical treatment and exposure to cementitious slurry sometimes showed better mechanical properties than the non-exposed chemically treated fibers.

#### **IV. CONCLUSIONS**

The use of flax and hemp fibers in cementitious composites resulted in mixtures with tensile strain-hardening and extensive multiple cracking properties. These properties were further improved by chemically treating the fibers prior to mixing. The best results were obtained by mercerization of TF and RH with 2 m% NaOH. Crack widths remained small, which allowed self-healing. Small crack widths (< 35  $\mu$ m) often healed completely.

These findings show the great potential of flax and hemp fibers for use in cementitious composites. The most important downside to the use of these fibers remains the degradation in alkaline environment. Further investigation of this aspect is thus required for the successful application of natural fibers as reinforcing material in cementitious composites.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

This work was carried out within the framework of an MSc dissertation at the Faculty of Civil Engineering and Architecture of Ghent University.

#### References

- [1] Yang, E.-H. (2008). *Designing added functions in engineered cementitious composites*. (Ph.D. Dissertation), The University of Michigan.
- [2] Edvardsen, C. (1999). Water permeability and autogenous healing of cracks in concrete. *ACI Materials Journal*, *96*(4).
- [3] Stamboulis, A., Baillie, C. A., & Peijs, T. (2001). Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 32(8), 1105-1115.

# Inhoud

1	Inl	eiding.		1
2	Lit	eratuu	studie	2
	2.1	Sche	uren in beton	2
	2.2	Mee	rvoudige scheurvorming	3
	2.3	Auto	gene zelfheling	3
	2.3	3.1	Definitie	3
	2.3	3.2	Zelfhelingsmechanismen	4
	2.3	3.3	Compositie zelfhelingsproducten	5
	2.3	3.4	Calcietprecipitatie (Edvardsen, 1999)	5
		2.3.4.1	Thermodynamisch	6
		2.3.4.2	Model voor calcietformatie bij watervoerende scheuren	7
		2.3.4.3	Invloeden	8
	2.3	3.5	Voorwaarden voor autogene heling	8
		2.3.5.1	Chemische producten	8
		2.3.5.2	Scheurwijdte	8
		2.3.5.3	Omgeving	9
	2.3	3.6	Zelfdichting (Hearn, 1998)	10
	2.3	3.7	Andere zelfhelingsprocessen	11
	2.3	3.8	Autogene heling bevorderen	12
		2.3.8.1	Microvezels	12
		2.3.8.2	Superabsorberende polymeren	13
	2.3	3.9	Tranportmechanische gevolgen van autogene heling	13
	2.3	3.10	Mechanische gevolgen van zelfheling	14
	2.4	Onde	erzoeksmethoden voor autogene heling	15
	2.4	4.1	Mechanische karakteristieken	16
		2.4.1.1	Trek- en buigproeven	16
		2.4.1.2	Resonantiefrequentietesten (EH. Yang, 2008)	16
		2.4.1.3	Andere emissietesten (Aldea et al., 2000)	17
	2.4	4.2	Transporteigenschappen	17
		2.4.2.1	Permeabiliteitstesten	17
		2.4.2.2	Chloridepenetratietest	19
	2.4	4.3	Scheuronderzoek	19

	2.4.3.1	Microscopische analyse	. 19
	2.4.3.2	Energiedispersieve röntgenspectroscopie	. 19
	2.4.3.3	Thermogravimetrische analyse	. 20
2.5	Veze	lcomposieten	. 20
2	.5.1	Types vezelcomposieten	. 20
2	.5.2	Micromechanische theorie voor vezelcomposieten	. 21
	2.5.2.1	Micromechanische parameters (V. C. Li et al., 2001)	. 21
	2.5.2.2	Ontwerpkader volgens PDDA	. 22
	2.5.2.3	Toepassingen van de micromechanische theorie	. 23
2	.5.3	Invloed van omgevingscondities	. 23
	2.5.3.1	Temperatuur	. 23
	2.5.3.2	Chloriden (M. Li & Li, 2011)	. 24
2.6	Veze	ls	. 24
2	.6.1	Natuurlijke vezels	. 24
	2.6.1.1	Algemeen	. 24
	2.6.1.2	Vezelopbouw (Degrauwe, 2005)	. 25
	2.6.1.3	Vezelmicrostructuur	. 27
2	.6.2	Vlas	. 28
	2.6.2.1	Algemeen	. 28
	2.6.2.2	Samenstelling	. 30
	2.6.2.3	Mechanische karakteristieken	. 30
2	.6.3	Hennep	. 31
	2.6.3.1	Algemeen	. 31
	2.6.3.2	Samenstelling	. 32
	2.6.3.3	Mechanische karakteristieken	. 32
2	.6.4	Mechanisch gedrag van vlas- en hennepvezels	. 33
2	.6.5	Verwerking van planten tot natuurlijke vezels	. 36
	2.6.5.1	Mechanische verwerking (Degrauwe, 2005)	. 36
	2.6.5.2	Roten	. 36
	2.6.5.3	Cottonisatie	. 37
2	.6.6	Behandelingen van natuurlijke vezels	. 37
	2.6.6.1	Doel van vezelbehandelingen	. 37
	2.6.6.2	Chemische behandelingen	. 38

	2.6.6.4	Duralin-behandeling (Stamboulis et al., 2001)	. 42
	2.6.7	Natuurlijke vezels in cementcomposieten	. 43
	2.6.8	Artificiële vezels	. 45
	2.6.8.1	PVA-vezels	. 45
	2.6.8.2	PP-vezels	. 46
2	2.7 Mate	eriaalkeuze	. 46
	2.7.1	Vliegas (Yu et al., 2010)	. 46
	2.7.2	Zand (V. C. Li et al., 2001)	. 46
	2.7.3	Toevoegsels	. 47
3	Materiale	n en methoden	. 48
3	3.1 Mate	erialen	. 48
	3.1.1	Algemeen	. 48
	3.1.2	Vezels	. 48
	3.1.2.1	Natuurlijke vezels	. 49
	3.1.2.2	Synthetische vezel	. 50
	3.1.3	Chemische substanties	. 51
3	3.2 Men	gsels en proefstukken	. 52
	3.2.1	Basissamenstelling	. 52
	3.2.2	Proefstukken	. 52
	3.2.2.1	Mengsel met synthetische vezels	. 53
	3.2.2.2	Invloed van primaire vezelparameters	. 53
	3.2.2.3	Invloed van prehydratatie van de natuurlijke vezels	. 54
	3.2.2.4	Invloed van vezelbehandelingen	. 55
	3.3 Met	noden	. 56
	3.3.1	Natuurlijke vezels algemeen	. 56
	3.3.1.1	Verdere verwerking natuurlijke vezels	. 56
	3.3.1.2	Bepaling volume natuurlijke vezels	. 56
	3.3.2	Prehydratatie en chemisch behandelen van natuurlijke vezels	. 57
	3.3.2.1	Prehydratatie van de vezels	. 57
	3.3.2.2	Behandeling met silaanbindmiddel	. 58
	3.3.2.3	Alkalisatie	. 58
	3.3.2.4	Behandeling met benzoylperoxide	. 59
	3.3.2.5	Behandeling met zuur	. 59
	3.3.2.6	Acetylering	. 59

	3.3.3	Produceren van de proefstukken	59
	3.3.3.1	I Mengprocedure	59
	3.3.3.2	2 Consistentie cementmortel testen	60
	3.3.3.3	3 Verdere verwerking	61
	3.3.4	Mechanisch testen van proefstukken	62
	3.3.4.1	Dopmeten en wegen	62
	3.3.4.2	2 Uitvoering vierpuntsbuigproeven	62
	3.3.4.3	Bepalen spanningen en rekken	63
	3.3.4.4	4 Mechanische eigenschappen	64
	3.3.5	Zelfheling	66
	3.3.5.1	1 Nat/droog-cycli	66
	3.3.5.2	2 Microscopisch onderzoek	66
	3.3.6	Vezelonderzoek	67
	3.3.6.1	L Degradatieproeven	67
	3.3.6.2	2 Trekproeven vezels	68
	3.3.6.3	3 Mechanische eigenschappen	71
	3.3.6.4	4 Microscopisch onderzoek	72
	3.3.7	Statistische verwerking	72
4	Resultate	en en bespreking	73
	4.1 Con	sistentie en verwerkbaarheid van de mortelspecie	73
	4.1.1	Algemeen	73
	4.1.1.1	L Effect van droge vezelinmenging	73
	4.1.1.2	2 Effecten van prehydratatie en natte vezelinmenging	73
	4.1.2	Vergelijking schudmaat	74
	4.1.2.1	1 Primaire mengsels	74
	4.1.2.2	2 Prehydratatie	76
	4.1.2.3	3 Chemische behandelingen	77
	4.2 Verl	harding van de mortelspecie	78
	4.2.1	Effect van vezeltype	78
	4.2.2	Effect van vezelinhoud	78
	4.3 Mee	ervoudige scheurvorming	79
	4.3.1	Algemeen	79
	4.3.2	Referentiemengsel met PVA-vezels	79
	4.3.3	Primaire mengsels	79

4	.3.4	Prehydratatie bij onbehandelde vezels	80
	4.3.4.1	Maximale prehydratatie met extra water	80
	4.3.4.2	Minimale prehydratatie met extra water	81
	4.3.4.3	Prehydratatie met mengwater	83
4	.3.5	Chemisch behandelde vezels	83
	4.3.5.1	Effect per vezeltype	84
	4.3.5.2	Effect per behandeling	86
	4.3.5.3	Peroxidebehandeling	86
	4.3.5.4	Alkalisatie (2 – 6 – 10 m% NaOH)	87
	4.3.5.5	Zuurbehandeling	87
	4.3.5.6	Acetylering	88
4.4	Mec	hanische eigenschappen van de cementcomposieten	88
4	.4.1	Spanning-rekdiagrammen	88
	4.4.1.1	Referentiemengsels met PVA-vezels	89
	4.4.1.2	Primaire mengsels	90
	4.4.1.3	Mengsels met prehydratatie van onbehandelde vezels	100
	4.4.1.4	Chemische behandelingen	106
4	.4.2	Vergelijking van de verschillende reeksen	117
	4.4.2.1	Stijfheid	117
	4.4.2.2	Eerste-scheursterkte	120
	4.4.2.3	Buigtreksterkte	122
	4.4.2.4	Versteviging	124
	4.4.2.5	Scheurvorming	125
4.5	Zelfł	neling en microscopisch onderzoek	126
4	.5.1	Scheuronderzoek: algemeen	126
	4.5.1.1	Primaire mengsels	126
	4.5.1.2	Mengsels met geprehydrateerde vezels en met PVA	131
	4.5.1.3	Mengsels met chemisch behandelde vezels	133
4	.5.2	Scheuronderzoek: calcietvorming op vezels	135
4	.5.3	Vergelijking van de bekomen zelfheling	138
	4.5.3.1	Primaire mengsels	138
	4.5.3.2	Mengsels met geprehydrateerde vezels en PVA	139
	4.5.3.3	Mengsels met chemisch behandelde vezels	141
4.6	Mec	hanische eigenschappen van de natuurlijke vezels	148

4.6.1	Algemeen	148
4.6.2	Vergelijking van de mechanische eigenschappen	149
4.6.2.1	Basisvezels	149
4.6.2.2	2 Onderzoek naar degradatie	151
4.6.2.3	B Effect van chemische behandelingen en cementomgeving	154
4.6.3	Overzicht resultaten chemische behandelingen	166
4.6.3.1	Invloed van de graad van alkalisatie	166
4.6.3.2	2 Invloed op mechanische vezeleigenschappen	167
4.6.3.3	3 Invloed op duurzaamheid	168
4.7 Mic	roscopisch onderzoek van de natuurlijke vezels	169
4.7.1	Langdurige degradatie	169
4.7.1.1	L Algemene aspecten	169
4.7.1.2	2 Invloed op gemiddelde vezeldiameter	170
4.7.2	Chemische behandelingen en degradatie van korte duur	171
4.7.2.1	L Algemene aspecten	171
4.7.2.2	2 Invloed op gemiddelde vezeldiameter	171
4.7.3	Biologische degradatie	172
5 Discussie	en verbanden	173
5.1 Mee	ervoudige scheurvorming	173
5.1.1	Cementcomposieten met natuurlijke vezels	173
5.1.2	Cementcomposieten met PVA-vezels	174
5.1.3	Toepassing van de micromechanische theorie	174
5.2 Eige	nschappen van de cementcomposieten	175
5.2.1	Verwerkbaarheid (primaire mengsels)	175
5.2.2	Verharding	175
5.2.3	Eerste-scheursterkte	176
5.2.4	Stijfheid	176
5.2.5	Maximale buigtreksterkte	177
5.3 Zelf	heling	177
5.4 Eige	nschappen van de natuurlijke vezels	178
5.4.1	Dimensies van de vezels	178
5.4.2	Mechanische eigenschappen van de basisvezels	178
5.4.3	Chemische behandelingen	181
5.4.3.1	L Silaanbehandeling	181

	5.4.3.2	Peroxidebehandeling	. 182
	5.4.3.3	Alkalisatie	. 182
	5.4.3.4	Zuurbehandeling	. 183
	5.4.3.5	Acetylering	. 183
	5.4.4 B	iologische degradatie	. 183
6	Conclusies		. 184
7	Referenties	5	. 187

# Tabel van afkortingen en symbolen

Symbool - Afkorting	Betekenis	Eenheid
а	Sectie vloeistofkolom	[m <sup>2</sup> ]
a <sub>0</sub>	Aanwezige defectafmeting	[m]
ag	Debietcoëfficiënt	[-]
Å	Oppervlak	[m <sup>2</sup> ]
AASHTO	American Association of State Highway and	-
	Transportation Officials	
AH	Anhydridebehandeling	-
AICI <sub>3</sub>	Aluminiumchloride	-
$AI_2O_3$	Aluminiumoxide	-
ANOVA	Analysis of Variance	-
ASTM	American Society for Testing and Materials	-
b	Breedte proefstuk	[m]
BISFA	Bureau International pour la Standardisation des	-
	Fibres Artificielles	
β	Slip-verstevigingscoëfficiënt	[-]
C <sub>3</sub> A	Ongehydrateerd cement	-
Ca <sup>2+</sup>	Calciumionen	-
CaCO <sub>3</sub>	Calciumcarbonaat	-
CaO	Calciumoxide	-
Ca(OH) <sub>2</sub>	Calciumhydroxide - Portlandiet	-
CEM	Cementfiltraat	-
CH₃CO	Acetylgroep	-
CO <sub>2</sub>	Koolstofdioxide	-
CO3 <sup>2-</sup>	Carbonaten	-
C-S-H	Calcium-Silica-Hydraat	-
CV	Gecottoniseerd vlas	-
d	Dikte proefstuk	[m]
D <sub>50</sub>	Mediane korrelgrootte	[m]
d <sub>f</sub>	Vezeldiameter	[m]
DEM	Gedemineraliseerd water	-
$\delta_0$	Scheurwijdte bij σ₀	[m]
е	Eulergetal	[-]
E <sub>c</sub>	Elasticiteitsmodulus composiet	[MPa]
E <sub>f</sub>	Elasticiteitsmodulus vezel	[MPa] of [cN/tex]
E <sub>m</sub>	Elasticiteitsmodulus matrix	[MPa]
ECC	Engineered cementitious composite	-
EDX	Energy-dispersive X-ray spectroscopy	-
ESEM	Environmental scanning electron microscopy	-
e	Bundelefficiëntie	[-]
ε <sub>cu</sub>	Rek bij buigtreksterkte	[%]
ε <sub>fc</sub>	Rek bij eerste-scheursterkte	[%]
ε <sub>ontl</sub>	Rek bij ontlasten	[%]
ε <sub>perm</sub>	Permanente rek na ontlasten	[%]
θ	Relatieve hoek vierpuntsbuigproef	[rad]
f	Snubbing coëfficiënt	[-]
f'	Sterktereductiefactor	[-]
f <sub>ct</sub>	Treksterkte	[MPa]

Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	IJzeroxide	-
F <sub>max</sub>	Maximale kracht	[kN]
FRC	Fiber-Reinforced Concrete	-
FRCC	Fiber-Reinforced Cementitious Composite	-
g	Zwaartekrachtsversnelling	$[m/s^2]$
Gd	Chemische binding	$[J/m^2]$
GH	Gerote hennep	-
Γ	Gammafunctie	-
h	Drukhoogte	[m]
h	Initiële drukhoogte	[m]
h.	Finale drukhoogte	[m]
H <sup>+</sup>	Waterstofionen	-
 H <sub>2</sub> O	Water	_
	Bicarbonaten	_
НСР	Hardened cement paste	-
	High Performance Fiber-Reinforced Cementitious	_
	Composite	-
ц со	Zwavolzuur	
П <sub>2</sub> 3О <sub>4</sub>	Zwavelzuul	-
1	Complementaire energie	[-]
J <sub>b</sub>		$\left[ J/\Pi \right]$
J <sub>tip</sub>	Scheurlip breuktaaineid	[J/[f]] [ma./a]
K	Permeabiliteitsconstante	[m/s]
K <sub>c</sub>	verzadigingsgraad van calciet	[moi /i ]
K <sub>2</sub> O	Kallumoxide	-
K <sub>m</sub>	Matrixbreuktaalheid	[J/m <sup>2</sup> ] of [MPa√m]
КОН	Kaliumhydroxide	-
$l_s$	Lengte van scheur, loodrecht op stroomrichting	[m]
$l_f$	Vezellengte	[m]
L <sub>0</sub>	Afstand buitenste-binnenste punt (buigproef)	[m]
L <sub>1</sub>	Afstand binnenste punten (buigproef)	[m]
L <sub>2</sub>	Afstand buitenste punten (buigproef)	[m]
L <sub>3</sub>	Lengte proefstuk	[m]
m	Weibullmodulus	[-]
m <sub>droog</sub>	Droge massa vezels	[g]
m <sub>nat</sub>	Natte massa vezels	[g]
Μ	Molaire concentratie	[mol/l]
M <sub>max</sub>	Maximaal buigend moment	[kNm]
MC	Multiple cracking	-
MgO	Magnesiumoxide	-
MW	Mineraalwater (kraantjeswater)	-
N2	Alkalisatie met 2 m% NaOH	-
N6	Alkalisatie met 6 m% NaOH	-
N10	Alkalisatie met 10 m% NaOH	-
Na	Natrium	-
Na <sub>2</sub> O	Natriumoxide	-
NaOH	Natriumhydroxide	-
NH	Niet-gerote hennen	_
1/	Kinematische viscositeit	$[m^2/s]$
, Op	Zuurstof	-
OH	Hydroxylgroen	_
0	Verzadigingsgraad	[_]
26		LJ

Р	Peroxidebehandeling	-
PDDA	Permance-driven design approach	-
PE	Polyethyleen	-
рН	Zuurtegraad	[-]
РР	Polypropyleen	-
PVA	Polyvinylalcohol	-
Q	Debiet	[m³/s]
R	Kromtestraal bij vierpuntsbuigproef	[m]
RO	Vrije radicaal	-
ρ <sub>f</sub>	Massadichtheid	[kg/m <sup>3</sup> ]
S	Silaanbehandeling	-
SAP	Superabsorberend polymeer	-
SD	Relatieve scheurdichting	[%]
SD <sub>gem</sub>	Gemiddelde relatieve scheurdichting	[%]
SD <sub>gem,corr</sub>	Gecorrigeerde gemiddelde relatieve scheurdichting	[%]
SEM	Scanning electron microscope	-
SHCC	Strain-hardening cementitious composites	-
SiH <sub>4</sub>	Silaan	-
SiO <sub>2</sub>	Siliciumdioxide	-
S-N-K	Student-Newman-Keuls	-
SO <sub>3</sub>	Zwaveltrioxide	-
SP	Superplastificeerder	-
SSE	Self-sealing effect	-
σ	Spanning	[MPa]
$\sigma_0$	Maximale brugspanning	[MPa]
$\sigma_1$	Treksterkte eerste vierpuntsbuigproef	[MPa]
σ <sub>2</sub>	Treksterkte herhaalde vierpuntsbuigproef	[MPa]
$\sigma_{fc}$	Eerste-scheursterkte	[MPa]
σ <sub>fu</sub>	Vezeltreksterkte	[MPa] of [cN/tex]
σο	Spanning bij ontlasten	[MPa]
σ <sub>ontl</sub>	Spanning bij ontlasten	[MPa]
$\sigma_{ct}$	Trekspanning	[MPa]
$\sigma_{cu}$	Buigtreksterkte	[MPa]
t	Tijd	[s]
t <sub>f</sub>	Testduur	[s]
TGA	Thermogravimetrische analyse	-
TiO <sub>2</sub>	Titaniumdioxide	-
TV	Technisch vlas	-
$ au_0$	Interface wrijving	[Pa]
u	Verticale verplaatsing	[m]
UHPC	Ultra-high performance concrete	-
UHSB	Ultrahogesterktebeton	-
UPV	Ultrasonic pulse velocity	-
V	Volume	[m³]
V <sub>f</sub>	Volumefractie vezels	[vol.%]
W	Scheurwijdte	[m]
W <sub>gem</sub>	Gemiddelde scheurwijdte	[m]
W	Weerstandsmoment	[m³]
Z	Zuurbehandeling	-

# 1 Inleiding

De moderne constructie-industrie en meer bepaald de betonindustrie is verantwoordelijk voor het gebruik van grote hoeveelheden niet-hernieuwbare grondstoffen. Deze activiteiten liggen bovendien aan de grondslag van een enorme afvalproductie en gigantisch grote koolstofdioxide-emissies. Om deze redenen is het duidelijk dat onderzoek naar nieuwe constructieve materialen nodig is, waarbij de klemtoon moet worden gelegd op het gebruik van hernieuwbare bronnen zoals natuurlijke vezels.

Natuurlijke vezels zijn ook bijzonder aantrekkelijk omwille van nog andere redenen, zoals hun goedkope productie en hun uitstekende mechanische eigenschappen. Bij de teelt van de vezelplanten wordt bovendien koolstofdioxide omgezet in zuurstof, zodat de productie heel milieuvriendelijk kan gebeuren met een lage ecologische impact. Deze vezels zijn ook zeer licht, hetgeen een voordeel kan bieden bij toepassingen in zware betonconstructies.

De positieve eigenschappen van natuurlijke vezels zijn al langer gekend. Ze worden reeds enige tijd met succes gebruikt bij de vervaardiging van composietmaterialen gebaseerd op polymeren. Composieten met hennepvezels worden bijvoorbeeld veelvuldig gebruikt in de automobielindustrie, omwille van hun lichte en sterke eigenschappen.

Vezelversterkte cementcomposieten vormen echter een domein waarin voornamelijk synthetische vezels worden gebruikt en voorlopig nog zeer weinig natuurlijke vezels. Dergelijke cementcomposieten kunnen bijzonder interessante eigenschappen naar duurzaamheid toe bezitten. Het brosse scheurgedrag in trek van beton wordt in deze composietmaterialen omgezet in een ductiel scheurgedrag met vorming van vele fijne scheuren. Door de scheurwijdte te beperken kan bovendien autogene zelfheling worden geïnitieerd, waardoor de scheuren na verloop van tijd uit zichzelf dichtgaan. Toepassing van dergelijke composieten in constructietoepassingen zou dus een veel grotere duurzaamheid bieden dan conventioneel beton en zou de grote kosten voor reparaties aanzienlijk doen dalen. Een belangrijk nadeel van het gebruik van natuurlijke vezels in cementcomposieten is echter hun neiging tot degradatie in alkalische milieus.

Deze masterproef probeert in de eerste plaats een cementcomposiet versterkt met natuurlijke vezels te ontwikkelen, waarbij meervoudige scheurvorming optreedt met beperkte scheurwijdtes. Hierbij worden verschillende vezelsoorten gebruikt, meer bepaald twee types vlas en twee types hennep. De scheur- en sterkteperformantie van de composietmengsels worden bepaald aan de hand van vierpuntsbuigproeven en de mate van zelfheling wordt gecontroleerd. Chemische behandelingen van de vezels worden gebruikt om betere eigenschappen te bekomen, zowel naar scheurperformantie als naar degradatie toe. Tenslotte wordt de duurzaamheid van de vezels onderzocht.

### 2 Literatuurstudie

#### 2.1 Scheuren in beton

Door de intrinsiek lage treksterkte van beton zijn scheuren inherent aan betonstructuren. Deze scheuren kunnen bovendien leiden tot schade en kosten tijdens de levensduur. Scheuren worden veroorzaakt door krimp, externe krachten, vriezen, etc. Doorheen deze scheuren kunnen agressieve stoffen het beton binnendringen en kan de aanwezige wapening corroderen. Deze corrosie geeft niet enkel een sterktevermindering, maar levert ook een vergroting van de scheuren door de expansieve vorming van corrosieproducten bij gewapende betonstructuren. Ook bij niet-gewapende betonstructuren kunnen scheuren schadelijk zijn, bijvoorbeeld met het oog op de doorlatendheid van de structuur en de stimulatie van andere schademechanismen.

Scheuren in beton worden dus best vermeden of ingeperkt. Een mogelijkheid om de scheurvorming in te perken is het gebruik van korte vezels. De willekeurig georiënteerde vezels zorgen voor meervoudige scheurvorming (zie paragraaf 2.2) en kunnen zo de scheurwijdtes verminderen en de indringing van schadelijke stoffen beperken.

Verminderde scheurwijdten kunnen bovendien zorgen voor scheuren die zichzelf weer dichten, door zogenaamde autogene zelfheling (zie paragraaf 2.3). Dit verschijnsel is van belang voor het herstel van mechanische en transporteigenschappen. Zelfheling kan bovendien economisch zeer interessant zijn, aangezien nagenoeg 50% van jaarlijkse bouwbudgetten aan herstel- en renovatiewerken worden besteed (Cailleux & Pollet, 2009). Door schade te vermijden kan zelfheling een degelijk alternatief vormen voor dure herstelprocedures en producten. Ontwerpcodes en onderzoek geven aan dat een scheurwijdte van 100 µm of minder relatief veilig is voor autogene zelfheling (Edvardsen 1999). Hierbij is de criteriumwaarde 50 µm (E.-H. Yang, 2008).

Drie types breukmechanismen treden op bij cementcomposieten in trek: brosse breuk, quasi-brosse breuk en versteviging. De brosse breuk is typisch voor bijvoorbeeld een verharde cementmatrix en wordt gekarakteriseerd door een lineaire spanning-rekdiagram gevolgd door een plotse val in spanning na de eerste scheur (zie curve A op Figuur 1). De breukrek in trek bedraagt in deze situatie ongeveer 0,01%.



Figuur 1: Breukmechanismen in trek; naar V. C. Li (1998)

Quasi-bros falen of verweking komt voor in beton en cementcomposieten, waarbij na de eerste scheur een verwekend effect optreedt (zie curve B op Figuur 1). Dit betekent concreet een toenemende rek bij afnemende spanning. De oorzaak hiervan ligt bij de overbruggingsactie van de aggregaten en/of de vezels. De breukrek van quasi-brosse materialen is van dezelfde grootte-orde als deze van brosse materialen. Bij versteviging (E: strain-hardening) nemen de trekspanningen toe na de eerste scheur, terwijl de vervormingen merkelijk toenemen (zie curve C op Figuur 1). Versteviging is typisch voor ECC-materialen (cf. paragraaf 2.5). Een belangrijke voorwaarde om van quasi-bros gedrag over te gaan naar versteviging is de aanwezigheid van steady-state scheurvorming, zie verder 2.5.2.2. (V. C. Li, 1998)

#### 2.2 Meervoudige scheurvorming

Door gebruik te maken van de korte vezels treedt meervoudige scheurvorming op. Meervoudige scheurvorming (E: multiple cracking, MC) gebeurt via het volgende principe. Door trekspanningen in het beton vormt zich een eerste scheur. De totale last, zijnde de initiële last op de vezels voorafgaand aan de scheur en de bijkomende last welke door de matrix wordt overgedragen, werkt op dat moment in op de vezels die de scheur overbruggen. Indien deze vezels de belasting kunnen dragen, worden de spanningen opnieuw overgedragen naar de matrix en nemen ze vervolgens toe tot een nieuwe scheur op een tweede locatie wordt gevormd. Dit proces gaat door tot de vezelbruggen de toename in kracht niet meer kunnen opnemen en uitgetrokken worden of breken. Hierbij kan de belasting niet meer opgenomen worden door de sterkte van de cementmatrix. Op dat ogenblik zal een eerder gevormde scheur verder openen en zal het composietmateriaal zijn grootst mogelijke rek bereiken. Indien de vezels de totale belasting niet kunnen opnemen na de eerste scheur, leidt dit tot hetzij uittrekking (E: pull-out), hetzij falen van de vezels. (V. C. Li & Leung, 1992)

#### 2.3 Autogene zelfheling

#### 2.3.1 Definitie

Beton bezit een zekere passieve zelfhelingscapaciteit, welke autogene heling genoemd wordt. Deze term verwijst naar het vermogen van hydraulische producten om scheuren te helen in gebroken beton.

Het fenomeen zelfheling is reeds lang gekend. Bij sommige scheuren in oude betonstructuren werd een witte aflijning in kristalvorming materiaal waargenomen, hetgeen een zekere scheurdichting van binnenuit suggereerde. Dit helingsproces is onder meer veelvoorkomend bij betonnen waterkerende structuren en pijpleidingen. Het werd voor het eerst ontdekt door de Franse Academie der Wetenschappen in 1836 en werd uitvoerig onderzocht met betrekking tot pijpleidingen en andere waterhoudende structuren (Hearn, 1998). Sindsdien werd zelfheling reeds door vele auteurs bestudeerd. (Edvardsen, 1999; V. C. Li & Yang, 2007; Snoeck & De Belie, 2012; E.-H. Yang, 2008)

Om een functioneel betonmateriaal te ontwikkelen met zelfheling moeten zes praktische richtlijnen gevolgd worden. Deze zorgen voor een zogenaamd robuust materiaal (E.-H. Yang, 2008):

- doordringing: de zelfhelende producten moeten aanwezig zijn ter hoogte van de scheuren op het juiste ogenblik;
- **stabiliteit**: de producten moeten actief blijven over de levensduur;
- **economisch**: de zelfheling moet economisch haalbaar zijn;
- betrouwbaarheid: consistente zelfheling in een breed gamma van typische omgevingen van betonstructuren;
- kwaliteit: de zelfheling moet resulteren in een herwinning van transport- en mechanische eigenschappen tot het niveau voorafgaand aan de schade;
- **herhaalbaarheid**: meerdere beschadigingen moeten kunnen geheeld worden.

#### 2.3.2 Zelfhelingsmechanismen

In de bestaande literatuur worden vele mogelijke oorzaken van zelfheling voorgesteld. De volgende combinatie van mechanismen wordt veelal aangehaald (Clear (1985); Ramm en Biscoping (1998); Homma et al. (2009); ter Heide (2005)):

- 1. verdere hydratatie van ongehydrateerd cement;
- 2. expansie van calcium-silica-hydraatgel (C-S-H) in de scheurflanken;
- 3. precipitatie van calciumcarbonaat (CaCO<sub>3</sub>);
- 4. verstoppen van holtes door vaste deeltjes in water (cementdeeltjes, hydratatieproducten, onzuiverheden, etc.);
- 5. verstoppen van holtes door betondeeltjes die losgekomen zijn bij de scheurvorming.

Edvardsen (1999) haalde een analoge combinatie aan, maar stelde vervolgens dat de belangrijkste factor de precipitatie van het calciumcarbonaat is en dat de invloed van de mechanische blokkering en van het zwellen van de cementpasta inferieur is.

Sisomphon et al. (2012) maakten een onderscheid tussen de mechanismen aan de hand van de locatie van de scheur. Interne scheuren vertonen heling door verdere hydratatie of zwelling van ongereageerde deeltjes. Oppervlakscheuren helen voornamelijk door een tweede proces, namelijk de precipitatie van calciumcarbonaat.

De literatuur geeft meerdere zelfhelingsmechanismen. Eerst gaven sommigen aan dat hydratatieproducten de scheuren overbrugden na verdere hydratatie. Vervolgens werd de carbonatatiereactie gepostuleerd nadat calciumcarbonaatafzettingen gevonden waren in pijpen. Later werd bevestigd dat het zelfdichtend materiaal calciumcarbonaatkristallen waren, samen met calciumhydroxide Ca(OH)<sub>2</sub> afzettingen (Hearn, 1998). Meestal is het inderdaad een combinatie van beiden.

#### 2.3.3 Compositie zelfhelingsproducten

Onderzoek naar de compositie van de producten aanwezig in zelfgeheelde scheuren kan meer inzicht geven in de aard van de achterliggende mechanismen.

Clear (1985) gaf aan dat witte kristalvormige precipitaten de scheuren vullen door de reactie tussen waterstofcarbonaat met calciumhydroxide of door carbonatatie van calciumhydroxide bij blootstelling aan de atmosfeer.

Edvardsen (1999) poneerde, na onderzoek van scheuroppervlakken, dat de vorming van kristallijn CaCO<sub>3</sub> de exclusieve oorzaak voor autogene heling was. Lepech (2006) kwam tot een analoge conclusie met behulp van röntgenstraling spectroscopie. Door de chemische compositie te testen van de kristalproducten met behulp van ramanspectroscopie, werd opnieuw bevestigd dat alle zelfhelingsproducten calciumcarbonaatkristallen waren (Homma et al., 2009).

E.-H. Yang (2008) bepaalde via 'environmental scanning electron microscopy' (ESEM) de aard van de gevormde kristallen als zijnde gehydrateerde cementproducten, met voornamelijk calciumcarbonaat.

Snoeck et al. (2012b) stelden na thermogravimetrische analyse (TGA) dat zelfheling voornamelijk veroorzaakt werd door zowel de vorming van C-S-H-kristallen, als door de precipitatie van CaCO<sub>3</sub>.

Chemische oppervlakteanalyse van autogeen geheelde cementcomposietproefstukken toonde aan dat de kristallen op en in scheurvlakken gehydrateerde cementproducten waren, voornamelijk opgesteld uit calciumcarbonaat (Yu et al., 2010). Daarnaast werd bewijs gevonden voor het aanwezig zijn van calciumhydroxide Ca(OH)<sub>2</sub>, ook bekend als portlandiet. Daardoor is het waarschijnlijk dat het chemisch helingsproduct op jonge leeftijd bestaat uit precipitatieproducten (kristallisatie) en portlandiet (verdere hydratatiereactie). E.-H. Yang (2008) bepaalde via energiedispersieve röntgenspectroscopie (E: Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDX) de microstructuur van de kristallen en vond eveneens dat er naast calciet ook een hoeveelheid portlandiet aanwezig was.

Specifiek voor ultrahogesterktebeton (UHSB) bleek de zelfheling van een bestaande scheur voornamelijk door de hydratatie van anhydride klinker op het scheuroppervlak te gebeuren, waarbij de stijfheid van de gevormde kristallen dicht aanleunt bij deze van C-S-H (Granger et al., 2007). Dit komt door het gebruik van een lage water/cement-factor waardoor veel ongehydrateerde cementdeeltjes aanwezig zijn in de matrix om voor verdergaande hydratatie te zorgen bij het optreden van een scheur.

#### 2.3.4 Calcietprecipitatie (Edvardsen, 1999)

Edvardsen (1999) onderzocht het principe van calcietformatie in waterdoorstroomde scheuren. Deze treedt op tussen de verbindingen  $CaCO_3$ ,  $CO_2$  en  $H_2O$  via volgende reacties:

$$Ca^{2+} + CO_3^{2-} \Leftrightarrow CaCO_3 \ (pH_{water} > 8) \tag{1}$$

$$Ca^{2+} + HCO_3^- \iff CaCO_3 + H^+ (7,5 < pH_{water} < 8)$$
<sup>(2)</sup>

5

Onoplosbaar calciet (CaCO<sub>3</sub>) wordt gevormd uit een reactie tussen calciumionen Ca<sup>2+</sup>, afkomstig uit het beton, en bicarbonaten HCO<sup>3-</sup> of carbonaten CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, beschikbaar in het water. De vorming van calciet is in grote mate afhankelijk van de verzadigingsgraad  $\Omega$  van calciet:

$$\Omega = \frac{(Ca^{2+})(CO_3^{2-})}{K_c}$$
(3)

Hierdoor is de calcietvorming dus ook bepaald door de concentratie van de ionen in de oplossing en het oplosbaarheidsproduct van calciet  $K_c$ . Experimenten tonen aan dat in het geval van homogene nucleatie (d.i. het vormen van een vaste fase zonder preferentiële vormingslocaties) een verzadiging  $\Omega = 20$  nodig is om calcietvorming te creëren met substantiële kristalgroei. Beton gedraagt zich echter als een katalysator bij deze nucleatie, waardoor een veel kleinere verzadiging nodig is voor de nucleusformatie in een watervoerende scheur.

#### 2.3.4.1 Thermodynamisch

Thermodynamische beschouwingen inzake de kristalprecipitatie tonen aan dat de precipitatie in een scheur wordt verbeterd door (Edvardsen, 1999):

- een stijging van de watertemperatuur (Reinhardt & Jooss, 2003);
- een hogere pH-waarde van het water;
- een lagere partiële CO<sub>2</sub>-druk in het water.

De minimale calcietoplosbaarheid gebeurt bij pH 9,8. Deze zuurtegraad is gelegen tussen deze van verharde cementpasta (pH=13,5) en deze van water (pH=5,5-7,5). Dit wordt hieronder geïllustreerd in Figuur 2.



Figuur 2: Evenwichtsconcentraties bij verzadiging in functie van pH (Edvardsen, 1999)

Edvardsen (1999) heeft een model uitgewerkt voor de autogene heling van scheuren door calcietformatie bij doorstroming met water.

Water bevat naast bicarbonaten en carbonaten een zekere hoeveelheid  $Ca^{2+}$ , maar is onderverzadigd voor precipitatie. Het water dringt een scheur binnen en lost extra  $Ca^{2+}$ -ionen op uit de  $Ca(OH)_2$  en C-S-H-fasen van de verharde cementpasta, waardoor de pH van het water zal stijgen. Terzelfdertijd zullen alkalische verbindingen zoals KOH en NaOH uit het poriënwater een verdere pH-stijging (>8) veroorzaken, waardoor de bicarbonaten zullen omgezet worden in carbonaten. Door de concentratiegradiënt zullen opgeloste  $Ca^{2+}$ -ionen diffunderen in het doorstromende water en ermee verwijderd worden. De pH-waarde en  $Ca^{2+}$ -concentratie zal hierdoor stijgen over de lengte van de doorstroming, zie ook hieronder (Figuur 3). Ook over de scheurbreedte is een concentratiegradiënt te verwachten door de lagere stroomsnelheid langsheen de wanden. De regio's met lage stroomsnelheid favoriseren een oververzadiging van het water zodat een primaire calcietformatie zal plaatsvinden. Initieel is de kristalgroei oppervlaktegecontroleerd, zolang er  $Ca^{2+}$ -ionen direct beschikbaar zijn. Vanaf dat deze opgebruikt zijn zullen er ionen vanuit het cement naar het oppervlak diffunderen en wordt het proces diffusiegecontroleerd.



Figuur 3: Condities in watervoerende betonscheur (Edvardsen, 1999)

Deze overgang levert het typische autogene zelfhelingsgedrag van watervoerende scheuren. Zolang er calciumionen aanwezig zijn aan de scheurwanden zal er een snelle calcietgroei gebeuren. Daarna gebeurt een diffusie van de ionen door de ontstane concentratiegradiënt. Deze diffusie doorheen het beton en de kristallaag gebeurt trager dan dat de ionen kunnen worden opgenomen in de kristalstructuur. De snelheid van helen is dan afhankelijk van de diffusiesnelheid van de ionen. Ten gevolge hiervan zal in de eerste fase een snelle kristalgroei, en dus zelfheling, plaatsvinden gedurende drie tot vijf dagen. De hierop volgende zeer traag vooruitgaande diffusiegebaseerde kristalgroei geeft slechts zeer kleine scheurverkleiningen.

#### 2.3.4.3 Invloeden

Het autogene helingsproces is in grote mate afhankelijk van de scheurwijdte en van de heersende waterdruk, terwijl het cementtype, de aggregaten en de hardheid van het water geen invloed hebben. De analyse van het water (Edvardsen, 1999) toonde aan dat niet alle carbonaten CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> en HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>-ionen gebruikt worden bij precipitatie. Dit betekent dat de carbonaatconcentratie geen limiterende factor is voor zelfheling. Zelfs in bijzonder zacht water (e.g. stedelijk zuur regenwater) geldt dit laatste nog.

#### 2.3.5 Voorwaarden voor autogene heling

E.-H. Yang (2008) gaf aan dat er drie hoofdvoorwaarden bestaan om autogene heling te laten optreden:

- de aanwezigheid van zekere chemische producten;
- smalle scheuropeningen (50 μm);
- blootstelling aan zekere omgevingscondities.

#### 2.3.5.1 Chemische producten

De producten welke nodig zijn voor de autogene heling zijn bicarbonaationen ( $HCO^{3-}$ ), carbonaationen ( $CO_3^{2-}$ ), vrije calciumionen ( $Ca^{2+}$ ) en ongehydrateerd cement ( $C_3A$ ) (E.-H. Yang, 2008).

Deze zijn vrijwel steeds aanwezig in de cementgebonden matrix, waardoor deze voorwaarde dus niet limiterend is voor de vorming van autogene zelfhelingsproducten. Door het gebruik van een lage water/cement-factor zal er bijvoorbeeld een groot gehalte aan ongehydrateerd cement aanwezig zijn welke bij scheurvorming voor verdergaande hydratatie kan zorgen.

#### 2.3.5.2 Scheurwijdte

De grootste uitdaging voor zelfheling is de afhankelijkheid van dunne scheuren. Er bestaat echter een zekere onenigheid over welke scheurwijdtes dergelijke dunne scheuren moeten hebben.

Volgens E.-H. Yang (2008) zouden scheuren kleiner dan 50  $\mu$ m volledig helen, terwijl scheuren tussen 50 en 150  $\mu$ m gedeeltelijk kunnen helen. Snoeck en De Belie (2012) gaven echter aan dat scheuren kleiner dan 30  $\mu$ m volledig geheeld werden en dat scheuren tussen 30 en 150  $\mu$ m partieel gesloten werden.

Edvardsen (1999) vond dat calcietformatie bij alle scheuren optrad, ook bij de scheuren met grote wijdte. Daarentegen bleek de groeisnelheid van de kristallen wel afhankelijk te zijn van de scheurwijdte. Hierbij werden de kleinere scheuren na een drie- tot vijftal water-cycli gesloten.

Homma et al. (2009) concludeerden uit hun onderzoek dat scheuren kleiner dan 100 µm volledig worden opgevuld met kristallen bij waterdoorlatendheidsproeven.

Er moet kritisch omgegaan worden met het begrip scheurwijdte, aangezien scheuren uitwendig en inwendig kunnen verschillen. Snoeck et al. (2012b) poneerden dat enkel bij voldoende smalle scheuren precipitatieproducten de hele scheur kunnen bedekken. Dichter bij de scheurtip is er een kleinere afstand tussen de scheurflanken waardoor helende materialen van de scheur kunnen overbruggen. Hoewel dit niet zichtbaar is aan het oppervlak kan er dus inwendige heling optreden welke kan resulteren in een herwinning van mechanische eigenschappen.

2.3.5.3 Omgeving 2.3.5.3.1 Water

Water is een absolute noodzaak voor zelfheling, aangezien deze de carbonaatkristallisatie en de verdergaande hydratatie mogelijk maakt (Edvardsen, 1999).

Zelfheling treedt automatisch op ter plaatse van scheurlocaties, zonder externe interventies (E.-H. Yang, 2008). De groeisnelheid van de kristallen in de scheur is afhankelijk van de scheurwijdte en van de waterdruk, maar onafhankelijk van de betoncompositie en van het type water (Edvardsen, 1999).

Clear (1985) voerde uitvoerig onderzoek naar zelfheling bij vloeiend water en vond dat calciumcarbonaatkristallen pas na meer dan zeven dagen ontstonden.

2.3.5.3.2 Nat-droog-cycli

Het onderwerpen van proefstukken aan herhaaldelijke nat-droog-cycli simuleert de versnelde blootstelling aan buitenomgevingen (Yu et al., 2010). Na ruwweg vier tot vijf nat-droog-cycli zal er een substantiële zelfheling opgetreden zijn (E.-H. Yang, 2008).

Het is belangrijk op te merken dat permanent volledig ondergedompelde proefstukken geen zelfheling vertonen, omdat er geen toevoer van CO<sub>2</sub> uit de lucht is. Gedeeltelijk ondergedompelde proefstukken helen enkel ter hoogte van het wateroppervlak (E.-H. Yang, 2008).

#### 2.3.5.3.3 Vochtigheid

Zelfheling treedt slechts op bij onderdompeling van het materiaal in water. Een verhoogde relatieve vochtigheid heeft geen invloed op zelfheling (Snoeck et al., 2012b; ter Heide, 2005).

#### 2.3.5.3.4 Temperatuur

De combinatie van natte cycli met drogen in oven (55°C) kan leiden tot minder goede zelfheling. Hierbij kan namelijk stoom in de poriën opbouwen en interne microscheuren vormen. (E.-H. Yang, 2008)

#### 2.3.6 Zelfdichting (Hearn, 1998)

Bij verzadigde waterpermeabiliteitstesten van beton wordt vaak een grote initiële daling in permeabiliteit waargenomen in de eerste 24 uren van de test. Hearn (1998) poogt een duidelijker onderscheid te maken tussen de mechanismen van zelfdichting en autogene heling om dit fenomeen te verklaren.

Het zelfdichtend effect (E: self-sealing effect, SSE) is reeds meer dan honderd jaar een raadsel geweest voor onderzoekers.

Hearn (1998) stelde een aantal zelfdichtingsmechanismen voor bij permeabiliteitsproeven:

- lucht in de cementmatrix:
  - bij onvolledige verzadiging van het proefstuk;
  - oplossing van water onder druk in het permeatiewater;
  - zwellen van de verharde cementpasta (E: hardened cement paste, HCP);
- chemische interactie van water en HCP:
  - vervolgde hydratatie van residuele klinker;
  - oplossing en afzetting van oplosbare hydraten zoals Ca(OH)<sub>2</sub> langs het kanaal;
  - carbonatatie van opgeloste Ca(OH)<sub>2</sub>;
- osmotische druk;
- fysieke verstopping door transport van losse deeltjes, analoog aan sedimenttransport.

Zelfdichting kan niet-permanent zijn (e.g. lucht in de cementmatrix, osmotische druk en zwellen van de matrix). Dit betekent dat bij herbeproeving de initiële hoge permeabiliteit opnieuw kan optreden. Soms is de schijnbare daling in permeabiliteit te wijten aan de onverzadigde staat van het proefstuk bij de test, maar wordt deze onjuist toegeschreven aan zelfdichting. De initiële hoge doorstroming is dan te wijten aan het vullen van onverzadigde poriën.

Een permanente vorm van zelfdichting kan ontstaan door chemische interactie van water en HCP, fysieke verstopping, etc. Hearn (1998) bevestigde dat drogen en hersaturatie de resultaten van zelfdichting substantieel kunnen vermeerderen en oordeelde dat krimpscheuren de zelfdichting activeerden doordat nieuwe hydratatieproducten bloot zouden komen te liggen in het poriënwater. Dit zou een toename van de hydratatie teweegbrengen, alsook de oplossing en herafzetting van hydratatieproducten die de poriën blokkeren. Deze oplossing en herafzetting is het belangrijkste mechanisme voor zelfdichting. Zelfdichting is belangrijker bij extensieve microscheuren, veroorzaakt door het drogen.

Een duidelijk onderscheid moet gemaakt worden tussen zelfdichting en autogene heling. Voor zelfdichting zijn macroscheuren geen vereiste. Bovendien kan zelfdichting optreden in een systeem afgesloten van CO<sub>2</sub>, waar carbonatatie van opgelost Ca(OH)<sub>2</sub> niet mogelijk is. Andere mechanismen zoals verdergaande hydratatie en transport van losse deeltjes in water kunnen een aandeel hebben in beide fenomenen.

#### 2.3.7 Andere zelfhelingsprocessen

Er bestaan ook andere zelfhelingsprocessen dan de louter autogene heling. Autogene heling is heling zonder inbreng van buitenaf, waarbij de cementgebonden matrix zelf instaat voor de heling. De andere vorm, met externe bijdragen, is autonome heling. De belangrijkste autonome vormen van zelfheling worden hieronder kort beschreven.

Het pionierswerk van White et al. (2001) ging over zelfheling van polymeren met geëncapsuleerde chemicalia. Dergelijke encapsulatiemethoden worden nu ook gebruikt voor betononderzoek, zie Figuur 4. De chemische vrijgave van de materialen gebeurt hierbij door de scheurvorming zelf, waarbij de brosse holle glasvezels breken en de polymeren vrijlaten. De zelfheling treedt hierbij automatisch op waar nodig, namelijk ter plaatse van de scheur. Het gebruik van expansieve polyurethaanpolymeren heeft reeds veelbelovende resultaten geleverd voor gebruik in cementcomposieten (Van Tittelboom et al., 2011).



Figuur 4: CT-doorsnede glasbuisjes, doorsnede 2 mm (a) en 3 mm (b) (Van Tittelboom et al., 2011)

Een andere aanpak was deze waar een helingsproduct in een film werd aangebracht die smelt bij verhitten (Nishiwaki et al., 2006). Door verwarmingselementen mee te plaatsen in het materiaal kan warmte worden aangebracht via externe stroomtoevoer.

Nog een andere aanpak is bijvoorbeeld deze waarbij micro-organismen worden geïnjecteerd om bacteriologische calcietprecipitatie te induceren (Bang et al., 2001). J. Wang et al. (2012) pasten dit principe toe door ureolytische bacteriën, geïmmobiliseerd in silicagel of polyurethaan, te encapsuleren in glazen buisjes en in een cementcomposiet te vermengen. Microscopische resultaten van deze proeven zijn te zien in Figuur 5.



Figuur 5: Calcietprecipitatie (x100) in silicagel (a) en in polyurethaan (b) (J. Wang et al., 2012)

De zopas vermelde autonome zelfhelingstechnieken verkeren echter veelal nog in experimentele fase. Zo gebeurt er nog volop onderzoek naar het overleven van capsules met polyurethaan bij het inmengen in beton. Bij het gebruik van micro-organismen zijn de hoeveelheden bacteriologisch geprecipiteerd calciumcarbonaat nog te laag voor substantiële zelfheling.

Praktisch is autogene zelfheling dus het meest aantrekkelijk. Beton bezit namelijk intrinsiek microreservoirs van ongehydrateerd cement die kunnen dienen voor zelfheling. Deze zijn bovendien uniform verdeeld over het materiaal, waardoor scheuren steeds over de nodige helingsproducten beschikken. In het meeste beton en zeker beton met een lage water/cement-factor wordt de hoeveelheid ongehydrateerd cement op 25% of meer geschat. Deze ongehydrateerde cementdeeltjes staan bovendien gekend als langdurig werkend. Bovendien is autogene heling ook economisch interessanter in vergelijking met andere aanpakken. Evenwel moet opgemerkt worden dat de betrouwbaarheid en herhaalbaarheid van autogene zelfheling voorlopig niet genoeg gekend is. Ook de kwaliteit wordt zelden bestudeerd, maar is van groot belang als er voor de mechanische sterkteherwinning op de nieuw gevormde producten wordt gerekend. (E.-H. Yang, 2008)

#### 2.3.8 Autogene heling bevorderen

De materiaalkeuze (zand, vliegas, e.a.) kan een belangrijke invloed hebben op de autogene zelfheling, zoals verder besproken in paragraaf 2.7. Daarnaast kunnen de volgende mechanismen zelfheling in sterke mate bevorderen (Snoeck et al., 2012b):

- Aanbrengen van microvezels;
- Gebruik van superabsorberende polymeren.

#### 2.3.8.1 Microvezels

Het aanbrengen van microvezels levert vezelversterkte cementhoudende materialen met hoge trekductiliteit (E.-H. Yang, 2008). Door meervoudige scheurvorming kan er een verstevigend gedrag ontstaan bij belasting in trek. Dit levert scheuren met een wijdte van 20 tot 80 µm. De voornaamste functie van de vezels is een gecontroleerde scheurvorming bekomen en de breukstijfheid vergroten

bij het vormen van de scheuren. Zelfheling trad nog steeds op zelfs na belasting tot meerdere percenten rek.

#### 2.3.8.2 Superabsorberende polymeren

Het gebruik van superabsorberende polymeren (SAP's) heeft ook een belangrijk effect. Deze materialen kunnen tot 500 maal hun eigen gewicht in vocht opnemen. SAP's kunnen toegepast worden om zelfdichting te bekomen (Lee et al., 2010; Snoeck et al., 2012a). Doordat de polymeren in scheuren water opnemen zal de zwelreactie de scheur namelijk dichten. Zelfheling wordt hierbij ook bevorderd: door de opname van vocht uit de omgeving kan water aanwezig zijn in de scheuren voor zelfheling.

Door de hoeveelheid SAP's te vergroten zal zowel de eerste-scheursterkte als de pieksterkte verminderen. Dit komt door de formatie van macroporiën. Door afgifte van mengwater aan de matrix in functie van de tijd zullen de SAP's holtes achterlaten welke de sterkte nefast beïnvloeden. Deze openingen kunnen echter ook meervoudige scheurvorming faciliteren. Dergelijke SAP's zouden hun nut kunnen bewijzen in regio's met weinig regenval.

Recent werden alternatieve materialen gebruikt voor het onderzoek naar zelfhelend beton (Sisomphon et al., 2012). Zo werd de zelfheling van cementcomposieten bestudeerd waarbij op calcium sulfoaluminaat gebaseerde expansieve producten werden gebruikt als cementvervanging. Zelfhelingsperformantie bij mortels met verschillende toevoegsels zoals vliegas, silica fume en een kristallijn mengsel werd reeds geëvalueerd (Jaroenratanapirom & Sahamitmongkol, 2010). Ook de mogelijkheden van zelfheling van cementcomposieten met kalksteenpoeder, hoogovenslak en nanoklei werden onderzocht (Qian et al., 2009).

#### 2.3.9 Tranportmechanische gevolgen van autogene heling

Zoals hierboven reeds vermeld komt zelfheling ook tot uiting als de verminderde stroming doorheen scheuren. Om de mate van zelfheling te onderzoeken en te kwantificeren kan dus de stroming en de permeabiliteit van het materiaal worden bestudeerd. De testen die hiertoe gebruikt worden zijn het verifiëren van de doorlatendheid k en het controleren van de chloride-indringing. Deze worden in paragraaf 2.4.2, samen met hun voor- en nadelen, toegelicht.

Doordringbaarheid van beton voor stoffen uit een agressieve omgeving bepaalt de degradatiesnelheid van het beton. Permeabiliteitstesten kunnen aldus gebruikt worden als indicatie voor duurzaamheid. Het wordt echter vaak vermeld dat bij deze testen de doorlatendheid in de eerste fasen substantieel kan afnemen, tot zelfs een grootte-orde in de eerste 24 uren (Hearn, 1998). Deze tijdsafhankelijke variatie kan toegeschreven worden aan autogene heling en andere zelfdichtingsmechanismen zoals SSE.

Clear (1985) kende de initiële permeabiliteitsreductie toe aan mechanische verstopping van scheuren, maar leverde hiervoor geen bewijzen.

Verschillende studies hebben aangetoond dat autogene heling de permeabiliteit van het materiaal kan verminderen (Edvardsen, 1999; Homma et al., 2009). Deze zelfheling zou van groot belang kunnen zijn voor bijvoorbeeld waterdichte structuren.

Het effect van hydratatie op de permeabiliteit kan vier grootte-ordes van factor tien bedragen, tussen het jonge materiaal en het goed gehydrateerde systeem (Hearn, 1998). Testen gebeuren echter vaak wanneer reeds een aanzienlijke hydratatie heeft plaatsgevonden, waardoor de reductie in doorstroming door hydratatie een minimaal effect zou worden.

Chloride-indringing kan een belangrijk effect hebben op de duurzaamheid van beton. Waterpermeabiliteit verhoudt zich tot de derde macht met de scheurwijdte en de chloridepermeabiliteit verhoudt zich exponentieel tot de scheurwijdte (K. Wang et al., 1997) waardoor smalle scheuren zeer duurzaam kunnen zijn.

Inzicht in deze fenomenen is niet enkel van belang voor de analyse van watertransport, maar ook voor de voorspelling van de levensduur. Beton waarvan de weerstand tegen agressief water kan toenemen na verloop van tijd, zal betere resultaten leveren dan voorspeld door initiële permeabiliteitsgegevens.

Homma et al. (2009) vonden dat de permeabiliteit gedurende de eerste drie dagen afnam, maar dat deze afname daarna beduidend vertraagde. Ook de kristallisatie volgde deze trend. Hieruit werd besloten dat de kristalvorming de oorzaak was van de zelfheling en de daling in doorlatendheid. Voor wijde scheuren bleef de permeabiliteit na drie dagen nagenoeg constant. Voor fijne scheuren bleef de waterpermeabiliteit afnemen zelfs na drie dagen en in sommige gevallen zelfs tot de initiële waarde van het ongescheurde proefstuk. Een mogelijke verklaring voor deze snellere zelfheling in de eerste drie dagen is de moeilijkere diffusie van calciumionen doorheen de kristallaag (Edvardsen, 1999).

#### 2.3.10 Mechanische gevolgen van zelfheling

Recenter wordt er meer aandacht besteed aan de mechanische herwinning van eigenschappen in zelfgeheelde betonmaterialen. Bijvoorbeeld werd opgemeten dat de resonantiefrequentie van een beschadigd ultra-hoog-performant beton (E: Ultra-high performance concrete, UHPC) en de stijfheid van voorgescheurde proefstukken na onderdompeling in water toenamen (Granger et al., 2007). Een ander onderzoek toonde aan dat de buigsterkte van gescheurde balken kon herwonnen worden (Schlangen et al., 2006).

Algemeen wordt er voornamelijk onderzocht of de stijfheid, de sterkte en de ductiliteit kunnen herwonnen worden. Dit komt doordat de resonantiefrequentie een foutief beeld kan geven van de zelfheling, zie paragraaf 2.4.1.2.

Homma et al. (2009) onderzochten het effect van zelfheling op trekeigenschappen door het herbelasten van geheelde proefstukken via uniaxiale trektesten. Sterkteherwinning werd gedefinieerd via de factor:

$$c = \frac{\sigma_2 - \sigma_o}{\sigma_1 - \sigma_o} \cdot 100 \tag{4}$$

waarbij  $\sigma_o$  de spanning is bij het ontlasten en  $\sigma_1$  de treksterkte bij de eerste proef. De herwonnen treksterkte  $\sigma_2$  was algemeen groter dan de ontlastingsspanning en bereikte in sommige gevallen zelfs de initiële treksterkte. Hierbij gebeurden steeds metingen van het hydratatiegehalte om te controleren of de mechanische herwinning al dan niet enkel afhankelijk was van de kristalvorming. De hydratatiegraad, bepaald via elektronenmicroscopie was steeds gelijk, waardoor blijkt dat diens invloed miniem is op de mechanische zelfheling.

V. C. Li en Yang (2007) toonden aan dat de herwinning van trekstijfheid, ductiliteit en sterkte van belaste vezelversterkte composieten slechts na minimum drie nat/droog-cycli kan optreden. Microscopisch onderzoek bevestigde dat na drie dagen een 100 μm scheur volledig gevuld was met calciumcarbonaatkristalstructuren na drie nat/droog-cycli (Yu et al., 2010).

E.-H. Yang (2008) heeft de stijfheid van gescheurde, zelfgeheelde materialen opgemeten en vond een significante herwinning van de stijfheidsmodulus bij zelfheling. Dit duidelijke herstel van mechanische eigenschappen leidt soms zelfs tot een volledig herstel van stijfheid. Bij herbelasten van geheelde proefstukken gaan de scheuren veelal door oude scheuren. Dit is niet verrassend aangezien de gevormde kristallen minder sterk zijn dan de matrix zelf. De eerste scheursterkte is eveneens lager om diezelfde reden. Echter kan het gebeuren dat de scheuren op nieuwe locaties ontstaan bij herbelasting. Dit geeft aan wat de mogelijkheden zijn van zelfheling.

Nog volgens E.-H. Yang (2008) zal de stijfheid van een gescheurd proefstuk in verzadigde omstandigheden weinig herstellen. De verklaring hiervan ligt bij vloeistofgeïnduceerde microkrachten (moleculaire adsorptiekrachten langsheen poriën, capillaire krachten in poriën en drukken in tussenlagen) welke ontstaan door repulsieve krachten tussen watermoleculen. Deze krachten zijn zeer gevoelig aan de verzadigingsgraad. De repulsieve krachten duwen de laminaire lagen uiteen en de cohesieve krachten van de gehydrateerde cementproducten zullen dalen. Dit resulteert in een verminderde binding van de gehydrateerde cementproducten en dus ook in een reductie van de stijfheid. Bij het toepassen van nat/droog-cycli op gescheurde proefstukken was voldoende CO<sub>2</sub> voorradig om autogene zelfheling te promoten.

V. C. Li et al. (1998) bestudeerden zelfheling van SHCC (Strain-hardening cementitious composites) en concludeerden dat de zelfheling van microscheuren niet alleen een afzetting in de scheuren leverde, maar ook een nagenoeg volledige herwinning van de initiële stijfheid. Met behulp van buigproeven toonden Snoeck en De Belie (2012) ook een herwinning van elasticiteit, piekspanning, mechanische arbeid en eerste-scheursterkte aan na zelfheling.

#### 2.4 Onderzoeksmethoden voor autogene heling

De onderzoeksmethoden voor autogene heling kunnen onderverdeeld worden naargelang hun specifieke onderzoeksgebied.

#### 2.4.1 Mechanische karakteristieken

Mechanische karakteristieken zoals stijfheid, sterkte en ductiliteit worden onderzocht met buigproeven, uni-axiale trekproeven en akoestische emissietechnologie.

#### 2.4.1.1 Trek- en buigproeven

Een verplaatsingsgecontroleerde vierpuntsbuigproef of driepuntsbuigproef kan een proefstuk belasten en er scheuren in doen ontstaan. De belasting neemt traag toe zodat een quasi-statische belasting geïmiteerd wordt. Met behulp van deze proeven kunnen kracht-verplaatsingsdiagrammen geëxtraheerd worden. Na de scheurvorming kan het proefstuk dan aan een zekere omgeving worden blootgesteld (e.g. nat/droog-cycli), waarna het proefstuk opnieuw belast kan worden om het herstel van de mechanische eigenschappen te controleren.

Een uni-axiale trektest is bewerkelijk, maar geeft een werkelijke beschouwing van de zelfheling, alsook kwalitatieve resultaten voor de herwonnen mechanische eigenschappen (E.-H. Yang, 2008). Figuur 6 geeft een mogelijke opstelling voor een uni-axiale trekproef.



Figuur 6: Uni-axiale trekproef (Kanda & Li, 2006)

2.4.1.2 Resonantiefrequentietesten (E.-H. Yang, 2008)

Resonantiefrequentietesten of metingen van de dynamische modulus kunnen de mate en de snelheid van zelfheling verifiëren. Proefstukken onderworpen aan hogere trekspanningen zullen grotere scheurwijdtes hebben en meer scheuren, waardoor de resonantiefrequentie lager zal zijn.

Bij dergelijke testen is enige oplettendheid van belang. De resonantiefrequentie van een proefstuk neemt namelijk altijd verder toe in de tijd door verdere hydratatie en verandering van inwendige vochtigheid. Dit moet in rekening worden gebracht bij het opmeten van zelfheling. Bij volledig ondergedompelde proefstukken verhoogt de massa en dus ook de resonantiefrequentie. Dit levert een vertekend beeld van de bekomen 'heling' bij verzadigde proefstukken.

Resonantiefrequentietesten geven snelle resultaten, maar kunnen de kwaliteit van de zelfheling soms dus niet goed aantonen.

#### 2.4.1.3 Andere emissietesten (Aldea et al., 2000)

Andere technieken zoals akoestische-emissietechnologie gebaseerd op metingen van ultrasone pulssnelheid (E: Ultrasonic pulse velocity, UPV) zijn ook gebruikt om scheurheling te meten. Deze meting geeft echter ook voornamelijk kwalitatieve resultaten en geen kwantitatieve.

Nog andere methoden zijn puls echo technieken en eenzijdige golftransmissiemetingen. Deze laatste kunnen geen duidelijk onderscheid maken tussen scheurwijdten groter dan 100 μm.

Voordeel van deze technieken is dat ze, net zoals de resonantiefrequentietesten, snel kunnen worden uitgevoerd. Ze kunnen echter geen duidelijkheid scheppen omtrent de aard van de zelfheling.

#### 2.4.2 Transporteigenschappen

De transporteigenschappen, zoals waterdoorlatendheid en chloridepenetratie, kunnen gemeten worden om de mate van zelfheling op te volgen.

#### 2.4.2.1 Permeabiliteitstesten

Bij permeabiliteitstesten wordt de doorlatendheid k bepaald. De verandering in doorlatendheid levert een maat voor de zelfheling. Hiertoe worden de testen uitgevoerd hetzij met een dalend verval, hetzij met een constant verval (zie opstelling Figuur 7). Deze aanpak beperkt zich tot het beschrijven van de heling van de transporteigenschappen via permeatie.



Figuur 7: Opstelling permeabiliteitstest, dalend verval (a) en constant verval (b); naar E.-H. Yang (2008)

De doorstroming van water gebeurt traag en wordt aangenomen continu lineair te gebeuren, waardoor de wet van Darcy kan worden toegepast:

$$Q = k \cdot A \cdot \frac{h}{d} \tag{5}$$

De gebruikte termen zijn het debiet Q ( $m^3/s$ ), volume V ( $m^3$ ) de doorlatendheid k (m/s), de oppervlakte van het proefstuk A ( $m^2$ ), de drukhoogte h (m) en de dikte van het proefstuk in de richting van de stroming d (m). Aangezien de stroming continu is, geldt bij dalend verval dat het debiet proportioneel is met de hoogteverandering van de vloeistofkolom:

$$\frac{dV}{dt} = -a \cdot \left(\frac{dh}{dt}\right) \tag{6}$$

Waarbij a de sectie is van de vloeistofkolom (m<sup>2</sup>). Combinatie van deze twee vergelijkingen levert volgende uitdrukking voor de doorlatendheid (Aldea et al., 1999; Homma et al., 2009; Snoeck et al., 2012b):

$$k = \frac{a \cdot d}{A \cdot t_f} \cdot \ln\left(\frac{h_0}{h_f}\right) \tag{7}$$

Voor testen met een constant verval van de vloeistofkolom geldt volgende uitdrukking voor de doorlatendheid:

$$k = \frac{V \cdot d}{A \cdot h_0 \cdot t_f} \tag{8}$$

De relatie tussen de doorlatendheid k en scheurwijdte w (mm) kan bepaald worden volgens de parallelle platen theorie uit de transportmechanica. Hierbij wordt aangenomen dat de vloeistof onsamendrukbaar is en dat de stroom volledig laminair gebeurt doorheen een scheur met parallelle flanken. De volgende uitdrukking werd bepaald door Tsukamoto en Woener (1991):

$$k = \frac{a_g \cdot I \cdot l_s \cdot g}{12 \cdot \nu} \cdot w^3 \tag{9}$$

Hierbij zijn:

- $a_g$  een debietcoëfficiënt (-) welke de ruwheid van de scheur aanduidt ( $0 \le a_g \le 1$ );
- I de drukgradiënt (-) gegeven door h/d, waarbij h de hoogte is van de waterkolom en d de lengte is van de scheur in de vloeirichting;
- $-\nu$  de kinematische viscositeit (m<sup>2</sup>/s);
- g de zwaartekrachtsversnelling (m/s<sup>2</sup>);
- $l_s$  de lengte van scheur loodrecht op doorstroomrichting (m).

De grenzen voor de reductiefactor  $a_g$  zijn 0,04 en 0,53 (Edvardsen, 1999). Snoeck et al. (2012b) vonden een experimentele waarde 0,215 voor  $a_g$ , welke aanleunde bij de waarde 0,25 gevonden
door Edvardsen (1999). Homma et al. (2009) vonden goede overeenkomsten van deze formule met experimentele resultaten, maar bemerkten een grote variatie bij scheurwijdtes kleiner dan 0,1 mm. Dit zou kunnen betekenen dat de eenvoudige parallelle-platen-theorie niet meer geldt voor dergelijke kleine scheuren, welke vaak optreden bij vezelversterkte composieten. Bovendien werd gevonden dat voor gladdere scheuren de dikte van de zelfhelingsproducten kleiner wordt, doordat het moeilijker wordt voor de kristallisatieproducten om zich te hechten aan de scheurwanden. Deze gladheid, uitgedrukt door  $a_q$ , heeft met andere woorden grote invloed op de zelfheling.

Tenslotte moet opgemerkt worden dat zelfheling ook kan optreden tijdens de permeabiliteitstest zelf (E.-H. Yang, 2008).

## 2.4.2.2 Chloridepenetratietest

Het opmeten van autogene heling kan ook gebeuren door de chloridediffusiecoëfficiënt te meten via een chloridepenetratietest (E.-H. Yang, 2008). De standaardmethode hiervoor is de AASHTO T259 test lange periode (Sahmaran et al., 2007). Ook kunnen snelle penetratietesten worden uitgevoerd volgens AASHTO T277 en ASTM C1202 (McGrath & Hooton, 1999).

## 2.4.3 Scheuronderzoek

- 2.4.3.1 Microscopische analyse
- 2.4.3.1.1 Stereomicroscopie

Scheuronderzoek kan gebeuren met behulp van stereomicroscopie (Homma et al., 2009; Sisomphon et al., 2012; Snoeck et al., 2012b). De analyse betreft hierbij voornamelijk de scheurwijdte, de zelfhelingsproducten en de toename van de zelfheling.

## 2.4.3.1.2 ESEM-methode

De 'Environmental Scanning Electron Microscope' (ESEM) is een vorm van 'Scanning Electron Microscope' (SEM) waarbij een chemische analyse van het oppervlak kan plaatsvinden om de chemische compositie en de morfologie van zelfhelingsproducten te bepalen (Bos et al., 2002; E.-H. Yang, 2008; Yu et al., 2010).

## 2.4.3.2 Energiedispersieve röntgenspectroscopie

Energiedispersieve röntgenspectroscopie (EDX) is een analytische techniek welke via excitatie met röntgenstraling de chemische compositie van een proefstuk bepaalt. Deze methode is hierdoor ook geschikt bij onderzoek van zelfheling (E.-H. Yang, 2008).

## 2.4.3.3 Thermogravimetrische analyse

De compositie van de gevormde kristallen kan bepaald worden met behulp van thermogravimetrische analyse (Snoeck et al., 2012b). Hierbij ondergaat het te onderzoeken materiaal een graduele temperatuursverhoging en wordt de massa-afname opgemeten.

## 2.5 Vezelcomposieten

## 2.5.1 Types vezelcomposieten

Vezelversterkte cementcomposieten (E: Fiber-Reinforced Cementitious Composite, FRCC) welke in staat zijn scheurwijdtes klein te houden, kunnen zeer effectief zijn voor zelfheling. FRCC wordt reeds gebruikt sinds het midden van de 20<sup>e</sup> eeuw, aangezien beton een aanzienlijk beter nascheurgedrag vertoont bij gebruik van vezels (Homma et al., 2009). Hoewel vezelversterkt beton (E: Fiber-Reinforced Concrete, FRC) als materiaal reeds aanvaard is binnen de praktijk sinds de jaren '80, werden de meeste toepassingen beperkt tot niet-structurele elementen. Dit kan verklaard worden door de beperkte performantie, de economische beperkingen, het gebrek aan ontwerpregels en de moeilijke verwerking. Ondertussen wordt in praktische constructieve toepassingen steeds meer gezocht naar structurele ductiliteit en duurzaamheid. Recent werden nog fundamentele studies uitgevoerd over de strain-hardening mechanismen die FRCC kunnen verder doen ontwikkelen, zie o. a. E.-H. Yang et al. (2008).

Hoogperformante vezelversterkte cementcomposieten (E: High Performance Fiber-Reinforced Cementitious Composite, HPFRCC) zijn verbeterd door ontwikkelingen in vezel, matrix en verwerkingsmethodes, alsook door het beter begrijpen van de fundamentele micromechanica achter het composietgedrag, nl. de interactie van vezel, matrix en interface, zie paragraaf 2.5.2. HPFRCC's verwijzen naar die FRCC's welke een macroscopisch verstevigingsgedrag kennen in trek (V. C. Li et al., 2001). De meervoudige scheurvorming welke bij dit gedrag hoort, impliceert een hoge ductiliteit, lage energie-absorptiecapaciteit en hoge taaiheid. Dit zorgt tevens voor het verschil met conventioneel FRC waar schade optreedt na de eerste scheur en er vervolgens verweking in trek optreedt met steeds groeiende scheurwijdte. HPFRCC's worden algemeen bekomen door grote volumefracties vezels (typisch boven 5 vol.%). Composieten met dergelijke hoge volumefracties aan vezels vereisen speciale verwerkingstechnieken en induceren ook hoge materiaalkosten.

Een andere aanpak is deze van ECC, waarbij korte vezels bij typisch gematigde volumefracties vezels (1-2%) worden toegepast. ECC zijn een speciaal type HPFRCC met hoge ductiliteit in trek. In tegenstelling tot beton en conventionele FRC, bezit ECC een strain-hardening gedrag met de ontwikkeling van meervoudige scheurvorming (E.-H. Yang et al., 2008). ECC is ontworpen voor structurele toepassingen, waarbij hogere ductiliteit, vervormingscapaciteit, sterkte, schadetolerantie en herstelbaarheid mogelijk zijn (V. C. Li et al., 2001). Door de beperkte vezelhoeveelheid kan ECC zowel in situ als in prefabricatie gebruikt worden. Een voorbeeld van ECC zijn de ultraductiele vezelversterkte cementcomposieten (SHCC) (Kanda & Li, 2006; V. C. Li, 2003).

Hogesterktebeton wordt veel gebruikt in civiele constructies en geeft goed mechanische eigenschappen alsook duurzaamheid door de zeer dichte betonmatrix. Een hoge cementinhoud en een lage water-cement verhouding doen de neiging tot scheuren op jonge leeftijd echter toenemen, door de toename van de chemische en de autogene krimp en de brosheid van het hogesterktebeton. Met behulp van ECC kan er een druksterkte van 50-80 MPa bekomen worden, waardoor het even sterk is als hogesterktebeton, maar zonder de geassocieerde brosheid. (E.-H. Yang, 2008)

## 2.5.2 Micromechanische theorie voor vezelcomposieten

In de laatste decennia is een nieuwe ontwerpmethode ontstaan welke de link legt tussen structurele performantie, composietgedrag en de microstructuur van de afzonderlijke materialen. Deze methode, geïllustreerd door de zogenaamde 'Permance-driven design approach' (PDDA) benadrukt micromechanica als de link tussen mechanische eigenschappen en materiaalmicrostructuren (V. C. Li, 1993). Bij deze aanpak worden de vooropgestelde structurele eigenschappen (maximale vervorming, draagvermogen, ductiliteit, duurzaamheid, etc.) gerelateerd aan de mechanische eigenschappen van de materialen zoals sterkte, breukrek, taaiheid, scheurwijdte, etc. Dergelijke modellen leveren een analytische aanpak voor materiaalontwerp. Hierdoor kan materiaalontwerp systematisch worden uitgevoerd, in plaats van via 'trial-and-error' (V. C. Li et al., 2001).

## 2.5.2.1 Micromechanische parameters (V. C. Li et al., 2001)

Er zijn drie types parameters van toepassing: namelijk deze van de matrix, de vezels en de transitiezone (E: interface). Volgende opsomming geeft aan welke parameters hierbij kunnen gebruikt worden.

## De vezelparameters zijn:

- volumefractie  $V_f$ ;
- vezellengte  $l_f$ ;
- diameter  $d_f$ ;
- elasticiteitsmodulus  $E_f$ ;
- treksterkte  $\sigma_{fu}$ .

De matrixparameters zijn:

- breuktaaiheid K<sub>m</sub>;
- elasticiteitsmodulus  $E_m$ ;
- initiële distributie van defecten  $a_0$ .

De parameters van de tussenfase zijn:

- interface wrijving  $\tau_0$ ;
- chemische binding  $G_d$ ;
- snubbing coëfficiënt f;
- sterktereductiefactor f';
- slip-versteviging bij pullout  $\beta$ .

De snubbing coëfficiënt is gerelateerd aan de schuine hoek die de vezel maakt bij pull-out. De sterktereductiefactor f' geeft de reductie weer van de vezelsterkte bij schuine uittrekhoek. Een andere parameter  $\beta$  wordt geïntroduceerd om de slip-versteviging bij pull-out van de vezels in rekening te brengen. Het slip-verstevigingseffect ontstaat door een schuur- en blokkeringseffect bij het uittrekken van de vezel.

#### 2.5.2.2 Ontwerpkader volgens PDDA

Het belangrijkste doel bij het ontwerpen van vezelversterkte ECC is de rekcapaciteit van het materiaal in trek te verbeteren door een zekere pseudo-versteviging bij trek te bekomen. Een fundamentele vereiste hiervoor is het optreden van zogenaamde steady-state scheurvorming, waardoor de taaiheid van de scheurtip  $J_{tip}$  kleiner moet zijn dan de complementaire energie  $J'_b$  berekend uit de curve van overbruggingsspanning ten opzichte van scheurwijdte (V. C. Li, 1993):

$$J_{tip} = \frac{K_m^2}{E_c} \tag{10}$$

$$J_{tip} \le \sigma_0 \cdot \delta_0 - \int_0^{\delta_0} \sigma(\delta) d\delta \equiv J'_b \tag{11}$$

Waarbij  $\sigma_0$  de maximale brugspanning is bij een opening  $\delta_0$  en  $E_c$  de elasticiteitsmodulus van het composiet is.  $J'_b$  geeft de netto energie weer die beschikbaar is voor scheurvorming, namelijk het verschil tussen de geleverde arbeid en de energie opgenomen door brugwerking. Vergelijking (11) geeft dus aan dat de maximale energie beschikbaar voor scheurpropagatie groter moet zijn dan de energie nodig om de matrix te doen scheuren (Kanda & Li, 2006). De waarden  $J_{tip}$  en  $J'_b$  worden grafisch weergegeven op onderstaande Figuur 8 van de spanning in functie van de scheurwijdte.



Figuur 8: Spanning-scheuropeningdiagram (Kanda & Li, 2006)

Het spanning-scheurwijdte diagram wordt bepaald via analytische methoden van breukmechanica, micromechanica en statistiek. Een andere voorwaarde voor strain-hardening is dat de eerste-scheursterkte in trek kleiner moet zijn dan de maximale overbruggingssterkte:

$$\sigma_{fc} < \sigma_0 \tag{12}$$

Waarbij  $\sigma_{fc}$  bepaald is door de maximale bestaande defectgrootte max $[a_0]$  en de breuktaaiheid van de matrix  $K_m$ . Tenslotte kan aan de hand van dit model een numerieke studie worden uitgevoerd om bepaalde doelkarakteristieken te bereiken.

Om meervoudige scheurvorming te bekomen moet een voldoende verschil tussen de complementaire energie en de scheurtiptaaiheid bestaan. Dit kan door  $J_{tip}$  te reduceren, welke gerelateerd is aan de matrixtaaiheid of door  $J_b$ ' te laten toenemen. De reductie van de matrixtaaiheid impliceert een verlaging van de eerste-scheursterkte. Het is dus verkieslijker om de complementaire energie te laten toenemen.

## 2.5.2.3 Toepassingen van de micromechanische theorie

Alle elementen van de fabricatie van een ECC kunnen gerelateerd worden aan de micromechanica. Een vezelbehandeling door coating van PVA-vezels met olie levert een lagere  $G_d$  en een lagere  $\tau_0$ , welke kunnen gemeten worden via pull-out testen. De gebruikte zandhoeveelheid is gerelateerd aan matrixtaaiheid en eigenschappen van de interface (V. C. Li et al., 2001).

Om het composietgedrag te kunnen modelleren moeten de karakteristieken gekend zijn. De vezelmatrix eigenschappen kunnen via pull-out proeven bepaald worden. Een belangrijk resultaat hierbij is de ultieme breukspanning (E: Modulus of rupture). Door de wrijvingsbinding  $\tau_0$  te vergroten wordt de uittrekking van de vezels bij pull-out moeilijker. De breukspanning neemt toe en de scheurwijdte neemt af. Bij verdere opening van de scheur zal de vezelsterkte overschreden worden en zullen de vezels beginnen breken. Dit resulteert dus in een hogere breukspanning, maar vezelfalen bij dunnere scheuren (de Lhoneux et al., 2002).

De chemische binding  $G_d$  aanpassen wijzigt de buigspanning nodig om de vezels te laten ontbinden van de matrix, nog vóór de mechanische pull-out. De bindsterkte van de tussenfase is een sleutelfactor bij het verbeteren van de vezels voor cementcomposieten. Door de oppervlakteeigenschappen te optimaliseren kunnen betere eigenschappen worden verkregen (de Lhoneux et al., 2002). Een illustratie hiervan is de toepassing van bicore PP-vezels (Polypropyleen) tegenover monofilament PP-vezels (Snoeck, 2011).

## 2.5.3 Invloed van omgevingscondities

## 2.5.3.1 Temperatuur

Een behandeling waarbij proefstukken drogen in een oven geeft een hogere ultieme sterkte, maar minder rekcapaciteit (E.-H. Yang, 2008). Dit kan verklaard worden doordat met de ovenbehandeling

een proces analoog aan 'steam curing' optreedt welke de hydratatie van ongereageerde cement en vliegas kan versnellen. Hydratatie van ongereageerde cement en vliegas zorgen voor een toename in sterkte van de ECC matrix en de vezel-matrix interface binding. De toename van de scheursterkte van de matrix voorkomt de scheurinitiatie en propagatie ter plaatse van defecten. Excessief sterke vezel-matrix binding versterkt de neiging tot vezelbreuk. Beide mechanismen leveren dus een negatieve impact op de ontwikkeling van meervoudige scheurvorming, wat resulteert in een lagere ductiliteit (rekcapaciteit) in trek van de ECC. (Y. Yang et al., 2009; Yu et al., 2010)

## 2.5.3.2 Chloriden (M. Li & Li, 2011)

Voor proefstukken in een chloridenrijke omgeving blijkt de eerste-scheursterkte te dalen en de scheurwijdte te vergroten. De lagere sterkte vindt zijn oorzaak in de verhoogde porositeit, te wijten aan de hoge chloridenconcentratie welke calciumhydroxide uitloogt uit de matrix. Dit tast de hechtsterkte tussen matrix en vezel aan. Tevens verminderen de chemische binding  $G_d$  en de interface wrijving  $\tau_0$ , waardoor de scheuropening vergroot. De meervoudige scheurvorming, alsook de ductiliteit blijven ongewijzigd. Proefstukken in een NaCl-oplossing vertoonden bovendien een grotere zelfheling tegenover referentiestukken. De chloriden bleken dus de reacties van het ongehydrateerde cement en de vliegas te stimuleren.

## 2.6 Vezels

Vezels in cementcomposieten zijn essentieel om meervoudige scheurvorming te verkrijgen: eerst vormt zich een scheur, dan neemt de brugwerking van de vezels de last over en stopt de scheurontwikkeling, vervolgens neemt de last toe en scheurt de matrix op andere locatie. Dit proces gaat door tot de vezelbrugwerking de toenemende last niet meer aankan (V. C. Li, 2008). Dit geeft vezelversterkte composieten een ductiel gedrag en smalle heelbare scheuren.

## 2.6.1 Natuurlijke vezels

2.6.1.1 Algemeen

Het gebruik van natuurlijke vezels is tegenwoordig zeer aantrekkelijk omwille van vele redenen. De productie van natuurlijke vezels kan veelal goedkoop gebeuren en met lage ecologische impact. Bovendien wordt bij deze productie de hoeveelheid CO<sub>2</sub> verminderd en de hoeveelheid O<sub>2</sub> vermeerderd, hetgeen een positieve impact heeft op het broeikaseffect.

Specifieker voor de betonindustrie geldt dat de koolstofdioxideproductie bij het maken van cement zeer groot is. Het zou dus zeker voordeel opleveren om een beton te ontwikkelen met minder cement, maar met een goede duurzaamheid. Door het ontwikkelen van cementcomposieten versterkt met natuurlijke vezels zou dit mogelijk zijn. Volgende Tabel 1 geeft een aantal algemene voordelen en nadelen weer van het gebruik van natuurlijke vezels.

Voordelen	Nadelen
Lage kost	Hoge vochtopname
Hernieuwbare bron	Lage dimensionale stabiliteit (zwelling)
Lage densiteit	Lage microbiotische weerstand
Goede specifieke eigenschappen	Lage thermische weerstand
Hoge sterkte en elasticiteitsmodulus	Discontinue vezels
Niet agressief voor werktuigen/mallen	Anisotropie van de vezels
Lage energieconsumptie	Lage transversale sterkte
CO <sub>2</sub> -neutraal	Lage drukweerstand
Thermische geleidbaarheid (±)	Grote kwaliteitsvariatie (plaats + seizoen)
Biodegradeerbaar (±)	Vraag en aanbod

Tabel 1: Voordelen en nadelen van natuurlijke vezels (Bismarck et al., 2002; Stamboulis et al., 2001)

Vezels zoals hennep worden reeds lang gebruikt in traditionele constructies. Maar om de mechanische eigenschappen van vezelversterkte composieten te verbeteren is het noodzakelijk om de interactie tussen de anorganische matrix en de natuurlijke vezels beter te begrijpen.

Conventionele (niet-natuurlijke) vezels kunnen vervaardigd worden met duidelijk reproduceerbare karakteristieken. Natuurlijke vezels hebben daarentegen variërende eigenschappen afhankelijk van de vezeldiameter, de celstructuur (type cellulose, aard van de defecten, oriëntatie van de celluloseketens en kristallijne vezels, de spiraalhoek, etc.), de graad van polymerisatie, de poriënstructuur (poriënvolume, specifieke oppervlakte, poriëngrootte) en de oorsprong van de vezel (stam, blad of zaad) (Bledzki & Gassan, 1999; Pearce, 1985). Natuurlijke vezels kunnen onderverdeeld worden in haarvezels, schorsvezels (of bastvezels) en harde vezels. Bastvezels zoals vlas, hennep en jute, en harde vezels zoals sisal en kokosvezel worden vaak gebruikt in composieten (Gassan & Bledzki, 1997).

Een essentieel verschil tussen natuurlijke en synthetische vezels is de wateropname. Natuurlijke vezels zijn namelijk hydrofieler van aard, hetwelk in cementcomposieten een betere binding met de cementmatrix levert (Boghossian & Wegner, 2008).

Een bijkomend nadeel van cellulosevezels is echter hun achteruitgang in basische omgevingen. De duurzaamheid van zowel technische als elementaire vezels is klein door de degradatie van hemicellulose in een alkaline milieu (Bentur & Akers, 1989; Pacheco-Torgal & Jalali, 2011; Stamboulis et al., 2001).

## 2.6.1.2 Vezelopbouw (Degrauwe, 2005)

Vezelplanten zoals vlas en hennep kenmerken zich door een zeer typische stengelopbouw. De epidermis is een enkele laag opperhuidcellen welke bedekt is door een wasachtige laag, genaamd cuticula. De schors is opgemaakt uit randweefsel en bevat losse ringvormige vezelbundels. Voor vlas schommelt het aantal tussen de 15 tot 35 bundels per stengel, welke op hun beurt 10 tot 40 vezelcellen omvatten. Het cambium is een strook van jonge cellen die een scheiding vormt tussen de schors en het innerlijke houtgedeelte. De houtpijp neemt 35% tot 50% van het gewicht van de stengel in. Het merg bevat dunwandige houtachtige cellen en vult in een jong stadium de volledige mergholte. Figuur 9 geeft de doorsnede van een typische vlasstengel schematisch weer.



Figuur 9: Schematische doorsnede van een vlasstengel; naar Lecluyse (1981)

De doorsnede van een hennepstengel heeft een nagenoeg identieke opbouw, zoals te zien in de volgende microscopische doorsnede (Figuur 10).



Figuur 10: Microscopische doorsnede van een hennepstengel (Schäfer & Honermeier, 2006)

Zoals hierboven vermeld zijn de vezelbundels gelokaliseerd in de schors (of bast), waardoor dergelijke vezels vaak ook als bastvezels worden aangeduid. Door deze inherente vasthechting in de schors moeten de vezels steeds met kunstmatige methoden worden losgemaakt, zie ook paragraaf 2.6.5.2. Na het onthechten van de bundels ontstaan veelal technische vezels, welke vastzitten met pectine. Dit zijn op hun beurt bundels van kleinere vezelcellen of elementaire vezels, welke verbonden zijn met lignopectine. Deze vezelcellen hebben een vijfhoekige doorsnede en een langwerpige structuur met versmallingen aan de uiteinden. Figuur 11 toont hiervan een schematisch beeld.



Figuur 11: Schematisch overzicht vezelstructuur; naar Boret (1989)

#### 2.6.1.3 Vezelmicrostructuur

De polymeren die voorkomen in natuurlijke materialen zijn cellulose, hemicellulose, lignine en pectine (Baley, 2002; Bledzki & Gassan, 1999). Lignine en pectine dienen hierbij voornamelijk als bindmaterialen. Cellulose is het hoofdbestanddeel van de vezels en levert een belangrijk deel van de treksterkte (Degrauwe, 2005).

De verschillen in opgemeten polymeerhoeveelheden van een type vezel zijn te wijten aan de soort en de variëteit van de plant, agriculturele variabelen zoals grondkwaliteit, weercondities, plantouderdom, kwaliteit van het roten, en het al dan niet rekening houden met de vochtigheid van de vezels (Batra, 1998; Hill et al., 1998).

De microstructuur van natuurlijke vezels is hiërarchisch en zeer ingewikkeld (Baley, 2002). De elementaire vezel wordt gevormd door een lange vezelcel met een diameter van 10-20  $\mu$ m. Elke elementaire vezel heeft een primaire celwand en drie secundaire celwanden. Op mesoscopische schaal bestaan de vezels dus uit twee celwanden, geschikt als concentrische cilinders rondom een smalle opening of lumen (Sedan et al., 2008). Deze centrale holte draagt bij tot de wateropname van het materiaal (Baley, 2002).

De wanden van deze vezelcel bestaan uit hoogkristallijne cellulose microvezels die spiraalsgewijze gebonden zitten in een matrixfase welke voornamelijk amorfe hemicellulose en lignine omvat. Hemicellulose is vertakte cellulose van laag moleculair gewicht en lignine is een fenol-achtige aromatische verbinding (Stamboulis et al., 2001). Afhankelijk van de celwand zullen de microvezels andere oriëntaties aannemen. De tweede secundaire celwand bevat het merendeel van de vezel en is van essentieel belang voor de treksterkte van de elementaire vezels.

De microvezels hebben een diameter van ongeveer 10 nm en bestaan zelf uit 30-100 cellulosemoleculen in ketenformaties, die mechanische sterkte aan de vezel geven (Stamboulis et al., 2001). De goede oriëntatie van de microvezels en een hoge cellulose-inhoud zijn essentieel om goede mechanische eigenschappen te verkrijgen. De niet-kristallijne structuur van de celwand is zeer

complex en bestaat uit hemicellulose, lignine en pectine welke macromoleculaire netwerken vormen. De hemicellulose vormt waterstofbindingen om met de cellulose te binden en linkt de kristallijne microvezels met elkaar om een cellulose-hemicellulose netwerk te vormen, welke de voornaamste structurele component vormt van de vezelcel. Het hydrofobe ligninenetwerk zorgt voor koppeling en versterkt het cellulose-hemicellulosenetwerk. De buitenste (primaire) celwand is poreus en bestaat uit pectine, lignine en cellulose. De poriën in deze wand vormen de primaire diffusiepaden voor water doorheen het materiaal.

Veelal worden geen individuele vezels gebruikt, maar bundels van deze vezels, zogenaamde technische vezels (Stamboulis et al., 2001). Door het zogenaamde bundeleffect zijn de technische vezels echter minder sterk dan de elementaire vezels (van der Zwaag, 1989). De bundelefficiëntie  $\epsilon$  wordt bepaald via volgende uitdrukking:

$$\epsilon = (e \cdot m)^{\frac{1}{m}} / \Gamma\left(1 + \frac{1}{m}\right) \tag{13}$$

Waarbij *e* het Eulergetal is,  $\Gamma$  de gammafunctie en m de Weibullmodulus voor het vezeltype. Met deze uitdrukking werd bepaald dat de technische vezelsterkte ongeveer 57% van de elementaire vezelsterkte bedraagt (Bos et al., 2002).

Aangezien hemicellulose een zeer hydrofiel polymeer is, is ze grotendeels verantwoordelijk voor de waterabsorptie van plantvezels (Davies & Bruce, 1998). Hemicellulose is daarnaast ook verantwoordelijk voor de biodegradatie en de thermische degradatie (Sahed & Jog, 1999). Lignine en pectine zijn thermisch stabiel, maar zijn verantwoordelijk voor de UV-degradatie (Sedan et al., 2008).

Microscopische cellulosestructuur toont duidelijke anisotropie bij het zwellen door vochtopname (Stamboulis et al., 2001). De transversale zwelling is namelijk veel groter dan de axiale zwelling. Dit wordt vooral beïnvloed door de oriëntatie en de spiraalhoek van de microvezels.

Blootstelling van de natuurlijke vezels aan vocht kan leiden tot schimmelontwikkeling op het vezeloppervlak, reeds na drie dagen (Stamboulis et al., 2001). Dit heeft uiteraard een degradatie van de vezel en afname van de mechanische eigenschappen tot gevolg.

#### 2.6.2 Vlas

#### 2.6.2.1 Algemeen

Vlasteelt gebeurt reeds eeuwen hoofdzakelijk met het oog op de productie van linnen. Door de opkomst van synthetische vezels is de rol van vlas binnen de textielindustrie sterk teruggedrongen. Desondanks hebben vlasvezels superieure mechanische eigenschappen in vergelijking met andere natuurlijke vezels. Vlas is namelijk één van de sterkste en duurzaamste natuurlijke vezels (Boghossian & Wegner, 2008). Daardoor zijn ze aantrekkelijk voor gebruik als versterkende vezel in composietmaterialen en meer bepaald in cementcomposieten. Bovendien is vlas in vele verschillende klimaatsomstandigheden cultiveerbaar.

De technische bastvezels hebben een lengte van ongeveer één meter en bestaan uit elementaire vezels met lengtes tussen twee en vijf centimeter en diameters 10 tot 25  $\mu$ m (Bos et al., 2002). Dit komt overeen met de experimentele waarden van Baley (2002), waarbij een gemiddelde vezeldikte en lengte van respectievelijk 19  $\mu$ m en 33 mm werd gevonden.

De elementaire vlasvezels zijn samengebonden in bundels van 10-40 vezels samengehouden door pectine (Baley, 2002). De buitenste celwand of primaire celwand van een elementaire vezel is maar 0,2 µm dik (Bos & Donald, 1999). Het merendeel van de vezel bestaat, zoals hierboven vermeld, uit de tweede laag van de secundaire celwand. De hoogkristallijne cellulose microvezels zijn samengepakt in mesofibrillen welke een spiraal vormen die georiënteerd is onder een hoek van 10° met de as van de vezel en leveren aldus een unidirectionele structuur (Bledzki & Gassan, 1999; Bos & Donald, 1999; Stamboulis et al., 2001). Volgens Baley (2002) is deze hoek 11°.

Deze elementaire vezels overlappen over zekere lengtes en zijn samengelijmd door pectine en hemicellulose (Baley, 2002). Een algemeen kenmerk van natuurlijke vezels is hun niet-uniforme geometrische eigenschappen. De elementaire vezel heeft over diens lengte een niet-constante doorsnede, dikker nabij de wortel en dunner nabij de top. De doorsneden zijn typisch polygonaal met vijf tot zeven zijden. De grootte van de centrale lumen kan slechts tot 1,5% van de dwarsdoorsnede bedragen (Bos & Donald, 1999).

Naargelang de schaal omvat een elementaire vlasvezel mesofibrillen, microfibrillen en elementaire fibrillen (Baley, 2002). Mesofibrillen zijn 0,5 µm in doorsnede en bestaan uit een bundel microvezels met diameters van 10-20 nm. Deze microfibrillen bestaan op hun beurt uit een aantal (tot 20) elementaire fibrillen genaamd micellen. Elke micel bestaat uit 50 tot 100 moleculen van cellulose, de afstand tussen dergelijke micellen bedraagt 1 nm en 10 nm tussen twee microfibrillen. Deze hiërarchie wordt verduidelijkt aan de hand van volgende Figuur 12.



Figuur 12: Schema vezelstructuur vlas (Bos et al., 2002)

#### 2.6.2.2 Samenstelling

Volgende Tabel 2 geeft de verdeling van de gewichtspercentages van de samenstellende elementen voor de vlasvezels volgens verscheidene auteurs.

		Cowich	tenorconta	ao (m%)		
		Gewich	ispercenta	ige (m%)		
Referentie	Cellulose	Hemicellulose	Pectine	Lignine	Was	Water
(a)	71	18,6-20,6	2,3	2,2	-	-
(b)	64,1	16,7	1,8	2	1,5	10
(c)	67	11	-	2	-	-
(d)	73,8	13,7	-	2,9	-	7,9
(e)	81	14	4	3	-	-

Tabal	3. 6-					lite we have a
raper	<b>Z: Sa</b>	menstell	ing \	/lasvezeis	voigens	Interatuur

a) X. Li et al. (2007)

b) Batra (1998); (Bledzki & Gassan, 1999)

c) Lilholt et al. (1999)

d) Khalil et al. (2000)

e) Mwaikambo en Ansell (2002)

#### 2.6.2.3 Mechanische karakteristieken

Volgende Tabel 3 geeft literatuurwaarden voor de mechanische eigenschappen van vlasvezels. Door de aard van deze vezels zijn er vrij ruime intervallen voor sommige waarden. Anderzijds hebben ook bepaalde testparameters (e.g. vochtigheid, inklemmingslengte) bij mechanische beproeving een invloed op de bekomen waarden, zie paragraaf 2.6.4.

	Diameter (μm)	Treksterkte (MPa)	E-modulus (GPa)	Breukrek (%)	Densiteit (g/cm <sup>3</sup> )	Wateropname (%)
(a)	10 - 60	840 - 1500	50 - 100	1,8	1,52	95
(b)	-	600 - 2000	12 - 85	1 - 4	1,54	-
(c)	-	450 - 1500	30 - 38	1,5 - 3	1,5	-
(d)	17 - 29	850 - 1800	39 - 69	2,4 - 4,1	1,53	-
(e)	-	345 - 1500	27,6 - 80	1,2 - 3,2	1,4 - 1,5	-
(f)	-	1000	60	1,5	1,5	-
(g)	-	345 - 1035	27,6	2,7 - 3,2	1,5	-

Tabel 3: Mechanische karakteristieken vlasvezels volgens literatuur

- (a) Boghossian en Wegner (2008)
- (b) Batra (1998); Davies en Bruce (1998)
- (c) Kessler et al. (1998)
- (d) Baley (2002)
- (e) X. Li et al. (2007)
- (f) Garcia et al. (1998)
- (g) Bledzki en Gassan (1999)

Het is moeilijk om een betrouwbare waarde voor de densiteit te bepalen door de poreuze aard van de vezels. Bovenstaande waarden komen echter goed overeen.

## 2.6.3 Hennep

2.6.3.1 Algemeen

Industriële hennepvezel is één van de sterkste en stijfste beschikbare natuurlijke vezels, waardoor deze veel potentieel heeft voor toepassingen in composietmaterialen. De automobielindustrie heeft een belangrijke rol gespeeld in het adopteren van deze vezel voor gebruik in polymeercomposieten. (Pickering et al., 2007)

De cultivatie van hennepplanten heeft reeds lange tijd belangrijke toepassingen in de textiel- en papierindustrie. In 2002 werd slechts 15% van de Europese hennepproductie benut voor het gebruik in materialen zoals de productie van vezelversterkte polymeercomposieten (Karus & Vogt, 2004). Dit aandeel neemt tegenwoordig echter steeds meer toe, onder meer om de redenen vermeld in paragraaf 2.6.1.1.

Net als bij vlas zijn de vezeleigenschappen in grote mate afhankelijk van de groeicondities, waaronder de duur van de teelt en de gebruikte processen voor vezelextractie (Pickering et al., 2007).

De vezelarchitectuur van de hennepplant is volledig analoog aan deze van vlas. Dit is ook te zien in onderstaande schematisatie van Figuur 13.



Figuur 13: Vezelarchitectuur hennep; naar Sedan et al. (2008)

Er zijn echter ook belangrijke verschillen tussen beide vezeltypes. Zo blijkt de spiraalhoek van de microvezels een waarde 6,2° aan te nemen (Bledzki & Gassan, 1999; Mwaikambo & Ansell, 2006).

#### 2.6.3.2 Samenstelling

Volgende Tabel 4 geeft de verhoudingen van de individuele componenten weer, bepaald door verscheidene auteurs.

	Gewichtspercentage (m%)					
Referentie	Cellulose	Hemicellulose	Pectine	Lignine	Andere	
(a)	56,1	10,9	20,1	6	7,9	
(b)	57-77	14-22,4	0,9	3,7-13	0,8	
(c)	55	16	18	4	7	
(d)	74	18	1	4	-	
(e)	-	10,66	-	6,61	-	

Tabel 4: Samenstelling	hennepvezel	volgens	literatuur
------------------------	-------------	---------	------------

(a) Sedan et al. (2008)

- (b) X. Li et al. (2007)
- (c) Garcia et al. (1998)
- (d) Mwaikambo en Ansell (2002)
- (e) B. Wang et al. (2007)

Er is een duidelijke discrepantie op te merken tussen de opgemeten hoeveelheden bij de verschillende auteurs. Dit is waarschijnlijk te wijten aan de verschillen tussen de gebruikte typen hennep en de proeven op hetzij individuele vezels, hetzij vezelbundels.

#### 2.6.3.3 Mechanische karakteristieken

Onderstaande Tabel 5 geeft de belangrijkste mechanische karakteristieken voor hennepvezels, volgens waarden uit de literatuur.

	Diameter (µm)	Treksterkte (MPa)	E-modulus (GPa)	Breukrek (%)	Densiteit (g/cm³)
(a)	-	591-857	38-58	-	1,58
(b)	-	550-900	70	1,60	1,48
(c)	17-23	210-510	30-60	2-4	1,5
(d)	20-40	700	32	2	1,48
(e)	-	690	-	1,60	-
(f)	23,15	900	34	-	1,5

Tabel 5: Mechanische karakteristieken hennepvezels volgens literatuur

(a) Sedan et al. (2008)

- (b) X. Li et al. (2007)
- (c) Mwaikambo en Ansell (2006)
- (d) Garcia et al. (1998)
- (e) Bledzki en Gassan (1999)
- (f) Z. Li et al. (2006)

Het is belangrijk op te merken dat de vezels een hogere treksterkte en elasticiteit dan de omhullende cementmatrix kunnen bezitten (Sedan et al., 2008).

#### 2.6.4 Mechanisch gedrag van vlas- en hennepvezels

Figuur 14 geeft de last-verplaatsingskromme weer voor een getrokken vlasvezel.



Figuur 14: Last-verplaatsingskromme vlasvezel; naar Baley (2002)

Voor een lastwaarde groter dan een zekere drempelwaarde gebeurt de vervorming duidelijk volgens de theorie van Hooke. Bij herbelasting gebeurt een plastische vervorming na de eerste belastingscyclus, zoals te zien in Figuur 15.



Figuur 15: Last-verplaatsingskromme cyclisch belaste vlasvezel; naar Baley (2002)

De elasticiteitsmodulus neemt toe met toenemende lastherhalingen. Tijdens een trektest volgens de vezelas zullen de cellulosevezels zich eerst beginnen richten volgens deze as en vervolgens schuiven ten opzichte van elkaar (Baley, 2002). Een verdergaande analyse geeft aan dat de verlenging van een vezel op volgende wijzen kan gebeuren (Hearle, 1963):

- door een verlenging van de microvezels en de niet-kristallijne regio's tussen de vezels;
- (a) verlenging van de spiraalstructuur met buigen en draaien van de microvezels gekoppeld met (b) een reductie van het vezelvolume van de amorfe matrix en ledige ruimtes tussen de microvezels;
- door het afschuiven van de niet-kristallijne zone om met de nieuwe configuratie van de microvezelstructuur overeen te komen.

Volgens Hornsby et al. (1997) is er ook een verstevigend effect van de vlasvezel door de progressieve heroriëntering van de microvezels. Eens deze verlengde configuratie is bereikt treden verdere vervormingen op door ketenverstrengeling. Breuk van de vezel kan optreden door de propagatie van een dislocatie, scheurvorming en delaminatie van de vezel.

Defecten of dislocaties komen steeds voor bij natuurlijke vezels en bepalen in grote mate de mechanische eigenschappen van het materiaal. In de vezels kunnen zones gevonden worden met een knik (zogenaamde 'kink bands'). Tijdens een trektest zal breuk van de vezel preferentieel optreden ter hoogte van deze dislocaties. Dergelijke knikzones ontstaan onomkeerbaar hetzij tijdens de plantgroei, hetzij bij het vergaren of verwerken van de vezels (Baley, 2002). Een resultaat hiervan is dat dergelijke defecten moeilijk kunnen worden gecontroleerd en steeds een grote spreiding leveren op de mechanische resultaten van deze vezels. Bovendien maakt de hoogkristallijne cellulosestructuur de vezels stijf en sterk in trek, maar ook gevoelig naar het vormen van knikbanden toe (Bos et al., 2002).

Het falen van cellulosevezels onder axiale trek wordt onder meer bepaald door de cellulose-inhoud en de spiraalhoek van de microfibrillen (Hearle, 1963). De vezelsterkte in natuurlijke vezels neemt gewoonlijk toe met het vochtgehalte en neemt af met de temperatuur. De stijfheid daarentegen vermindert met toenemende opname van water aangezien de cohesie van de vezels vermindert (Hearle, 1963). Absorptie van water in de poriën (gedeeltelijk ook door de lumen) en de amorfe gedeeltes reduceert de interfibrillaire cohesie en verlicht de interne vezelspanningen, wat een meer uniforme spanningsdistributie oplevert (Baley, 2002). De stijfheid van kristalregio's wordt niet beïnvloed door een vochttoename. De treksterkte van de vezels neemt af wanneer de vezeldiameter toeneemt (Bodros & Baley, 2008).

Baley (2002) bepaalde een gemiddelde elasticiteitsmodulus voor vlasvezels van 54 (±15) GPa. Volgens Bos et al. (2002) is de gemiddelde treksterkte gemeten op elementaire vezels 1522 (±400) MPa. Volgens Sotton et al. (18) is de maximale waarde 2000 MPa. Voor met de hand geïsoleerde vezels werden waarden van 1834 (±900) MPa gevonden, welke hoger zijn omdat de vezels minder defecten bezitten, maar meer spreiding vertonen. Het is echter belangrijk op te merken dat de gemeten waarden van de stijfheid bij quasi-statische rekverhogingen opgemeten zijn. Bij snellere rekverhogingen zal een dynamische stijfheidsmodulus van belang zijn welke een sterk verschillende waarde kan hebben (Pearce, 1985).

Het mechanisch gedrag van hennep en vlas werd reeds gemodelleerd door Davies en Bruce (1997) door vezels als dikwandige concentrische cilinders te beschouwen. Deze modellering houdt echter geen rekening met de evolutie van de stijfheid bij vervorming. Bovendien komt de oriëntatie van de cellulosevezels (6,5°) niet overeen met de huidige literatuurdata. Recenter hebben Gassan et al.

(2001) rekening gehouden met zowel spiraalhoek als cellulose-inhoud om de elastische eigenschappen van cellulosehoudende vezels te bepalen. De algemene conclusie hieruit was dat de stijfheid volgens de as afneemt als de spiraalhoek daalt en lineair stijgt met de cellulose-inhoud. Baley (2002) toonde aan dat de elasticiteitsmodulus toeneemt met afnemende vezeldiameter.

Het meten van de treksterkte van de vezels is niet vanzelfsprekend. De treksterkte is namelijk afhankelijk van de afstand tussen de inklemmingen. Voor grote inklemmingslengtes vonden Bos et al. (2002) een maximale treksterkte van 500 MPa voor technische vlasvezels. Technische vezel met korte inklemmingslengte van 3 mm gaven sterktes van 850 MPa. De sterkte van vezels bij kortere lengtes neemt toe door de gereduceerde kans op kritische defecten. Het is echter onwaarschijnlijk dat de sterktetoename in dit geval volledig door dit effect kan worden verklaard. Technische vezels bestaan uit kortere elementaire vezels, waardoor falen optreedt doorheen de zwakkere pectine tussenfase. Deze fase ligt vrijwel parallel aan de vezelas, waardoor falen door afschuiving optreedt. Bij een trekproef met kortere lengtes moet de scheur echter doorheen de sterkere cellulosewand lopen. Volgens Bos et al. (2002) begint de sterkte toe te nemen voor inklemmingslengtes kleiner dan 25 mm. Dit komt overeen met de gekende data van elementaire vezellengtes (20-50 mm, met gemiddelde 30 mm). Kostic et al. (2008) voerden trekproeven uit op hennepvezels met toenemende inklemmingslengtes tot 200 mm en vonden een daling van de treksterktes lineair evenredig met de toenemende klemafstand (Figuur 16).



Figuur 16: Treksterkte hennepvezels in functie van inklemmingslengte (Kostic et al., 2008)

De treksterkte van individuele elementaire vezels is duidelijk hoger dan de treksterkte van technische vezels voor dezelfde klemlengte. De technische vezelsterkte voor vlas bedraagt 57% van de elementaire vezelsterkte (Bos et al., 2002). De mechanische verwerkingsprocessen verzwakken de elementaire vezels, maar door het bundeleffect wordt de technische vezelsterkte minder beïnvloed.

De druksterkte van de vezels kan gemeten worden met een zogenaamde 'loop test'. Hieruit volgde dat voor vlasvezels de druksterkte ongeveer 80% van de treksterkte bedroeg (Bos et al., 2002). Falen werd hierbij gedefinieerd als het vormen van knikbanden.

Huidige methoden om vlasvezels te verkrijgen zijn mechanische processen zoals zwingelen, braken en hekelen (Bos et al., 2002). Deze processen zijn geoptimaliseerd voor het leveren van fijne garen voor de linnenindustrie, maar zorgen voor een belangrijke schade door knikbanden welke de mechanische eigenschappen verslechteren. Er is een duidelijke correlatie tussen de spiraalhoek van de microvezels en de elasticiteitsmodulus van deze vezels (Mwaikambo & Ansell, 2002). De studie van mechanische eigenschappen in natuurlijke vezels toont aan dat vezels met een kleinere spiraalhoek een grotere rekbaarheid, een lagere stijfheid en een lagere treksterkte hebben dan vezels met steilere spiralen (Stamboulis et al., 2001). Zoals vermeld in paragrafen 2.6.2.1 en 2.6.3.1 bezit de hennepvezel een kleinere spiraalhoek vergeleken met de vlasvezel, hetgeen zich inderdaad eveneens uit in een lagere stijfheidsmodulus en treksterkte.

## 2.6.5 Verwerking van planten tot natuurlijke vezels

Natuurlijke vezels worden uit de betreffende planten ontbonden via een aantal processen, welke hieronder beschreven staan.

## 2.6.5.1 Mechanische verwerking (Degrauwe, 2005)

Bij het oogsten van de planten gebeuren een aantal mechanische bewerkingsprocessen. Wanneer de stengels gereed zijn voor de oogst worden ze uitgetrokken met behulp van een slijtmachine. Eventueel worden de stengels ook gerepeld om de zaadbolletjes weg te halen. Vervolgens worden de stengels op het veld geplaatst in hagen om te drogen. Roten kan daarna gebeuren op het veld, of volgens één van de andere processen beschreven in onderstaande paragraaf. Na het roten worden de stengels gebraakt in een machine, hetgeen betekent dat de houtachtige delen in stukken worden gebroken. In een zwingelturbine worden de stengels in vezels ontbonden en worden de houtachtige afvaldeeltjes losgemaakt. Tenslotte kunnen de vezels gehekeld worden, waardoor ze via een kam evenwijdig worden gelegd en vrijgemaakt worden van resterende houtdeeltjes. Bij textieltoepassingen volgen hierna nog verdere bewerkingen zoals spinnen.

2.6.5.2 Roten

Bastvezels kunnen van de plant worden gescheiden door te roten (E: retting), hetgeen degelijke en consistente vezelresultaten kan leveren. Dit proces maakt de technische vezels los van elkaar en van de stengel. Hiertoe moet de bindstof pectine afgebroken worden, echter zonder de lignopectine aan te tasten welke de elementaire vezels samenhoudt. Langdurig roten heeft een nefast effect op de treksterkte van de vezels, door afbraak van de lignopectine (Degrauwe, 2005). Bij het roten wordt bovendien ook hemicellulose verwijderd (Van De Velde & Kiekens, 2002). Er bestaan hiertoe meerdere gangbare methoden:

Biologisch roten

Hierbij zijn er twee varianten, namelijk waterroten en dauwroten. Waterroten is gedurende eeuwen gebruikt en levert de meest kwalitatieve vezels. Hierbij wordt de pectine afgebroken door bacteriën in een vochtig milieu. Een belangrijk nadeel hierbij is echter het afvalwater, dat sterk vervuild en dus ecologisch onaanvaardbaar is (Sharma, 1988). Daarom werd op zoek gegaan naar andere methoden

Tegenwoordig is dauwroten (of veldroten) de standaardpraktijk binnen de Europese linnenindustrie. Deze methode berust op de degradatie van de vezels door inheemse aerobe schimmels. Dit is een goedkopere methode, maar ook een minder betrouwbare. Nadelen zijn voornamelijk dat de klimaatcondities niet controleerbaar zijn, waardoor temperatuur- en vochtigheidsschommelingen de uniformiteit van het rootproces beïnvloeden. De vezels zijn hierdoor van lagere kwaliteit en vertonen een grotere variabiliteit. (Harwood et al., 2008)

Chemisch roten (Degrauwe, 2005)

Bij deze methoden wordt de pectine afgebroken door substanties zoals NaOH, natriumcarbonaat of verdunde zuren. Dit proces gebeurt zeer snel, maar ook zeer agressief. Er bestaat dus een reëel gevaar voor vezelbeschadiging.

## 2.6.5.3 Cottonisatie

Cottonisatie (E: cottonisation) is een behandeling, welke de technische vezelbundels in elementaire vezels verdeelt en deels de alkaligevoelige pectine en hemicelluslose verwijdert (Snoeck & De Belie, 2012). Hierdoor ontstaat dus een fijnere vezelstructuur, gelijkend op katoen.

Er zijn meerdere methoden waarmee deze cottonisatie kan bereikt worden (Harwood et al., 2008). De zogenaamde Laroche-methode is een mechanische behandeling waarbij de vezels versneden en afgebroken worden. Door de hoge agressiviteit en energie-intensiteit werden ook andere methodes ontwikkeld, zoals chemische cottonisatie, enzymatische cottonisatie, ultrasone cottonisatie en cottonisatie met behulp van stoomexplosie.

## 2.6.6 Behandelingen van natuurlijke vezels

De behandelingen van natuurlijke vezels kunnen algemeen ingedeeld worden in chemische behandelingen en fysische behandelingen (Bledzki & Gassan, 1999). Fysische behandelingen, zoals uitrekken, thermische behandelingen, e.a. veranderen enkel structurele en oppervlakteeigenschappen van de vezels. Chemische behandelingen, zoals alkalisatie, kunnen ook een invloed hebben op de eigenlijke chemische samenstelling van de vezels.

## 2.6.6.1 Doel van vezelbehandelingen

Ondanks de goede mechanische eigenschappen van natuurlijke vezels blijft de degradeerbaarheid in alkaline milieu een belangrijk obstakel voor vele toepassingen in composietmaterialen. Met behulp van behandelingen is het mogelijk degradeerbare componenten zoals hemicellulose en pectine weg te nemen (Pickering et al., 2007). Een tweede nadeel van de natuurlijke vezels is hun tendens om biologisch te degraderen in vochtige milieus. Gepaste behandelingsmethoden kunnen de waterabsorptie van de vezels sterk verminderen, zodanig dat er minder degradatie optreedt. Behandelingen die hydrofobe eigenschappen in de vezels teweegbrengen zijn dus wenselijk.

Daarnaast kunnen behandelingen de mechanische vezeleigenschappen zelf verbeteren, alsook de interactie met de matrix (Bledzki & Gassan, 1999). Dit is belangrijk indien het vezelgedrag gewijzigd wordt om eigenschappen zoals meervoudige scheurvorming te verkrijgen in cementcomposieten. Kritische micromechanische parameters in dit verband zijn onder meer de treksterkte van de vezels  $\sigma_{fu}$ , de interface wrijving  $\tau_0$  en de chemische binding  $G_d$  (zie paragraaf 2.5.2). Positieve behandelingen zijn bijvoorbeeld deze die een verhoging van de vezeltreksterkte teweegbrengen, aangezien er in dat geval meer spanningsoverdracht kan gebeuren naar de vezels en zo meer scheuren kunnen optreden in de cementmatrix. Natuurlijke vezels zijn zeer hydrofiel van aard door de aanwezigheid van hydroxylgroepen ter plaatse van cellulose en lignine. Dit zorgt voor een sterke binding tussen de vezels en de cementmatrix, waardoor de brugwerking van de vezels niet optimaal kan gebeuren. Behandelingen die hydrofobe eigenschappen in de vezels teweegbrengen zijn in dat geval gewenst, aangezien door de vezels minder hydrofiel te maken deze binding vermindert en de brugwerking van de vezels beter in werking kan treden. Behandelingen welke de vezelruwheid verhogen zijn in dat geval te vermijden, aangezien dit een grotere interface wrijving geeft waardoor de vezels sneller zullen breken bij het vormen van bruggen overheen een scheur.

## 2.6.6.2 Chemische behandelingen

Met behulp van chemische behandelingen kan het vezeloppervlak gewijzigd worden om de bindsterkte tussen vezel en matrix aan te passen en de vezeleigenschappen zelf te verbeteren. Bovendien zijn deze behandelingen effectief om het vezeloppervlak schoon te maken en onzuiverheden te verwijderen.

## 2.6.6.2.1 Alkalisatie

De behandeling van vezels met natriumhydroxide (NaOH) wordt alkalisatie genoemd, of ook wel mercerisering (E: mercerization). NaOH is het meest gebruikte chemisch middel bij het bleken en schoonmaken van de oppervlakken van plantvezels. De chemische behandeling verwijdert hemicellulose, lignine, pectine, wasachtige bestanddelen en natuurlijke oliën welke de celwanden bedekken (Mwaikambo & Ansell, 2002), depolymeriseert de cellulose en verhoogt de oppervlakteruwheid (X. Li et al., 2007). Het gebruik van natriumhydroxide is een effectieve en goedkope vezelbehandeling (Pickering et al., 2007; Van de Weyenberg et al., 2006).

Het is belangrijk op te merken dat alkalisatie bij sterke concentraties NaOH zorgt voor een depolymerisatie van de oorspronkelijke cellulose I naar kristalstructuren met korte lengte, namelijk cellulose II. Zelfs bij optimale conversie blijven er echter residuele sporen van cellulose I over (Zeronian & Nevell, 1985). Nishiyama en Okano (1998) poneren dat de overgang van cellulose I naar cellulose II controversieel is en moeilijk sluitend te bewijzen.

Alkalisatie verandert ook de oppervlaktetopografie van vezelbundels. De diameter vermindert bij toename van de concentratie natriumhydroxide. De cellulose-inhoud neemt licht toe bij lage NaOH-concentraties en neemt licht af bij hoge concentraties (Mwaikambo & Ansell, 2006).

Het toevoegen van NaOH zorgt voor de ionisatie van de hydroxylgroepen aan de vezeloppervlakken (X. Li et al., 2007):

$$(Vezel-OH) + NaOH \rightarrow (Vezel-O-Na) + H_2O$$
(14)

Een andere belangrijke wijziging veroorzaakt door de alkaline behandeling is het verbreken van de waterstofbindingen in de netwerkstructuur, hetgeen resulteert in een hogere oppervlakteruwheid (X. Li et al., 2007).

Alkalibehandelde vezels kunnen een verhoogde gemiddelde treksterkte vertonen. Sawpan et al. (2011) verklaarden dit effect door de toename van de kristalliniteit van de cellulose. De toegenomen elasticiteitsmodulus werd verklaard door de densificatie van de celwanden door het verwijderen van niet-cellulose producten. De vezeleigenschappen verbeteren bovendien via de verwijdering van lignine, pectine en hemicellulose doordat er een betere pakking en verhoogde moleculaire oriëntatie van de celluloseketens mogelijk is (Pickering et al., 2007). De interfibrillaire regio wordt namelijk minder dicht en stijf door de verwijdering van hemicellulose, waardoor de vezels zich beter kunnen schikken in de richting van de trekvervorming, hetgeen resulteert in een hogere sterkteontwikkeling (Bledzki & Gassan, 1999). Volgens Mwaikambo en Ansell (2002) levert een concentratie van 6 m% NaOH optimale resultaten inzake verbetering van mechanische eigenschappen. Er moet evenwel voorzichtig omgesprongen worden met de gebruikte concentratie aan NaOH. Overbehandeling heeft namelijk de neiging om de vezeleigenschappen te reduceren (Pickering et al., 2007). Dit is bijvoorbeeld het geval bij een alkalibehandeling met 20 m% NaOH (Arbelaiz et al., 2005). Mwaikambo en Ansell (2006) vonden eveneens dat treksterkte en stijfheid slechts toenamen met de hoeveelheid NaOH tot op een zekere limiet.

Bijkomend blijkt de NaOH-behandeling te resulteren in een zwelling van de vezels en een gewijzigde helicoïdale structuur (Nishiyama & Okano, 1998). Bledzki en Gassan (1999) vonden een verlaagde spiraalhoek van de microvezels bij alkalisatie.

Tenslotte blijkt de waterretentie van vezels na alkalibehandeling lager te zijn, door de verwijdering van waterabsorberende niet-cellulose producten (Kostic et al., 2008). Dit kan een positief effect hebben op de degradatie-eigenschappen van de vezels.

Het gebruik van alkalibehandelde natuurlijke vezels in vezelversterkte cementcomposieten kan zorgen voor een toename in buigtreksterkte van deze composieten, zowel door de verbeterde adhesie van de interface, als door verbetering van de treksterkte van de vezels zelf (Sedan et al., 2008).

## 2.6.6.2.2 Behandeling met silaanbindmiddelen

Silaan is een samengestelde stof met chemische formule SiH<sub>4</sub>. Een behandeling met silaanbindmiddelen reduceert het aantal cellulose hydroxylgroepen in de vezel-matrix interface. In nabijheid van vocht zullen silanolen gevormd worden, welke reageren met de hydroxylgroepen van de vezels om stabiele covalente bindingen te maken met de celwanden (Figuur 17). De waterstof-

koolstof ketens zorgen hierbij voor een vermindering van de vezelzwelling door het creëren van een gekruist netwerk van covalente bindingen tussen matrix en vezel. Polymeercomposieten met silaanbehandelde vezels bleken bovendien hogere treksterktes te hebben door deze sterke matrixvezelinteractie, in vergelijking met alkalibehandelde vezels (X. Li et al., 2007).



Figuur 17: Chemische interactie tussen silaanbindmiddel en vezeloppervlak (Nair & Thomas, 2003)

Een silaanbehandeling van vlasvezels leidt in sommige gevallen tot een hogere treksterkte van de vezelbundel dan voorafgaand aan de behandeling (B. Wang et al., 2003). Sawpan et al. (2011) vonden dan weer dat de gemiddelde treksterkte van silaanbehandelde vezels was afgenomen, door de afname van de kristalliniteit van de cellulose. Ook een behandeling met vinyltrimethoxysilaan bleek treksterkte en stijfheidsmodulus te verminderen (Arbelaiz et al., 2005). De behandelingsmethodiek, alsook de gebruikte concentratie blijkt hier opnieuw van groot belang te zijn met het oog op goede resultaten.

Silaancoating van vezels kan bovendien een goede manier zijn om de duurzaamheid te verhogen van cementcomposieten versterkt met natuurlijke vezels (Bilba et al., 2003).

#### 2.6.6.2.3 Peroxidebehandeling

Bij peroxidebehandeling van natuurlijke vezels ontbinden de peroxiden in vrije radicalen (RO<sup>•</sup>), welke vervolgens reageren met de waterstofgroepen op het oppervlak van de cellulosevezels. De reactie voorgesteld door Sreekala et al. (2000) staat hieronder weergegeven:

$$RO - OR \rightarrow 2RO^{\bullet}$$
(15)  
(Cellulose-H) + RO^{\bullet} \rightarrow Cellulose + (R-OH) 
(16)

De peroxidebehandeling van vlasvezels kan in bepaalde gevallen een verhoogde vezeltreksterkte geven (B. Wang et al., 2003). Bij gebruik van benzoylperoxide nam de treksterkte van vezelversterkte polymeercomposieten toe bij toenemende concentratie benzoylperoxide tot 6 m% benzoylperoxide (Paul et al., 1997). De hydrofiele eigenschappen van de vezels namen bovendien af.

#### 2.6.6.2.4 Zuurbehandelingen

Behandeling met zuren kan verschillende gevolgen hebben (Degrauwe, 2005). Verestering kan optreden waarbij de hydroxylgroepen op de cellulosepolymeren vervangen worden door andere groepen. Een gevolg is een verminderde zwelling en een lagere vochtopname van de vezels. Een

tweede mechanisme is hydrolyse, welke kortere ketenlengtes levert en de mechanische vezeleigenschappen degradeert. Bovendien leidt dit mechanisme tot een groter aantal aldehydegroepen, welke kunnen oplossen in alkaline milieu. Hydrolyse wordt dus best vermeden.

Een behandeling van natuurlijke vezels met azijnzuur zonder andere katalysatoren resulteert in een lichte alkalisatie van het vezeloppervlak (Rong et al., 2001), zie ook volgende paragraaf.

Een minder toegepaste behandeling is deze met aluminiumchloride (AlCl<sub>3</sub>). Een vezelbehandeling met 1 m% AlCl<sub>3</sub> gaf 7% hogere waarden voor de buigsterkte (Sedan et al., 2008). Aluminiumchloride kuist de vezels, maar heeft weinig invloed op de eigenlijke vezelmorfologie.

#### 2.6.6.2.5 Acetylering

Acetylering is een aantrekkelijke methode om het vezeloppervlak van natuurlijke vezels aan te passen en ze meer hydrofoob te maken (John & Anandjiwala, 2008). Het principe van de methode berust erin de hydroxylgroepen van de vezels met de acetylgroepen (CH<sub>3</sub>CO) te laten reageren, waardoor het oppervlak minder hydrofiel wordt (Figuur 18). De hydroxylgroepen welke reageren zijn deze van de lignine, de hemicellulose en de amorfe cellulose. De kristallijne regio's van de vezels zijn sterk verbonden via waterstofketens en worden niet door de chemicaliën beïnvloed.



Figuur 18: Acetylering natuurlijke vezels, met zure katalysator (Mwaikambo & Ansell, 2002)

Acetylering heeft een positief effect op het verminderen van de vochtabsorptie-eigenschappen van natuurlijke vezels en op de biologische degradatie (Kalia et al., 2009). De effectiviteit van deze methode is echter sterk beïnvloed door de behandelingsmethodiek (Bledzki & Gassan, 1999).

#### 2.6.6.2.6 Overige chemische behandelingen

Andere chemische behandelingen welke de adhesie van de vezels kunnen verhogen zijn onder meer behandelingen met maleïnezuuranhydride, benzoylaat, acrylaat, permanganaat en isocyanaat (X. Li et al., 2007).

Benzoylaatbehandeling van vlasvezels resulteerde in een duidelijk lagere treksterkte (B. Wang et al., 2003). De gemiddelde treksterkte van vezels behandeld met maleïnezuuranhydride nam licht af. De elasticiteit nam licht toe (Sawpan et al., 2011). Arbelaiz et al. (2005) vonden dat een behandeling met maleïnezuuranhydride zowel treksterkte als stijfheid reduceerde.

#### 2.6.6.3 Thermische behandeling

Prasad en Sain (2003) pasten een hittebehandeling toe op hennepvezels in een inerte omgeving en in een atmosferische omgeving. Door de warmte werden de vezels losgemaakt, zowel in de lengterichting als in de transversale richting. Voor een zekere massa aan vezels nam het aantal vezels sterk toe bij deze behandeling, doordat vezels met kleinere diameters werden losgemaakt. De algemene sterkte en stijfheid van de vezels behandeld in een inerte omgeving nam toe, doordat de kleinere vezeldiameters met minder defecten voor betere mechanische eigenschappen zorgden. In de atmosferische omgeving bleken de mechanische vezeleigenschappen te zijn afgenomen, ondanks het losmaken van de kleinere vezels. Deze degradatie ontstond door de oxidatiereacties van meerdere vezelcomponenten.

Zoals eerder vermeld is hemicellulose van belang voor de thermische degradatie van vezels (Sahed & Jog, 1999). Thermogravimetrische analyse toonde echter aan dat de degradatie bij hennepvezels ook in grote mate afhankelijk is van de cellulosestructuur en de inhoud van niet-cellulose componenten in de vezel (Ouajai & Shanks, 2005).

Gassan en Bledzki (2001) toonden aan dat vlasvezels een kleine afname van treksterkte en polymerisatiegraad vertonen bij temperaturen onder de 170°C. Bij hogere temperaturen namen treksterkte en polymerisatie sterker af, afhankelijk van temperatuur en blootstellingsduur. Bij een behandeling bij 210°C gedurende 120 minuten nam de treksterkte ongeveer 70% af.

## 2.6.6.4 Duralin-behandeling (Stamboulis et al., 2001)

Het succesvol gebruik van natuurlijke vezels in composietmaterialen wordt benadeeld door de hoge vochtopname en het zwelgedrag. De zwelling van de vezels kan microscheuren in het composiet teweegbrengen en de mechanische eigenschappen verminderen. De Duralin-behandeling verbetert deze nadelige eigenschappen.

De behandeling bestaat erin vlasstengels te verwarmen gedurende 30 minuten boven 160°C in een autoclaaf, gevolgd door een droogstap en een verhittingsstap boven 150°C gedurende twee uur. Tijdens deze behandeling depolymeriseren de hemicellulose en de lignine naar lagere moleculaire aldehyde- en fenolfuncties. Na de hittebehandeling vormen deze een waterresistente hars. De Duralin-behandeling verandert de compositie van het vezeloppervlak, waarbij niet-cellulose componenten worden verwijderd. Na behandeling kunnen de vezels van de stengel worden losgemaakt.

Duralin-vezels nemen veel minder vocht op dan groene (onbehandelde) vezels. Bij 100% relatieve vochtigheid is er 50% minder vochtopname. Het oppervlak van de Duralin-vezels blijft ook glad bij vochtopname, terwijl groene vezels zwellen en een ruw oppervlak krijgen.

De ultieme treksterkte is afhankelijk van de vochtopname van de vezels. Groene vezels krijgen hogere sterkte bij hogere vochtgehalten. Duralin vezels kennen een maximale sterkte bij 66% relatieve vochtigheid. Tot 66% is wateropname voordelig, mogelijkerwijs door het plastisch vezeleffect door ongebonden water. Water kan namelijk het cellulosenetwerk van de vezel binnendringen tot in de capillaire holten en de holten tussen de microvezels, en zal zich chemisch binden aan groepen in de cellulosemoleculen. De watermoleculen dwingen de cellulosemoleculen uiteen te gaan, waardoor de stijfheid van de cellulosestructuur deels vernietigd wordt. In deze zin gedraagt het water zich als een plastificeerder, welke de cellulosemoleculen meer vrijheid verschaft om te bewegen. Meer vochtigheid leidt tot een toename van het geabsorbeerde gebonden water en een afname van het vrije water.

## 2.6.7 Natuurlijke vezels in cementcomposieten

De verwerkbaarheid van mengsels vergroot wanneer de vezelhoeveelheden verminderen (Snoeck & De Belie, 2012). Voor mengsels met natuurlijke vezels (e.g. vlas) was de verwerkbaarheid minder dan bij synthetische vezels (e.g. PVA). Dit is te wijten aan de hogere vochtopname van de natuurlijke vezels. Doordat smalle vezeldiameters een grotere specifieke oppervlakte bezitten hebben mengsels met gecottoniseerde vlasvezels een lagere verwerkbaarheid dan mengsels met technische vlasvezels (Snoeck & De Belie, 2012). Bij meer dan 1 volumeprocent (vol.%) gecottoniseerde vezels zal de hoge plasticiteit van het mengsel een slechte verdichting teweegbrengen.

Een kleine hoeveelheid vezels kan het zetten –de initiële verharding– van de cementpasta beduidend vertragen. Hemicellulose verhindert gedeeltelijk de hydratatiereactie van het cement (Bilba et al., 2003). Het verharden van mengsels met gecottoniseerd vlas bleek echter vergelijkbaar te zijn met dat van PVA-mengsels, hetgeen de verwijdering van hemicellulose aantoonde (Snoeck & De Belie, 2012). Een tweede verklaring wordt echter ook gegeven door Sedan et al. (2008). De pectine van de vezels houdt namelijk calciumionen vast. Hoe meer vezels, hoe hoger de siliciumconcentratie in de oplossing zal zijn, omdat de siliciumionen niet kunnen precipiteren met calcium om C-S-H te vormen. Pectine werkt dus als een groei-inhibitor voor C-S-H welke het belangrijkste hydratatieproduct van Portlandcement is.

Om meervoudige scheurvorming te bevorderen worden soms microdefecten aangebracht. De scheuren bij natuurlijke vezelcomposieten lopen echter steeds door locaties waar zich schorsrestanten bevinden. Deze schorsrestanten binden niet met de cementmatrix en gedragen zich dus als microdefecten welke de scheurinitiatie stimuleren (Snoeck & De Belie, 2012).

Het dichten van scheuren door autogene heling is onafhankelijk van het vezeltype en wordt volledig bepaald door de initiële scheurwijdte. Het gebruik van natuurlijke vezels verandert de mogelijke zelfhelingscapaciteit niet (Snoeck & De Belie, 2012). Volgens Homma et al. (2009) heeft de hoeveelheid vezels (in aantal vezels) de grootste invloed op de dikte van de gevormde zelfhelingsproducten. Voor gelijke scheurwijdtes werden bovendien verschillende diktes van zelfheling waargenomen voor verschillende types vezels. Dit was echter voornamelijk te wijten aan de slechte zelfheling bij het gebruik van staalvezels, welke corrodeerden.

Verder toonden Snoeck en De Belie (2012) aan dat mengsels met gecottoniseerd vlas geen versteviging vertoonden, terwijl mengsels met technisch vlas een kleine versteviging vertoonden. De elasticiteitsmodulus van CV-mengsels was groter dan deze van TV-mengsels. Aangezien cottonisatie

de hoeveelheid grote diameters doet dalen, correspondeert dit met de hierboven vermelde bevindingen dat de stijfheid van natuurlijke vezels stijgt bij afnemende vezeldiameter. De capaciteit voor MC was groter voor mengsels met 1 vol.% TV dan deze met 1 vol.% CV. Het verschil tussen de vlasvezels onderling is voornamelijk te wijten aan de hogere hoeveelheid bastvezels en technische vezels welke minder aan de cementmatrix binden. CV-mengsels toonden weinig MC-capaciteit. De maximale buigspanning bij proefstukken met vlasvezels was lager dan bij het gebruik van PVA-vezels. Gecottoniseerde vlasvezels geven hogere buigspanningen en eerste-scheursterktes dan technische vlasvezels. Dit komt wellicht door de betere verharding van de mengsels met gecottoniseerd vlas in vergelijking met de tragere hydratatiereacties bij technisch vlas.

Bij het inmengen van hennepvezels in een cementcomposiet wordt de maximale buigsterkte bereikt voor 16 vol.% vezels (Sedan et al., 2008). Bij het laten toenemen van het vezelvolume wordt een progressieve toename van de materiaalsterkte waargenomen door de hoge hoeveelheid matrix-vezel interactie. Voorbij 16 vol.% neemt de sterkte af door de niet-homogene menging en de slechte adhesie tussen vezels en matrix. De maximale toename in treksterkte bedraagt 40% ten opzichte van de cementmatrix, maar gebeurt gelijktijdig met een afname van de stijfheid van 35%.

De mechanische degradatie van natuurlijke vezels in een basische cementomgeving is reeds lang gekend, zie paragraaf 2.6.1. Sedan et al. (2008) onderzochten het chemisch gedrag van hennepvezels in een cementrijke omgeving. De blootstelling aan dit cementmilieu resulteerde in de vorming van sferische nodules op de oppervlakken van de hennepvezels. Verder onderzoek wees uit dat deze nodules rijk waren aan calcium en dat chemische componenten in de vezel deze calciumionen dus vasthielden. De verklaring hiervoor was dat vrije carboxylaat- en alcoholgroepen in de pectine van de vezels worden geïoniseerd in een alkaline omgeving en dus een hoge hoeveelheid hydroxide-ionen vormen. Deze trekken vervolgens Ca<sup>2+</sup>-ionen aan om Ca(OH)<sub>2</sub>-nodules te vormen, zie Figuur 19.



Figuur 19: SEM van hennepvezels voor (a) en na alkaline omgeving (b), (c) (Sedan et al., 2008)

De chemische degradatie van lignocellulose vezels in een alkaline cementmatrix kan echter beperkt worden via de volgende methoden (MacVicar et al., 1999). Eerst en vooral kan de alkaliniteit van de matrix kan verlaagd worden door een deel van het cement te vervangen door toeslagstoffen zoals vliegas, zie paragraaf 2.7.1. Een tweede optie is de behandeling van de natuurlijke vezels om waterafstotende eigenschappen te bekomen, zie paragraaf 2.6.6.2.

Een bijkomend probleem bij de toepassing van natuurlijke vezels in cementcomposieten is de zwelling van de vezels door vochtabsorptie. Deze zwelling leidt tot een volumeverandering welke scheuren in de cementmatrix kan veroorzaken (Pacheco-Torgal & Jalali, 2011). Opnieuw is het bekomen van waterafstotende eigenschappen hiervoor een oplossing.

## 2.6.8 Artificiële vezels

Vezelversterkte cementcomposieten worden veelal gemaakt met behulp van kunstmatige vezels. Deze kunnen algemeen onderverdeeld worden in metalen vezels (e.g. staalvezels), minerale vezels (e.g. alkali-resistante glasvezels) en kunststofvezels (e.g. polyacrylonaatvezels, koolstofvezels, polyethyleenvezels (PE), polypropyleenvezels (PP), polyvinylalcoholvezels (PVA), e.a.).

Onderstaande paragrafen gaan dieper in op de toepassing van enkele synthetische vezels, meer bepaald deze op basis van polyvinylalcohol (PVA) en polypropyleen (PP).

## 2.6.8.1 PVA-vezels

De noodzakelijke vervanging van asbest in de Europese vezelcementindustrie vanaf de jaren '80 gebeurde met behulp van houtpulpvezels en PVA-vezels. Ook andere vezels werden gebruikt, maar deze twee waren de meest gebruikte (de Lhoneux et al., 2002).

Brede toepassing van PE-ECC wordt verhinderd door de relatief hoge kost van PE-vezels. De kost van PVA is ongeveer 1/8 van dat van PE met hoge stijfheidsmodulus. Bovendien hebben PVA-vezels een relatief hoge treksterkte tussen 1600-2500 MPa, waardoor het een interessant materiaal is (V. C. Li et al., 2001). PVA-ECC is een ultraductiel PVA-vezelversterkt cementcomposiet met metaalachtige eigenschappen in trek. Yu et al. (2010) toonden aan dat het spanning-rek diagram bij uniaxiale trek een vloeipunt had gevolgd door strain-hardening tot enkele procent rek, resulterend in een materiaal ductiliteit welke minstens twee grootte-ordes groter is dan gewoon beton of vezelversterkt beton. E.-H. Yang et al. (2008) slaagden erin meervoudige scheurvorming te bekomen bij ECC waarbij vele gespreide matrixscheuren werden gevormd welke overbrugd werden door vezels.

PVA-vezels zijn hydrofiel van aard en leveren dus een hoge interfacewrijving door sterke chemische bindingen met de matrixomgeving. Dit kan resulteren in schade bij uittrekking, alsook significante slip-hardening en aanleiding geven tot vezelbreuk. Daarnaast promoot de vezelmicrostructuur en de lage laterale weerstand van PVA-vezels het scheuren van de vezels in plaats van pull-out bij het openen van de matrixscheur (V. C. Li et al., 2001). Daarom wordt veelal een oliecoating aangebracht (V. C. Li, 2008). Indien geen coating wordt aangebracht zal er minder glijden van de vezels in de matrix optreden, hetgeen zich uit in kleinere scheurwijdtes en een lagere ductiliteit (Snoeck & De Belie, 2012). De PVA-vezels gedragen zich als een nucleatiekern voor de precipitatie van calciumcarbonaat (Homma et al., 2009).

#### 2.6.8.2 PP-vezels

Polypropyleenvezels vonden oorspronkelijk vooral toepassing binnen roofingtoepassingen als vervanging van asbest (de Lhoneux et al., 2002). Gewone PP-vezels worden veel gebruikt om krimpscheuren te voorkomen in beton, maar kunnen ook goede eigenschappen vertonen voor de versterking van vezel-cementcomposieten (Snoeck, 2011). Daartegenover staat dat ze goedkoop zijn, overal ter wereld beschikbaar zijn en een makkelijke verwerkbaarheid hebben. Om deze redenen blijft het een aantrekkelijk materiaal.

## 2.7 Materiaalkeuze

## 2.7.1 Vliegas (Yu et al., 2010)

Vliegas in mengsels levert fijnere scheuren op, hetgeen de zelfheling bevordert. Het type zelfheling bij deze mengsels is ook effectiever en dus verkieslijker, aangezien de mechanische eigenschappen van hydratatieproducten beter zijn dan deze van brosse kristalgroei. Dit levert een betere herwinning van de mechanische sterkte. Vliegas wordt algemeen beschouwd als voordelig voor de sterkte-ontwikkeling op lange duur in ECC dankzij diens puzzolane eigenschappen. Deze puzzolane reactie vereist veel CaOH<sub>2</sub> waardoor er minder kans is op brosse kristalgroei. De optimalisatie van vliegashoeveelheid is dus van groot belang bij het ontwerpen van ECC-mengsels. Daarbij komt dat de vliegas op oudere leeftijd verder kan blijven reageren en zo de zelfheling van scheuren kan verbeteren.

De keuze voor type F vliegas gebeurt omwille van twee redenen. Dit type vliegas is wijd verkrijgbaar, hetgeen praktisch is en weinig energie-intensief (i.e. minder naverwerking) vergeleken met bodemas en fijne vliegas. Micromechanische analyse toonde ook aan dat het gebruik van vliegas resulteert in een toename van vezel-matrix tussenfase wrijving, welke op zijn beurt verantwoordelijk is voor fijnere scheurwijdtes en een toename in meervoudige scheurvorming. Dit laatste is voornamelijk te wijten aan de secundaire hydratatie die vliegas levert en de daardoor dichtere matrix.

## 2.7.2 Zand (V. C. Li et al., 2001)

Zand heeft meerdere impacten op de micromechanische eigenschappen. Een hogere hoeveelheid aggregaten zal de matrixtaaiheid doen stijgen door de hogere energieconsumptie van de gekronkelde scheurpaden. Een hoge zandhoeveelheid kan anderzijds ook de energie reduceren om een nieuwe scheur te vormen, aangezien de bindingsenergie tussen zanddeeltjes en cement lager is dan deze binnen cement zelf.

Hoge zandfracties kunnen ook hoge interface wrijving veroorzaken en ernstigere beschadiging van de vezeloppervlakken, hetgeen de overbruggingseigenschappen zou verslechteren. Daarnaast heeft onderzoek aangewezen dat een hogere zandfractie in combinatie met vezels de matrixporositeit aanzienlijk kan vergroten (Akkaya et al., 2000). Dit heeft ook een effect op de pseudo-strain hardening aangezien vele voorbestaande microdefecten met een kleine korrelverdeling leidt tot meervoudige scheurvorming.

## 2.7.3 Toevoegsels

In sommige gevallen leveren toevoegsels bijkomende verbeteringen op bij het ontwerp van ECC's. Sisomphon et al. (2012) testten een kristallijn toevoegsel, bestaande uit synthetisch cementmateriaal met reactieve silica en kristallijne katalysatoren. De reactieve componenten reageren in een vochtige omgeving met Ca(OH)<sub>2</sub> om kristallijne producten te vormen die de poriën en scheuren vullen. Het hoofddoel hiervan is om de waterdichtheid te vergroten en lekken tegen te houden. Dit toevoegsel is bovendien geclassificeerd als een hydrofiel dichtingsmateriaal. Ook testten ze een tweede toevoegsel op basis van calcium sulfoaluminaat met expansieve eigenschappen, commercieel veelal gebruikt voor krimpcompensatie. De toevoegsels werden beperkt tot 1,5% en 10% van de cementmassa voor de kristallijne en de expansieve toevoegsels respectievelijk.

De toevoegsels zorgden voor een volledige dichting van scheuren van 250-400  $\mu m$  en een snellere reductie van de permeabiliteit in vergelijking met autogene zelfheling. Bovendien leverden de toevoegsels een hogere pH aan het mengsel hetgeen de calcietprecipitatie in de hand werkte (Edvardsen, 1999).

# 3 Materialen en methoden

## 3.1 Materialen

## 3.1.1 Algemeen

De gebruikte materialen bij het maken van de cementcomposieten waren: type I portlandcement (CEM I 52,5 N), vliegas ASTM-klasse F (OBBC), kwartszand M34 (Sibelco) met een mediane korrelgrootte  $D_{50} = 170 \ \mu m$ , superplastificeerder/waterreduceerder Glenium 51 (conc. 35%) met een massadichtheid van 1,1 kg/l, water en een hoeveelheid van een type vezel. De superplastificeerder (SP) is gebaseerd op een chemische keten van polycarboxylaat ethers en dient om een voldoende verwerkbaarheid te bekomen van de composietmengsels.

De chemische samenstellingen van de gebruikte types Portlandcement, vliegas en kwartszand staan weergegeven in Tabel 6.

	CEM I 52,5 N	Vliegas type F	Kwartszand M34
CaO	63,12	2,47	0,02
SiO <sub>2</sub>	18,73	49,34	99,0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,94	24,55	0,60
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,99	6,23	0,07
SO₃	3,07	0,30	-
MgO	1,02	1,73	-
K <sub>2</sub> O	0,77	3,84	0,30
Na₂O	0,41	0,52	-
TiO <sub>2</sub>	-	-	0,06

Tabel 6: Samenstelling [m%] van het gebruikte cement, vliegas en zand (De Belie et al., 2010; Sibelco, 2010)

## 3.1.2 Vezels

Er werden in totaal vijf vezeltypes bestudeerd, zie Tabel 7. Meer bepaald kwamen er vier natuurlijke vezels aan bod, alsook één synthetische vezel ter referentie.

	-				
Basismateriaal	Vezeltype	Afkorting	$ ho_f$	$l_f$	Oorsprong
			[kg/m <sup>3</sup> ]	[mm]	
Vlas	Technisch	TV	± 1500	-	Debruyne nv
Vlas	Gecottoniseerd	CV	± 1500	-	Debruyne nv
Hennep	Groen	NH	± 1500	-	Galle Linen nv; Inagro
Hennep	Licht geroot	GH	± 1500	-	Galle Linen nv; Inagro
Polyvinylalcohol	Kuralon K-II	PVA	1300	8	Kuraray

Tabel 7: Vezeloverzicht

#### 3.1.2.1 Natuurlijke vezels

Binnen de natuurlijke vezels waren er twee vezeltypes op basis van vlas, namelijk de technische vlasvezels en de gecottoniseerde vlasvezels. De gecottoniseerde vezels hebben een beduidend kleinere diameter ten opzichte van de technische vezels wegens het ondergane verwerkingsproces, zie ook paragraaf 2.6.5.3. De gebruikte vlas was afkomstig van het bedrijf Debruyne nv, gelegen te Ardooie. Figuur 20 en Figuur 21 geven respectievelijk een beeld weer van deze vezels.



, Figuur 20: Technische vlasvezel, algemeen (a) en detail (b)



Figuur 21: Gecottoniseerde vlasvezel, algemeen (a) en detail (b)

De overige natuurlijke vezels waren afkomstig van hennepgras, type Santhica 27. Het ging hier meer bepaald om groene of niet-gerote hennepvezels (NH) en licht gerote hennepvezels (GH), zie ook respectievelijk Figuur 22 en Figuur 23. Het mechanisch losmaken van de vezels gebeurde door het hennepmateriaal vooraf tweemaal te zwingelen in een turbine. De invloed van het rootproces staat beschreven in paragraaf 2.6.5.2. De hennepvezels kenden hun oorsprong bij de onderneming Galle Linen nv, gevestigd te Wielbeke, in samenwerking met Inagro, de West-Vlaamse organisatie voor onderzoek en advies in land- en tuinbouw.



Figuur 22: Niet-gerote hennepvezel, algemeen (a) en detail (b)



Figuur 23: Gerote hennepvezel, algemeen (a) en detail (b)

Het beschikbare vezelmateriaal van zowel hennep als vlas bestond uit zeer ruwe verwikkelde klodden van lange onversneden vezels met nog veel natuurlijke verontreinigingen. De vezels moesten dus uiteraard eerst nog handmatig worden gereinigd en verknipt alvorens gebruikt te worden, zie ook paragraaf 3.3.1.1.

Voor verdere informatie over de algemene aard en de verwerking van de natuurlijke vezels wordt verwezen naar paragraaf 2.6.

## 3.1.2.2 Synthetische vezel

De gehanteerde synthetische vezel was een PVA-vezel met lengte 8 mm afkomstig van het Japanse bedrijf Kuraray, met als technische naam Kuralon K-II (RSC 15x8). Deze vezels waren gecoat met 1,2 m% olie ter verbetering van de micromechanische eigenschappen in cementcomposieten, zie ook paragraaf 2.5.2. Figuur 24 geeft beelden weer van deze PVA-vezel.



(a) (b) Figuur 24: PVA-vezel, algemeen (a) en detail (b)

## 3.1.3 Chemische substanties

Tabel 8 geeft de substanties weer welke gebruikt zijn bij de chemische behandeling van de natuurlijke vezels.

	•	-
Substantie Commentaar		Oorsprong
Aceton	Zuiverheid min. 99%	BDH Prolabo, VWR
Si-Prime	Impregnerende silaanprimer	Klaas Coatings Pty Ltd
Benzoylperoxide	Korrelvorm, 25% waterinhoud	Merck Schuchardt OHG
Azijnzuur	Concentratie 90%	BDH Prolabo, VWR
Zwavelzuur	Concentratie 98%	BDH Prolabo, VWR
Natriumhydroxide	Korrelvorm, zuiverheid min. 97%	BDH Prolabo, VWR
Azijnzuuranhydride	Oplossing, zuiverheid min. 96%	BDH Prolabo, VWR

# 3.2 Mengsels en proefstukken

## 3.2.1 Basissamenstelling

Met behulp van de materialen vermeld in paragraaf 3.1 werd een cementmortel gemaakt. De gebruikte samenstelling is deze toegepast door Snoeck en De Belie (2012). Deze is op haar beurt gebaseerd op de samenstelling van V. C. Li (2008) en E.-H. Yang (2008), ontwikkeld voor een vezelinhoud van twee volumeprocent (vol.%) PVA. Tabel 9 geeft voor deze beide samenstellingen de hoeveelheden van de gebruikte materialen weer per kubieke meter mortel.

Materialen	V. C. Li (2008); EH. Yang (2008)	Snoeck en De Belie (2012)
Cement	578 kg/m <sup>3</sup>	571 kg/m <sup>3</sup>
Vliegas	694 kg/m <sup>3</sup>	685 kg/m <sup>3</sup>
Zand	462 kg/m <sup>3</sup>	456 kg/m <sup>3</sup>
Water	319 kg/m <sup>3</sup>	332 kg/m <sup>3</sup>
SP	17 kg/m <sup>3</sup>	5 – 15 kg/m <sup>3</sup> *
Vezels	2 vol.%	0,5 – 2 vol.%**

**Tabel 9: Samenstelling cementmortel** 

\* Hoeveelheid SP afhankelijk van vezelinhoud

\*\* Variërende vezelinhoud

De toegevoegde hoeveelheid superplastificeerder werd in deze thesis beperkt tot 0,5 liter – 1,6 liter per 100 kg cement en vliegas, afhankelijk van de toegepaste vezelinhoud (BASF, 2009). Praktisch komt dit dus neer op 6,28 kg – 20,10 kg; of 6,91 kg – 22,11 kg per kubieke meter cementcomposiet.

## 3.2.2 Proefstukken

Per proefreeks werden zes proefstukken gemaakt, waarvan er steeds minimum drie onderzocht werden. De proefstukken bestonden uit langwerpige prisma's met afmetingen 160 mm x 40 mm x 10 mm.

Tabel 10, 11, 12 en 13 zullen een overzicht weergeven van de bestudeerde mengsels. Het systeem van de gebruikte afkortingen wordt met een voorbeeld in Figuur 25 toegelicht.



Figuur 25: Voorbeeldafkorting mengsels met toelichting

#### 3.2.2.1 Mengsel met synthetische vezels

Ter referentie voor de cementcomposieten met natuurlijke vezels werd een PVA-mengsel (**PVA 2**) gemaakt met 2 vol.% vezels. Hierbij werd 1,1 liter superplastificeerder per 100 kg cement en vliegas toegevoegd of dus 15 kg per m<sup>3</sup> cementcomposiet.

## 3.2.2.2 Invloed van primaire vezelparameters

In eerste instantie werden de invloed van de drie primaire vezelparameters bestudeerd voor de mengsels met natuurlijke vezels, namelijk:

- Vezeltype;
- Vezellengte;
- Vezelinhoud.

Het vezeltype varieerde tussen de vier basisvezels vermeld in 3.1.2.1, namelijk **TV**, **CV**, **NH** en **GH**. De vezellengte nam waarden aan van 0,5 cm (**A**), 1 cm (**B**) en 2 cm (**C**). De vezelinhoud varieerde tussen 0,5 vol.%, 1 vol.% en 2 vol.%.

Hierbij werd de hoeveelheid superplastificeerder per mengsel aangepast zodanig dat er een schudmaat verkregen werd met waarde overeenkomstig aan deze van een standaardmengsel met 2 vol.% PVA-vezels, zie bovenstaande paragraaf 3.2.2.1.

Er werd één mengsel gemaakt met 1,5 vol.% aan vezels (**CV 1,5 A**). Tabel 10 geeft een overzicht van de overige primaire mengsels.

Proefreeks	SP [l/m <sup>3</sup> ]	Proefreeks	SP [l/m <sup>3</sup> ]
TV 0.5 A	10.05	NH 0.5 A	8.04
TV 1 A	15.07	NH 1 A	15.07
TV 2 A	20,10	NH 2 A	20,10
TV 0,5 B	10,05	NH 0,5 B	8,79
TV 1 B	15,07	NH 1 B	15,07
TV 2 B	20,10	NH 2 B	20,10
TV 0,5 C	10,08	NH 0,5 C	8,79
TV 1 C	15,07	NH 1 C	15,07
TV 2 C	20,10	NH 2 C	20,10
CV 0,5 A	8,79	GH 0,5 A	8,79
CV 1 A	15,07	GH 1 A	15,07
CV 2 A	20,10	GH 2 A	20,10
CV 0,5 B	8,79	GH 0,5 B	8,79
CV 1 B	15,07	GH 1 B	15,07
CV 2 B	20,10	GH 2 B	20,10
CV 0,5 C	8,79	GH 0,5 C	8,79
CV 1 C	15,07	GH 1 C	15,07
CV 2 C	20,10	GH 2 C	20,10

Tabel 10	): Primaire	mengsels	natuurlijke	vezels
----------	-------------	----------	-------------	--------

#### 3.2.2.3 Invloed van prehydratatie van de natuurlijke vezels

De gehanteerde methoden om de vezels te bevochtigen staan verderop beschreven in paragraaf 3.3.2.1.

## 3.2.2.3.1 Maximale prehydratatie

De natuurlijke vezels werden eerst goed bevochtigd met extra water en vervolgens ingemengd (H). De vezellengte bedroeg hierbij 2 cm en de vezelinhoud had een waarde 0,5 vol.%. Tabel 11 geeft de onderzochte mengsels weer, alsook de waarden van de toegevoegde hoeveelheid water per gram vezels en de resulterende hoeveelheid water per kubieke meter composiet.

<b>Tabel 11: Mengsels</b>	met onbehandelde,	maximaal	voorbevochtigde vezels

Proefreeks	SP [l/m³]	Extra water [g/g]	Water [l/m <sup>3</sup> ]
TV 0,5 C - H	8,79	7,20	386
CV 0,5 C - H	7,54	9,03	400
NH 0,5 C - H	6,28	5,27	372
GH 0,5 C - H	6,28	3,70	360

#### 3.2.2.3.2 Minimale prehydratatie

Bij deze mengsels werd een minimale hoeveelheid aan water toegevoegd aan de vezels voorafgaand aan het mengen (h). Voor de vezellengte werd 2 cm aangenomen. Deze methode liet toe om mengsels met verhoogde vezelinhouden van 1,5 vol.% en zelfs 2 vol.% te vervaardigen. De gemaakte mengsels staan weergegeven in Tabel 12, samen met de hoeveelheden gebruikt water.

Proefreeks	SP [l/m³]	Extra water [g/g]	Water [l/m <sup>3</sup> ]
TV 1,5 C - h	20,10	±1	±355
CV 1,5 C - h	15,07	±1	±355
NH 1,5 C - h	20,10	±1	±355
GH 1,5 C - h	15,07	±1	±355
TV 2 C - h	20,10	±1	±362
CV 2 C - h	20,10	±1	±362
NH 2 C - h	20,10	±1	±362
GH 2 C - h	20,10	±1	±362

Tabel 12: Mengsels met onbehandelde, minmaal voorbevochtigde vezels

## 3.2.2.3.3 Prehydratatie in mengwater

Eén mengsel werd getest waarbij de vezels maximaal werden voorbevochtigd met behulp van het beschikbare mengwater ( $H^*$ ). Er werd gekozen voor composietmengsel met een vezel uit technisch vlas met een vezellengte van 2 cm en een vezelinhoud van 2 vol.% ( $TV 2 C - H^*$ ).
#### 3.2.2.4 Invloed van vezelbehandelingen

Ter verbetering van de micromechanische vezelkarakteristieken werden een aantal chemische behandelingen toegepast op de natuurlijke vezels. Hierbij werd een vezellengte van 2 cm (**C**) aangenomen en een vezelinhoud van 2 vol.%. De vezels werden steeds voorafgaand aan het mengen minimaal gehydrateerd (**h**). Door de hoge vezelinhoud bleef het noodzakelijk om een maximale hoeveelheid superplastificeerder toe te voegen of dus 20,10 l/m<sup>3</sup>.

De toegepaste vezelbehandelingen zijn de volgende, zie ook paragraaf 3.3.2:

- Silaanbehandeling (S)
- Peroxidebehandeling (P)
- Alkalisatie met 2 m% NaOH (N2)
- Alkalisatie met 6 m% NaOH (N6)
- Alkalisatie met 10 m% NaOH (N10)
- Zuurbehandeling (Z)
- Anhydridebehandeling (AH)

Tabel 13 geeft een overzicht van de gemaakte proefreeksen met chemisch behandelde natuurlijke vezels.

Tabel	13:	Mengsels	behandelde	vezels
-------	-----	----------	------------	--------

Proefreeks	SP [l/m³]
TV 2 C – h – S	20,10
CV 2 C – h – S	20,10
NH 2 C – h – S	20,10
GH 2 C – h – S	20,10
TV 2 C – h – P	20,10
CV 2 C – h – P	20,10
NH 2 C – h – P	20,10
GH 2 C – h – P	20,10
TV 2 C – h – N2	20,10
CV 2 C – h – N2	20,10
NH 2 C – h – N2	20,10
GH 2 C – h – N2	20,10
TV 2 C – h – N6	20,10
CV 2 C – h – N6	20,10
NH 2 C – h – N6	20,10
GH 2 C – h – N6	20,10
TV 2 C – h – N10	20,10
CV 2 C – h – N10	20,10
NH 2 C – h – N10	20,10
GH 2 C – h – N10	20,10

SP [l/m³]	
20,10	
20,10	
20,10	
20,10	
20,10	
20,10	
20,10	
20,10	

# 3.3 Methoden

## 3.3.1 Natuurlijke vezels algemeen

### 3.3.1.1 Verdere verwerking natuurlijke vezels

Het te gebruiken natuurlijke basismateriaal van de vezels was in oorsprong nog zeer ruw en verontreinigd. Het materiaal moest eerst en vooral handmatig ontdaan worden van talrijke onreinheden zoals houtachtige plantresten, takjes, zaden, gras, aarde, leem, steentjes, gruis, etc. Vervolgens werden de individuele vezels uit de kluwen ontward en evenwijdig gelegd. Tenslotte konden de lange evenwijdig geplaatste vezels met schaar en regel verknipt worden tot korte vezels met een lengte van 0,5 cm, 1 cm of 2 cm.

Figuur 26 geeft een voorbeeld van het uitzicht van onverwerkte en verder verwerkte TV-vezels, lengte 2 cm.



Figuur 26: Onverwerkte TV-vezels (a) en verder verwerkte TV-vezels, lengte 2 cm (b)

### 3.3.1.2 Bepaling volume natuurlijke vezels

Het bepalen van een zeker volume droge vezels is niet eenvoudig. Een accurate methode is het gebruik van een gaspyknometer, waarbij het volume van een hoeveelheid vezels zeer precies kan bepaald worden. Een eenvoudiger methode gebeurt echter aan de hand van de massadichtheid, waardoor volumes gravimetrisch kunnen worden bepaald.

Hiertoe is het van belang een correcte massadichtheid te gebruiken. Uit de literatuurwaarden bleek voor zowel de vlas- als de hennepvezels een waarde 1,5 g/cm<sup>3</sup> veelvuldig voor te komen. Deze waarde werd aldus voor alle vezels gebruikt bij het bepalen van de benodigde volumes.

Het wegen van de droge vezels gebeurde met behulp van de weegschaal Mettler-Toledo AG 204 (W15), zie Figuur 27. Deze weegschaal heeft een nauwkeurigheid van 0,1 mg voor massa's tot 81 gram en een nauwkeurigheid van 1 mg voor massa's tot 210 gram.



Figuur 27: Weegschaal Mettler-Toledo AG 204 (W15)

### 3.3.2 Prehydratatie en chemisch behandelen van natuurlijke vezels

Een behandeling van een natuurlijke vezel gebeurde steeds na verder verwerken en verknippen zoals uiteengezet in paragraaf 3.3.1.1. Vooraf vond een afweging van de droge hoeveelheid vezels plaats, gebruikmakend van de Mettler-Toledo AG 204 (W15). Bij de chemische behandelingen, beschreven in paragraaf 3.3.2.2 tot 3.3.2.6, werd gebruik gemaakt van de substanties vermeld in paragraaf 3.1.3. Na de behandeling werd een zeker volume van de vezels ingemengd in de composietmengsels, beschreven in paragraaf 3.2.2, volgens de procedure uiteengezet in paragraaf 3.3.3.1. Bovendien werd van deze chemisch behandelde vezels steeds een hoeveelheid bewaard om de effecten op het sterktegedrag van de vezels te onderzoeken, zie verder paragraaf 3.3.6.

### 3.3.2.1 Prehydratatie van de vezels

Door de sterk hydrofiele aard van de natuurlijke vezels namen deze tijdens de menging steeds een grote hoeveelheid van het mengwater op. Dit zorgde voor een aantal nadelen zoals een lage verwerkbaarheid en moeilijkheden bij het inmengen van hogere vezelinhouden. Voornamelijk bij mengsels met verhoogde vezelinhoud (1,5 vol.% - 2 vol.%) bleek het interessant te zijn om de vezels vooraf te bevochtigen.

### 3.3.2.1.1 Maximale prehydratatie

Na de afweging van de geknipte en verwerkte vezels in droge toestand werden de vezels ondergedompeld in kraantjeswater zodanig dat een verzadigde toestand ontstond. De hoeveelheid water opgenomen door de vezels werd niet weerhouden van de standaardhoeveelheid mengwater (332 kg/m<sup>3</sup>). De vezels werden vervolgens op de normale wijze ingemengd, zie paragraaf 3.3.3.1.

### 3.3.2.1.2 Minimale prehydratatie

Initieel gebeurt hetzelfde als bij voorgaande methode: vooraf verwerkte, geknipte, gewogen en eventueel chemisch behandelde vezels werden verzadigd met (extra) kraantjeswater. Deze hoeveelheid water werd opnieuw niet weerhouden van de voorziene hoeveelheid mengwater. Daarna werden de verzadigde vezels handmatig uitgeperst, zodat er slechts een minimum aan vocht in de vezels overbleef. Hierbij werd steeds bijzonder voorzichtig te werk gegaan, zodat de vezels geen beschadiging opliepen. Het via deze methode minimaliseren van de extra hoeveelheid vocht zorgde ervoor dat de vezels een minimum aan mengwater absorbeerden, waardoor de W/C-factor van het mengsel slechts weinig wijzigde door toegevoegd water.

Deze voorbevochtigde vezels ondergingen onmiddellijk hierna een identiek mengproces als beschreven in paragraaf 3.3.3.1.

### *3.3.2.1.3 Minimale prehydratatie in het mengwater*

Deze methode is identiek aan deze beschreven in voorgaande paragraaf, behalve dat de voorbevochtiging gebeurt in het water voorzien voor de menging van het cementcomposiet. Het door de vezels geabsorbeerde water verdwijnt dus rechtsreeks uit de hoeveelheid mengwater. Concreet betekent dit dat de totale hoeveelheid water in de cementmortel ongewijzigd blijft ten opzichte van mengsels zonder prehydratatie. Het verschil is echter dat de vezels reeds nat zijn alvorens ingemengd te worden, hetgeen de verwerkbaarheid kan verbeteren.

### 3.3.2.2 Behandeling met silaanbindmiddel

Een vooraf afgewogen hoeveelheid verknipte natuurlijke vezels werd verzadigd met het silaanbindmiddel Si-Prime (zie paragraaf 3.1.3). Het silaanbindmiddel werkte gedurende een periode van één uur in op deze vezels, waarna deze laatste overvloedig werden uitgespoeld met water. Vervolgens droogden de vezels gedurende 24 uur bij 20°C en werden ze in een composietmengsel ingemengd.

### 3.3.2.3 Alkalisatie

Door het oplossen van natriumhydroxide in water ontstaat een oplossing, beter gekend als natronloog. De hoeveelheid op te lossen natriumhydroxide werd via gravimetrie bepaald om natronloog met drie verschillende concentraties van 2 m%, 6 m% en 10 m% te bekomen.

Vooraf klaargemaakte, droog gewogen vezels weekten gedurende een periode van 48 uur in deze oplossingen, waarna ze veelvuldig gespoeld werden met water. Dit spoelen gebeurde tot het uitspoelwater pH-neutraal was. Hierna droogden de vezels gedurende 24 uur bij 20 ± 2°C. Tenslotte werden ze vermengd in een composietmengsel.

#### 3.3.2.4 Behandeling met benzoylperoxide

De behandeling met benzoylperoxide gebeurde volgens de methodiek beschreven door Joseph et al. (1996). Gekende hoeveelheden vezels werden in een eerste fase geweekt in natronloog met een concentratie van 10 m% gedurende één uur en gespoeld. Vervolgens werden de vezels in een oplossing van 6 m% benzoylperoxide in aceton geplaatst, gedurende 30 minuten. Het bepalen van de concentratie van deze oplossing gebeurde opnieuw gravimetrisch, rekening houdend met de hygroscopische vochtinhoud van 25% in de peroxidekorrels. Na uitspoeling droogden de vezels gedurende 24 uur bij  $20 \pm 2^{\circ}$ C.

### 3.3.2.5 Behandeling met zuur

Een gekende vezelhoeveelheid weekte gedurende één uur in een azijnzuuroplossing met concentratie 90%. De vezels werden uitgespoeld tot het spoelwater pH-neutraal was. Hierna droogden de vezels gedurende 24 uur bij  $20 \pm 2^{\circ}$ C.

### 3.3.2.6 Acetylering

De acetylering van de natuurlijke vezels gebeurde volgens de methode beschreven door Nair et al. (2001). Een eerste fase van de behandeling bestond erin de vezels te laten weken in een azijnzuuroplossing van 90% gedurende een periode van één uur en vervolgens in een oplossing van azijnzuuranhydride te plaatsen gedurende opnieuw één uur. In de anhydrideoplossing werden twee druppels geconcentreerde  $H_2SO_4$  toegevoegd om de acetyleringsreactie te versnellen. Na behandeling werden de vezels gespoeld tot neutraal spoelwater bekomen was en vervolgens gedroogd gedurende 24 uur bij 20 ± 2°C.

### 3.3.3 Produceren van de proefstukken

### 3.3.3.1 Mengprocedure

Het vervaardigen van mengsels uit cementmortel gebeurde steeds volgens een vaste procedure. Elk mengsel had een totaalvolume van 0,4 liter, hetgeen de vervaardiging van zes proefstukken per mengsel toeliet (zie formule 17).

$$6 \cdot 160 \ mm \cdot 40 \ mm \cdot 10 \ mm = 0,000384 \ m^3 = 0,384 \ l \tag{17}$$

Het afwegen van de materialen vermeld in paragraaf 3.1.1 gebeurde met behulp van de weegschaal Radwag WPS 4000/C/2 (W17) met uitzondering van de superplastificeerder en de vezels. De vezels werden droog gewogen met de Mettler-Toledo AG 204 (W15). Het volume superplastificeerder werd met behulp van een 20 ml spuit bepaald.

Na afweging van de materialen startte het mengen met behulp van de mortelmenger (Testing, Bluhm & Feuerherdt GmbH), te zien in Figuur 28.



Figuur 28: Mortelmenger Testing

Als eerste stap werden de afgewogen hoeveelheden cement en vliegas samen in de mengkom geplaatst en vermengd aan 140 toeren per minuut, gedurende 30 seconden. Vervolgens werd het water en de superplastificeerder toegevoegd, terwijl werd verder gemengd gedurende 30 seconden aan dezelfde snelheid. Hierna werd het zand toegevoegd en werd opnieuw 30 seconden lang verder gemengd. Nadien verhoogde de snelheid naar 285 toeren per minuut gedurende 30 seconden. Vervolgens stopte het mengen en gedurende 30 seconden werden de randen van de mengkom en de mengstang afgeschraapt. Hierna bleef het mengsel één minuut rusten. Daarna werden de vezels toegevoegd, terwijl er 30 seconden gemengd werd aan 140 toeren per minuut. Tenslotte verhoogde de snelheid naar 285 toeren per minuut. Tabel 14 geeft deze procedure samengevat weer.

Tijd [s]	Procedure	Snelheid [toeren/min]
30	Cement + vliegas	140
30	Water + SP	140
30	Zand	140
30	(verder mengen)	285
30	Afschrapen	-
60	Rusten	-
30	Vezels	140
60	(verder mengen)	285

#### Tabel 14: Mengprocedure

#### 3.3.3.2 Consistentie cementmortel testen

Om de consistentie en de verwerkbaarheid van de gefabriceerde cementmortel te testen werd gebruik gemaakt van schoktafel en kegel (Figuur 29). Deze test is gebaseerd op de norm NBN EN 1015-3 (1999) voor het bepalen van de schudmaat van mortel. De mal wordt met verse mortelspecie opgevuld en goed verdicht. Na 15 s wachten wordt de mal langzaam en verticaal opgelicht.

Vervolgens worden 15 schokken uitgevoerd aan een constante frequentie van één schok per seconde. Vervolgens wordt de diameter in twee loodrechte richtingen opgemeten tot op één mm nauwkeurig.



Figuur 29: Schoktafel (a) en kegel (b)

### 3.3.3.3 Verdere verwerking

De mortelspecie werd dan in mallen (Figuur 30) geplaatst om proefstukken met de gewenste afmetingen te bekomen, zie paragraaf 3.2.2. De gevulde mallen werden bewaard in een omgeving met relatieve vochtigheid van minstens 90% en een temperatuur van  $20 \pm 2$ °C. Afhankelijk van de vezelinhoud werden de uitgeharde proefstukken ontkist na 48 u of 72 u, respectievelijk bij vezelinhouden tot en met 1 vol.% en bij deze vanaf 1,5 v%. De ontkiste mortelprisma's werden vervolgens bewaard in bovenvermelde vochtige omgeving tot aan hun beproeving, 28 dagen na menging.



Figuur 30: Foto van een lege mal

### 3.3.4 Mechanisch testen van proefstukken

#### 3.3.4.1 Opmeten en wegen

De mortelprisma's werden voorafgaand aan hun beproeving opgemeten met behulp van de schuifmaat DS03 of DS03b, zie Figuur 31. Deze zijn nauwkeurig tot op 0,02 mm voor afmetingen kleiner dan 100 mm en tot op 0,03 mm voor afmetingen tussen 100 mm en 200 mm. De afmetingen van de prisma's werden telkens op drie plaatsen opgemeten, aan de randen en in het midden.



Figuur 31: Schuifmaat DS03b

De prisma's werden ook telkenmale gewogen met de weegschaal Radwag WPS 4000/C/2 (W17).

### 3.3.4.2 Uitvoering vierpuntsbuigproeven

Na 28 dagen uitharding werden de proefstukken onderworpen aan vierpuntsbuigproeven om de mechanische eigenschappen van de vezelversterkte cementcomposieten te bepalen. Per mengsel werden minimum drie proefstukken getest.

De vierpuntsbuigproef is beter geschikt om meervoudige scheurvorming te onderzoeken dan bijvoorbeeld een driepuntsbuigproef, waar het breukvlak op één locatie wordt opgelegd. De opstelling van de vierpuntsbuigproef, alsook de krachtswerking staan geschematiseerd in Figuur 32.



Figuur 32: Schematisering vierpuntsbuigproef (a) en krachtendiagramma (b)

De buigproeven werden uitgevoerd met behulp van de servohydraulisch aangedreven proefmachine W+B DB 250/15 (Walter+Bai AG), zichtbaar in Figuur 33. De sturing van de machine en het verkrijgen van de numerieke output gebeurde via het softwareprogramma Proteus<sup>®</sup> 10.1.



Figuur 33: Proefmachine Walter+Bai DB 250/15 (a) en opstelling vierpuntsbuigproef (b)

De buigproef gebeurde verplaatsingsgestuurd met een snelheid van 0,005 mm/s om een quasistatische belasting na te bootsen en om nauwkeurige resultaten te bekomen bij de minder sterke proefstukken. Het ontlasten gebeurde krachtsgestuurd aan 0,005 kN/s.

Aangezien het doel van de buigtesten erin bestond om meervoudige scheurvorming tot uiting te laten komen, werd niet tot een vaste rek beproefd. Anderzijds konden de prisma's niet tot breuk belast worden, daar de geteste proefstukken nadien nog aan zelfhelingsproeven werden onderworpen, zie paragraaf 3.3.5. Belasting tot breuk zou namelijk te grote scheurwijdtes opleveren, waardoor de zelfheling niet optimaal zou kunnen worden onderzocht. Algemeen werden de proefstukken daarom belast totdat er een duidelijk verwekingsgedrag werd waargenomen of een te langdurig gelijkblijvende spanning bij toenemende rek. Daarna werd de ontlastingscurve ingezet. Dit wordt verderop geïllustreerd in Figuur 35.

#### 3.3.4.3 Bepalen spanningen en rekken

De bekomen resultaten uit de vierpuntsbuigproef zijn krachten en verplaatsingen. Om de waarde van de buigtreksterkte te bepalen, wordt gebruik gemaakt van de volgende lineair elastische formule:

$$f_{ct} = \frac{M_{max}}{W} = \frac{\left(\frac{F_{max}}{2} \cdot \frac{L_2 - L_1}{2}\right)}{\left(\frac{b \cdot h^2}{6}\right)} = \frac{F_{max} \cdot L_0}{b \cdot d^2} \cdot 3$$
(18)

Waarbij geldt  $L_0 = (L_2 - L_1)/2$ . Op analoge wijze worden de optredende trekspanningen bepaald volgens de formule:

$$\sigma_{ct} = \frac{M}{W} = \frac{F \cdot L_0}{b \cdot d^2} \cdot 3 \tag{19}$$

De grootste momenten tijdens beproeving treden steeds uniform op tussen de twee middelste puntkrachten, zie Figuur 32. Hieruit volgt dat ook de grootste spanningen uniform optreden in

diezelfde zone. Meervoudige scheurvorming zal dus voornamelijk in het middendeel worden gesolliciteerd. Scheuren buiten deze zone zijn nog steeds mogelijk in zwakkere doorsneden.

De rek aan de onderzijde van het proefstuk kan geometrisch bepaald worden uit de verticale verplaatsingen. Hierbij wordt uitgegaan van een geïdealiseerde situatie met circulair gebogen deel gelegen tussen twee rechte delen, zie Figuur 34. Hierbij geldt volgend verband tussen de hoek  $\theta$  en de verticale verplaatsing u:

$$\theta = \arctan\left(\frac{u}{L_0}\right) \tag{20}$$

De straal van het gebogen middendeel is een functie van deze hoek  $\theta$ , zoals aangetoond in volgende formule:

$$R = \frac{L_1/2}{\sin \theta}$$
(21)

Tenslotte geldt dat de onderzijde van het middendeel een booglengte  $L_b$  heeft met waarde:

$$L_b = 2 \cdot \theta \cdot \left(R + \frac{d}{2}\right) = 2 \cdot \arctan\left(\frac{u}{L_0}\right) \cdot \left(\frac{L_1/2}{\sin(\arctan(u/L_0))} + \frac{d}{2}\right)$$
(22)

De rek, welke uitsluitend in het gekromde middendeel is ondersteld, kan dan bepaald worden volgens:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} = \frac{L_b - L_1}{L_1} \tag{23}$$



Figuur 34: Geïdealiseerde geometrie tijdens vierpuntsbuigproef

#### 3.3.4.4 Mechanische eigenschappen

De resultaten afkomstig uit Proteus<sup>®</sup> 10.1 betreffende krachten en verplaatsingen werden via formules 17 en 21 omgezet naar spanning-rekdiagrammen. Een typisch resultaat hiervan is weergegeven in Figuur 35.



Aan de hand van de aangeduide punten op dit diagram werden meerdere waarden afgeleid betreffende het geteste proefstuk:

- De eerste-scheursterkte  $\sigma_{fc}$  ( $\sigma_1$ );
- De rek bij eerste-scheursterkte  $\varepsilon_{fc}$  ( $\varepsilon_1$ );
- De buigtreksterkte  $\sigma_{cu}$  ( $\sigma_2$ );
- De rek bij buigtreksterkte  $\varepsilon_{cu}$  ( $\varepsilon_2$ );
- De spanning bij ontlasten  $\sigma_{ontl}$  ( $\sigma_3$ );
- De rek bij ontlasten  $\varepsilon_{ontl}$  ( $\varepsilon_3$ );
- De permanente rek  $\varepsilon_{perm}$  ( $\varepsilon_4$ );

Met behulp van deze waarden werden volgende karakteristieke eigenschappen berekend. De rek bij versteviging:

$$\varepsilon_{verst} = \varepsilon_2 - \varepsilon_1 = \varepsilon_{cu} - \varepsilon_{fc} \tag{24}$$

De elasticiteitsmodulus bij belasten :

$$E = \frac{\sigma_1 - \sigma_0}{\varepsilon_1 - \varepsilon_0} = \frac{\sigma_{fc}}{\varepsilon_{fc}}$$
(25)

De elasticiteitsmodulus bij ontlasten :

$$E_0 = \frac{\sigma_3 - \sigma_4}{\varepsilon_3 - \varepsilon_4} = \frac{\sigma_{ontl}}{\varepsilon_{ontl} - \varepsilon_{perm}}$$
(26)

Deze eigenschappen werden vervolgens ten opzichte van elkaar vergeleken en tegenover literatuurwaarden getoetst.

### 3.3.5 Zelfheling

### 3.3.5.1 Nat/droog-cycli

De geteste prisma's uit paragraaf 3.3.4 werden vervolgens aan nat/droog-cycli onderworpen om de zelfheling van de ontstane scheuren te stimuleren. Onderstaande foto geeft de gebruikte opstelling weer (Figuur 36). De gehanteerde cyclus bestond uit de continue afwisseling van twee fasen: een eerste (natte) fase van 12 uren met onderdompeling in kraantjeswater op kamertemperatuur ( $20 \pm 2^{\circ}$ C) en een tweede (droge) fase van 12 uren met blootstelling aan een relatieve vochtigheid van 60% bij 20 ± 2°C. De nat/droog-cycli werden voor elk proefstuk gedurende minstens 14 dagen aan één stuk uitgevoerd.



Figuur 36: Opstelling nat/droog-cycli

### 3.3.5.2 Microscopisch onderzoek

Het opmeten van de zelfheling gebeurde met behulp van microscopisch onderzoek. Een eerste onderzoek vond plaats onmiddellijk na het uitvoeren van een vierpuntsbuigproef om de initiële scheursituatie van de beproefde prisma's te kunnen kwantificeren. Na een aantal dagen behandeling met nat/droog-cycli werden de prisma's opnieuw onderzocht om de mate van zelfheling te bepalen. Alle proefstukken werden na 14 dagen microscopisch onderzocht. De proefstukken met onbehandelde, geprehydrateerde vezels, beschreven in paragraaf 3.2.2.3.2, en de proefstukken versterkt met PVA-vezels, werden vaker geanalyseerd. Gedurende de eerste week van de nat/droog-cycli werden deze meer bepaald om de twee dagen microscopisch onderzocht.

Het microscopisch onderzoek gebeurde steeds met behulp van de optische microscoop Leica S8 APO en DFC 295 camera, weergegeven in Figuur 37. De foto's werden digitaal verkregen via het programma Leica Application Suite<sup>®</sup> V3.7.

In de eerste plaats werden van elk prisma het aantal scheuren geteld, als kwantitatieve maat voor de meervoudige scheurvorming. Van elke individuele scheur werden vervolgens twee digitale beelden op een verschillende locatie gemaakt, waarna op elk beeld de scheur werd opgemeten op twee verschillende hoogtes. Uit de vier resulterende opmeetpunten kon vervolgens per scheur een gemiddelde scheurwijdte bepaald worden. Het opmeten van de scheuren gebeurde via de software MacBiophotonics ImageJ<sup>®</sup>. Door de scheuren te vergelijken in de initiële toestand en na nat/droog-cycli, kon bepaald worden in welke mate zelfheling was opgetreden.



Figuur 37: Stereomicroscoop Leica S8 APO en camera DFC 295

### 3.3.6 Vezelonderzoek

#### 3.3.6.1 Degradatieproeven

Door de aard van de natuurlijke vezels is biologische en chemische degradatie een wezenlijk aandachtspunt. Meer bepaald werd het gedrag van de vezels in een basische cementomgeving nagegaan. Om deze te testen werden twee proefreeksen uitgevoerd.

De eerste reeks degradatieproeven gebeurde op lange duur, waarbij de natuurlijke vezels gedurende zes maanden in een oplossing werden bewaard bij 20 ± 2°C in een lichtdichte omgeving. Deze omgevingsvoorwaarden zijn uiteraard van belang om geen bijkomende thermische en UV-degradatie te krijgen. Er werden drie substanties gebruikt qua oplossingen: mineraalwater (MW), gedemineraliseerd water (DEM) en cementfiltraat (CEM). Het cementfiltraat werd verkregen door 10 g Portlandcement (CEM I 52,5 N) toe te voegen per 100 g kraantjeswater en dit vervolgens continu te mengen gedurende minimum twee uur. Vervolgens werden de onopgeloste cementdeeltjes weggefilterd en werd gecontroleerd dat de zuurtegraad van het filtraat ±12,8 pH bedroeg. Tabel 15 geeft een overzicht van de degradatiemilieus op lange duur.

Vezeltype	Omgeving 1	Omgeving 2	Omgeving 3	Duur [maanden]
TV	MW	DEM	CEM	6
CV	MW	DEM	CEM	6
NH	MW	DEM	CEM	6
GH	MW	DEM	CEM	6

Tabel 15: Overzicht degradatieproeven op lange duur

Een tweede reeks degradatieproeven werd uitgevoerd op korte termijn, waarbij de vezels gedurende 28 dagen werden bewaard in een lichtdichte omgeving bij 20  $\pm$  2°C. Deze testen van korte duur hadden als doel de degradatie van de chemisch behandelde vezels, alsook het effect van een

basische cementomgeving op deze chemisch behandelde vezels te controleren. De referentievezels werden droog bewaard. Hiervoor werden ze eerst gedroogd gedurende 24 u in een oven op 40°C zodat er geen vocht aanwezig zou zijn welke biologische degradatie kan teweeg brengen. De overige vezels werden in cementfiltraat bewaard. Tabel 16 geeft een overzicht van deze degradatieproeven.

Vezeltype	/ezeltype Behandeling		Omgeving 2	Duur [dagen]
TV - S	Silaan	Droog	CEM	28
CV - S	Silaan	Droog	CEM	28
NH - S	Silaan	Droog	CEM	28
GH - S	Silaan	Droog	CEM	28
TV - P	Peroxide	Droog	CEM	28
CV - P	Peroxide	Droog	CEM	28
NH - P	Peroxide	Droog	CEM	28
GH - P	Peroxide	Droog	CEM	28
TV - N2	Alkalisatie (2 m%)	Droog	CEM	28
CV - N2	Alkalisatie (2 m%)	Droog	CEM	28
NH - N2	Alkalisatie (2 m%)	Droog	CEM	28
GH - N2	Alkalisatie (2 m%)	Droog	CEM	28
TV - N6	Alkalisatie (6 m%)	Droog	CEM	28
CV - N6	Alkalisatie (6 m%)	Droog	CEM	28
NH - N6	Alkalisatie (6 m%)	Droog	CEM	28
GH - N6	Alkalisatie (6 m%)	Droog	CEM	28
TV - N10	Alkalisatie (10 m%)	Droog	CEM	28
CV - N10	Alkalisatie (10 m%)	Droog	CEM	28
NH - N10	Alkalisatie (10 m%)	Droog	CEM	28
GH - N10	Alkalisatie (10 m%)	Droog	CEM	28
TV - Z	Zuur	Droog	CEM	28
CV - Z	Zuur	Droog	CEM	28
NH - Z	Zuur	Droog	CEM	28
GH - Z	Zuur	Droog	CEM	28
TV - AH	Anhydride	Droog	CEM	28
CV - AH	Anhydride	Droog	CEM	28
NH - AH	Anhydride	Droog	CEM	28
GH - AH	Anhydride	Droog	CEM	28

Tabel 16: Degradatieproeven op korte termijn

Na de degradatiebehandelingen van lange en korte duur werden de vezels onderzocht met behulp van microscopie en mechanisch getest via trekproeven, zoals verder beschreven staat in onderstaande paragrafen.

### 3.3.6.2 Trekproeven vezels

De van toepassing zijnde norm voor de trekproeven is deze volgens BISFA (Bureau International pour la Standardisation des Fibres Artificielles), welke internationaal overeengekomen testmethodes levert voor het beproeven van verscheidene soorten industriële vezels.

### 3.3.6.2.1 Voorbereidingen

De natuurlijke vezels werden vooraf gedurende 48 uur geacclimatiseerd in een omgeving met relatieve vochtigheid 60% en temperatuur 20 ± 2°C. Vezels welke bewaard werden in een waterige oplossing (e.g. cementfiltraat) werden eerst gedroogd in een oven op 40°C gedurende minimaal 24 uur en pas nadien geacclimatiseerd.

De vezels werden zorgvuldig met de hand geselecteerd, waarbij werd gelet op de intactheid van het vezeloppervlak. Bovendien werden steeds zeer fijne vezels gekozen, gezien de bijzonder hoge sterkte van de natuurlijke vezels anders niet meer meetbaar was met de beschikbare apparatuur. Er werden steeds minimum 30 vezels geselecteerd.

Het meten van de vezelfijnheid gebeurde gravimetrisch. Eerst werden de vezels op een vooraf bepaalde lengte geknipt en vervolgens gewogen met behulp van de weegschaal Mettler AE 240, zie Figuur 38. Deze weegschaal heeft een nauwkeurigheid van 0,02 mg voor massa's tot 41 gram en een nauwkeurigheid van 0,1 mg voor massa's tot 205 gram. Op deze wijze kon de fijnheid in dtex  $[10^{-1} \text{ mg/m}]$  worden opgemeten.



Figuur 38: Mettler AE 240

### 3.3.6.2.2 Mechanische beproeving

Het beproeven van de voorbereide vezels gebeurde met behulp van de TexTechno Favimat, een semi-automatische vezeltrekbank, weergegeven in Figuur 39. Hierbij werd een weegcel van 1200 cN gebruikt. De proefatmosfeer had een relatieve vochtigheid van 65% en een temperatuur van 20 ± 2°C. De resultaten van de metingen werden geëxtraheerd uit het bijhorende computerprogramma TexTechno Favimat Program<sup>®</sup>.



De te testen vezels werden handmatig, één per één geplaatst in de klemmen van het toestel, zie Figuur 40. Aan de onderzijde van de vezel werd een tijdelijk gewichtje vastgeklemd om te zorgen voor een correcte verticale positionering in de proefopstelling. De klemparameters werden analoog gekozen aan deze gebruikt door Degrauwe (2005):

- Inspanlengte: de aanbevolen lengte is 20 mm. Hier werd echter gekozen voor een lengte van 10 mm. Deze afstand komt beter overeen met de werkelijke belastingstoestand van de vezels bij overbrugging van een scheur in de cementmatrix. De gekozen afstand is bovendien in vele gevallen kleiner dan de lengte van de elementaire vezels, zie paragraaf 2.6.1.3, waardoor er minder op de lignopectine tussen de vezels wordt getrokken en meer op de vezels zelf. Bij grotere inklemmingslengtes falen de vezels door afschuiving tussen de elementaire vezels en bij lagere treksterktes;
- Voorspanning: de klemmen spannen de vezels aan met een zeker voorspanning. Bij deze proeven bedroeg deze spanning 0,5 ± 0,05 cN/tex;
- Belastingssnelheid: de trekproef gebeurde verplaatsingsgestuurd, waarbij de klemmen aan een snelheid van 5 mm/min bewogen;
- Slipeffect: een mogelijk probleem bij het uitvoeren van de trekproeven is slip van de vezel tussen de klemmen. Bij beperkte slip blijven de metingen betrouwbaar. De sliprestrictie die hier werd opgelegd via het computerprogramma was de volgende: indien tijdens de proef tien pieken werden vastgesteld met krachtverlies van meer dan 3% op de vezels, werden de resultaten niet in rekening gebracht. Ook werd bij zuivere slip de proef handmatig geannuleerd;
- Inklemkrachten: de inklemkrachten stonden hoger ingesteld dan bij BISFA-proeven, aangezien sommige natuurlijke vezels heel hoge sterkten vertoonden en bij lagere inklemkrachten enkel slip vertoonden.



Figuur 40: Detailbeeld ingeklemde vezel

#### 3.3.6.3 Mechanische eigenschappen

Via de software TexTechno Favimat Program<sup>®</sup> werden de kracht-verplaatsingdiagrammen bepaald van de geteste vezels. Aan de hand van de opgemeten fijnheden konden hieruit voor de individuele vezels spanning-rekdiagrammen worden afgeleid. Een voorbeeld van een dergelijk diagram wordt hieronder gegeven (Figuur 41).



Figuur 41: Spanning-rekdiagram vezel (TV) met karakteristieke punten

De mechanische eigenschappen van de vezels werden aan de hand van de karakteristieke punten op bovenstaande figuur door het programma bepaald:

- De treksterkte ( $\sigma_4$ );
- De breukrek ( $\varepsilon_4$ );
- De spanning bij vezelfalen ( $\sigma_5$ );
- De rek bij vezelfalen ( $\varepsilon_5$ );
- De spanning na 0,5% rek ( $\sigma_1$ );
- De spanning na 1% rek ( $\sigma_2$ );

- De spanning na 1,5% rek ( $\sigma_3$ );
- De elasticiteitsmodulus tussen 0,5% rek en 1% rek  $\left(\frac{\sigma_2 \sigma_1}{0.5\%}\right)$ ;
- De elasticiteitsmodulus tussen 1% rek en 1,5% rek  $\left(\frac{\sigma_3 \sigma_2}{0.5\%}\right)$ ;

De belangrijkste eigenschappen zijn de treksterkte, de breukrek en de elasticiteitsmodulus bij rek tussen 0,5-1% en 1-1,5%.

### 3.3.6.4 Microscopisch onderzoek

Het microscopisch onderzoek van de natuurlijke vezels gebeurde steeds met de stereomicroscoop Leica S8 APO en DFC 295 camera. Zowel de vezels onderworpen aan langdurige degradatieproeven als de chemisch behandelde vezels, onderworpen aan korte degradatieproeven werden onderzocht. Hierbij werden visuele eigenschappen zoals kleur en ruwheid van het vezeloppervlak nagegaan en vergeleken met referentievezels. Ook de gemiddelde diameter van de vezels werd opgemeten en vergeleken ter controle van de degradatie. Hiertoe werden per vezeltype minimaal 20 vezeldiameters opgemeten.

### 3.3.7 Statistische verwerking

De data geleverd door de vierpuntsbuigproeven, vezeltrekproeven en microscopische analyses werden steeds statistisch onderzocht met behulp van het programma SPSS Statistics<sup>®</sup> (IBM). Het significantieniveau bedroeg steeds 5%.

Het vergelijken van twee gemiddelden van onafhankelijke groepen gebeurde met behulp van een T-test, waaraan eerst een Levene's test vooraf ging om de gelijkheid van de varianties te bepalen. Controle van significante verschillen tussen meerdere gemiddelden gebeurde aan de hand van een variantieanalyse of ANOVA-test (Analysis of Variance). Om te kijken welke gemiddelden precies van elkaar verschilden werd vervolgens post-hoc een toets volgens Student-Newman-Keuls (S-N-K) gebruikt (bij homogene varianties) of een Dunnet's T3 test (bij niet-homogene varianties). Hieruit volgde een indeling van de gemiddelden in groepen welke significant van elkaar verschilden.

# 4 Resultaten en bespreking

# 4.1 Consistentie en verwerkbaarheid van de mortelspecie

## 4.1.1 Algemeen

Door het opmeten van de schudmaat werden objectieve waarden vastgelegd waarmee de consistentie van de verschillende cementmengsels onderling vergeleken kon worden. Vooreerst werd een referentiemengsel gemaakt met synthetische PVA-vezels, waarvan de schudmaat werd vastgelegd. De betreffende waarde (175 mm) duidde op een zeer plastisch, gemakkelijk verwerkbaar PVA-mengsel en werd vervolgens gebruikt als streefwaarde voor de schudmaat van de mengsels met natuurlijke vezels. Het verhogen of verlagen van de schudmaat van de mengsels met natuurlijke vezels gebeurde door de hoeveelheid gebruikte superplastificeerder te vergroten of te verminderen, binnen de toelaatbare grenzen.

### 4.1.1.1 Effect van droge vezelinmenging

Tijdens het vervaardigen van de primaire mengsels werd echter een bijzonder fenomeen opgemerkt wanneer de natuurlijke vezels (droog) werden ingemengd. De consistentie van dergelijke mengsels bleek, ondanks vergelijkbare waarden van de schudmaat, substantieel te verschillen van het referentiemengsel met PVA-vezels. Mengsels met droge inmenging waren namelijk zeer onplastisch en moeilijk te verwerken. Hierdoor gebeurde het plaatsen van de mortelspecie in de mallen bijzonder moeizaam. De specie moest handmatig geboetseerd worden in de holtes van de mallen. De verwerkbaarheid daalde bovendien met stijgende vezelinhoud.

Om het verwerken van de mengsels praktisch mogelijk te maken werd aldus de streefwaarde van de schudmaat verhoogd naar een waarde 190 mm. Dit verbeterde de situatie enigszins, al was de consistentie nog steeds niet vergelijkbaar met deze van het PVA-mengsel.

Bij droge inmenging met een hoge vezelinhoud (groter dan 1 vol.%) bleek de consistentie en de verwerkbaarheid zodanig slecht te zijn dat het vervaardigen van de proefstukken praktisch niet meer mogelijk was. De primaire mengsels met een vezelinhoud van 2 vol.% bleken allen te slecht verwerkbaar te zijn om in de mallen te plaatsen. Eén mengsel met een vezelinhoud van 1,5 vol.% (CV 1,5 A) had voldoende verwerkbaarheid.

# 4.1.1.2 Effecten van prehydratatie en natte vezelinmenging

Het bevochtigen van de vezels voorafgaand aan het mengen had een grote invloed op de consistentie van de vervaardigde mengsels.

Waar bijkomend water werd gebruikt, resulteerde de prehydratatie voorafgaand in twee effecten. Enerzijds werd -bij een gelijke hoeveelheid superplastificeerder- een veel grotere schudmaat bekomen dan voor eenzelfde mengsel zonder voorbevochtiging. Anderzijds zorgde dit voor een beduidend betere consistentie en verwerkbaarheid, vergelijkbaar met deze van een PVA-mengsel. Een gevolg hiervan was dat voor elk mengsel de hoeveelheid superplastificeerder kon verlaagd worden ten opzichte van een overeenkomstig mengsel met droge inmenging, terwijl toch een verbetering in consistentie mogelijk was. Een tweede gevolg was dat voor een gelijkblijvende hoeveelheid superplastificeerder de vezelinhoud merkelijk kon verhoogd worden, zonder een onverwerkbaar mengsel te bekomen. Om deze reden zijn alle mengsels met 2 vol.% natuurlijke vezels bekomen via een procedé van voorbevochtiging, zoals beschreven in paragraaf 3.3.2.1. De verbetering van de consistentie en de verhoging van de schudmaat waren aanwezig bij zowel de maximaal, als de minimaal geprehydrateerde vezels. Bij de maximale voorbevochtiging waren deze effecten echter veel sterker uitgesproken dan bij de minimale, door de grote hoeveelheid toegevoegd water.

Het bevochtigen van de vezels met een deel van het mengwater resulteerde in een licht verbeterde verwerkbaarheid, maar geen verhoging van de schudmaat. De voorkeur werd daarom gegeven aan prehydratatie met bijkomend water.

### 4.1.2 Vergelijking schudmaat

Aan de hand van de opgemeten waarden voor de schudmaat werden de mengsels onderling vergeleken op hun verwerkbaarheid

#### 4.1.2.1 Primaire mengsels

Figuur 42 geeft een overzicht van de bekomen schudmaten voor de primaire mengsels. Hierbij werd getracht een schudmaat met waarde 190 mm te bekomen om verdere verwerking mogelijk te maken, zie paragraaf 4.1.1.1. Er is evenwel een duidelijke variatie merkbaar, doordat de schudmaat niet accuraat op voorhand kon voorspeld worden. Mengsels met een aanvaardbare consistentie werden steeds verder verwerkt. Hierbij kan de schudmaat van **CV 1,5 A** als ondergrens beschouwd worden, namelijk 135 mm.



Figuur 42: Overzicht schudmaten primaire mengsels

De hoeveelheid toegevoegde superplastificeerder (in  $\ell$  per m<sup>3</sup> mortel) werd gevarieerd naargelang de vezelinhoud en het vezeltype. Zoals in onderstaande grafiek duidelijk te zien is, nam de toegevoegde hoeveelheid superplastificeerder toe in functie van de vezelinhoud en dit voor alle vezeltypes (Figuur 43).



Figuur 43: Hoeveelheid SP in functie van vezelinhoud

De schudmaat bleek echter niet enkel afhankelijk te zijn van de vezelinhoud en de toegevoegde hoeveelheid superplastificeerder. Ook het vezeltype speelde een belangrijke rol in de consistentie van het bekomen mengsel. Om het verband tussen vezeltype en consistentie aan te tonen kan een nieuwe karakteristiek geïntroduceerd worden: de relatieve schudmaat, welke de verhouding is van de schudmaat en de gebruikte hoeveelheid superplastificeerder per kubieke meter mortel. Hierdoor wordt de invloed van de hoeveelheid superplastificeerder weggewerkt en kan de invloed van het vezeltype duidelijk onderzocht worden. Een grafiek van de relatieve schudmaat in functie van de vezelinhoud en het vezeltype is in onderstaand diagram weergegeven (Figuur 44). Elke staaf van het diagram geeft de gemiddelde waarde weer van de relatieve schudmaat voor een zeker vezeltype bij een zekere vezelinhoud, waarbij ook de standaardafwijking van deze reeks is weergegeven.



Figuur 44: Relatieve schudmaat in functie van vezelinhoud

Er blijken telkens significante verschillen te zijn tussen de waarden van de relatieve schudmaat bij gelijke vezelinhoud. Een meervoudige vergelijkingstoets van Student-Newman-Keuls bepaalt dat bij een vezelinhoud van 0,5 vol.% de GH-mengsels significant verschillend zijn van de overigen. Voor een vezelinhoud van 1 vol.% en 2 vol.% blijken zowel NH-, als GH-mengsels significant van de andere mengsels te verschillen.

Er kan geconcludeerd worden dat mengsels met NH en GH zullen resulteren in een hogere effectieve schudmaat dan mengsels met TV of CV, indien de hoeveelheid superplastificeerder constant gehouden wordt. Mengsels met GH-vezels zullen hierbij de grootste schudmaat bereiken. De hennepvezels nemen minder water op, waardoor er meer mengwater overblijft om een verwerkbaar mengsel te leveren. Tussen TV- en CV-mengsels is er weinig verschil waar te nemen betreffende de schudmaat. De vlasvezels nemen bij het mengen dus een gelijkaardige hoeveelheid vocht uit het mengwater op.

Een tweede resultaat welke uit onderstaande grafiek kan worden afgelezen is de algemene verkleining van de relatieve schudmaat bij verhoging van de vezelinhoud. Dit betekent dat er geen recht evenredig verband bestaat tussen de hoeveelheid superplastificeerder en de bekomen schudmaat. De relatieve toename van de schudmaat per hoeveelheid superplastificeerder blijkt te verkleinen bij toename van de hoeveelheid vezels.

Tenslotte kan opgemerkt worden dat de standaardafwijkingen in de grafiek relatief kleine waarden aannemen. Elke reeks betreft mengsels van een zeker vezeltype en vezelinhoud, met een variërende vezellengte. De kleine standaardafwijkingen tonen aan dat de vezellengte weinig invloed heeft op de relatieve schudmaat en dus ook niet op de eigenlijke consistentie. Dit was ook te verwachten, aangezien de lengteverandering van de vezels geen invloed heeft op het volume vezels of op de specifieke oppervlakte ervan.

#### 4.1.2.2 Prehydratatie

Het toepassen van maximale vezelprehydratatie gebeurde op mengsels met 0,5 vol.% vezels met een vezellengte van 2 cm. Onderstaande grafieken (Figuur 45) geven de waarden weer van de bekomen schudmaten, alsook de relatieve gewichtvermeerdering van de vezels door het toegevoegde water  $(m_{nat}/m_{droog})$ . De waardevariaties bij de schudmaten zijn voornamelijk te wijten aan de verschillen in gebruikte hoeveelheden superplastificeerder en de toegevoegde hoeveelheid water. Aan de hand van de relatieve gewichtstoename kan besloten worden dat de vlasvezels meer water opnemen, waarbij CV-vezels de grootste waarden behalen. GH-vezels blijken dan weer het minst water op te kunnen nemen.



Figuur 45: Schudmaten maximale prehydratatie (a) en gewichtstoename vezels

Om de invloed van de hoeveelheid superplastificeerder te omzeilen en een vergelijking te maken met de droog ingemengde vezels wordt opnieuw de relatieve schudmaat beschouwd (Figuur 46). Hieruit blijkt dat voor alle vezeltypes de consistentie verbetert bij maximale prehydratatie. Dit effect is het minst uitgesproken bij GH-mengsels, hetgeen vermoedelijk te wijten is aan de lagere absorptie van water door GH-vezels.



Figuur 46: Relatieve schudmaten bij maximale prehydratatie en bij droge inmenging

De minimale prehydratatie bij chemisch onbehandelde vezels gebeurde op mengsels met vezelinhoud van 1,5 vol.% en 2 vol.% en vezellengte van 2 cm. Hierbij werd steeds gewerkt met dezelfde (maximaal toelaatbare) hoeveelheid superplastificeerder. Onderstaande grafiek geeft de schudmaten weer (Figuur 47). De massa toegevoegd water was voor alle vezeltypes gelijk aan de droge massa van de vezels. De mengsels met 2 vol.% hebben een lagere waarde voor de schudmaat dan deze met 1,5 vol.% vezels.



Figuur 47: Schudmaten mengsels met minimale prehydratatie

Tenslotte werd ook een mengsel getest met minimale prehydratatie in het mengwater (TV 2 C – h\*). Deze resultaten werden vergeleken met de waarden bij een TV-mengsel met gewone prehydratatie (TV 2 C – h) en een mengsel met droge inmenging (TV 2 C). Minimale prehydratatie in het mengwater resulteerde in een iets grotere schudmaat (110 mm) dan bij droge inmenging (105 mm), maar in een beduidend kleinere dan bij het gebruik van extra water (145 mm). Dit laatste is uiteraard zeer logisch, gezien het verhoogde watervolume.

#### 4.1.2.3 Chemische behandelingen

De mengsels met chemische behandelingen ondergingen allen eerst een minimale prehydratatie met extra mengwater. De waarden voor de gevonden schudmaten per chemische behandeling staan in

onderstaande grafiek weergegeven (Figuur 48). Er blijken slechts kleine onderlinge variaties op te treden. De schudmaten schommelen rond een gemiddelde waarde van 145 mm met een standaardafwijking van 9 mm. De chemische behandelingen zelf hebben geen merkbare invloed op de consistentie van de bekomen mengsels. De verschillen tussen de behandelingen waren nietsignificant (27,6%).



Figuur 48: Schudmaat per chemische behandeling

Indien de chemisch behandelde vezels vergeleken worden per vezeltype, blijken echter ook geen significante verschillen te bestaan (significantieniveau 24,6%). Algemeen blijken de hennepvezels gemiddeld hogere waarden te bekomen voor de schudmaat dan de vlasvezels, hetgeen overeenkomt met de lagere vochtabsorptie welke hierboven reeds werd aangehaald.

# 4.2 Verharding van de mortelspecie

### 4.2.1 Effect van vezeltype

Cementcomposieten met natuurlijke vezels kennen een vertraagde verharding door de verhindering van de hydratatiereactie, zie paragraaf 2.6.7. Dit effect werd duidelijk opgemerkt bij het ontkisten van de proefstukken. De mengsels met natuurlijke vezels kenden steeds een veel tragere verharding dan de mengsels met synthetische vezels. Om deze reden werd steeds minimum 48 uur gewacht alvorens de proefstukken (met natuurlijke vezels) te ontkisten.

Binnen de natuurlijke vezels kenden de mengsels met CV-vezels de snelste verharding, gevolgd door de TV-vezels. De hennepvezels kenden steeds een beduidend slechtere verharding ten opzichte van de vlasvezels. Er werd geen verschil waargenomen tussen de beide henneptypes. Schematisch gold er dus CV > TV > NH  $\approx$  GH.

### 4.2.2 Effect van vezelinhoud

Hoe hoger de ingemengde hoeveelheid natuurlijke vezels, hoe trager de verharding gebeurde. Omwille hiervan werden mengsels met een hogere vezelinhoud (1,5 vol.% en 2 vol.%) slechts na 72 uur ontkist.

# 4.3 Meervoudige scheurvorming

### 4.3.1 Algemeen

Het wezenlijke doel van het mengselontwerp was het verkrijgen van meervoudige scheurvorming bij belasting van het uitgeharde materiaal. Aan de hand van vierpuntsbuigproeven werd scheurvorming ingeleid via buigtrekspanningen. Uit het microscopisch onderzoek onmiddellijk na breuk kon bepaald worden hoeveel scheuren per proefstuk waren opgetreden en wat de gemiddelde scheurwijdte was. Het opgemeten aantal scheuren kon vervolgens gebruikt worden als kwantitatieve maat voor de meervoudige scheurvorming.

### 4.3.2 Referentiemengsel met PVA-vezels

Het referentiemengsel bestond uit een cementmortel met 2 vol.% PVA-vezels. Dit mengsel werd specifiek ontworpen met het oog op verstevigend gedrag in trek en het verkrijgen van meervoudige scheurvorming (V. C. Li, 2008; E.-H. Yang, 2008). De vervaardigde teststukken werden getest op een leeftijd van 28 dagen en vertoonden in alle gevallen meervoudige scheurvorming. Over zes beschouwde proefstukken werden er gemiddeld zes scheuren per proefstuk waargenomen, met een gemiddelde scheurwijdte van 35 µm. Het minimale aantal scheuren was drie; het maximale aantal was tien scheuren. Onderstaande figuur geeft een grafische weergave van de scheuren aan de onderzijde van het proefstuk met tien scheuren (Figuur 49). De horizontale streep geeft het midden aan van het proefstukoppervlak. De randaanduidingen tonen de locaties van de lastopleggingen.



# 4.3.3 Primaire mengsels

De mengsels waarin enkel de primaire vezelparameters werden gevarieerd bleken geen voldoende eigenschappen te vertonen om meervoudige scheurvorming te bekomen. Dit ondanks de aanwezige brugvorming van de vezels ter plaatse van de scheuren (Figuur 50a).



Figuur 50: Brugvorming vezels bij CV 1,5 A (a) en lokale scheursplitsing bij NH 1 C (b)

In nagenoeg alle gevallen bleek slechts één enkelvoudige scheur bekomen te zijn na belasting. In sommige gevallen werd zeer lokaal een splitsing van de scheur in meerdere deelscheuren opgemerkt (e.g. Figuur 50b). Dit fenomeen werd echter niet als meervoudige scheurvorming geclassificeerd.

Er was één enkele anomalie waarbij er wel meer dan één scheur optrad na belasting. Bij één getest proefstuk van de reeks **TV 1 C** werd meervoudige scheurvorming waargenomen. In totaal traden voor dat proefstuk zes individuele scheuren op met een gemiddelde scheurwijdte van 30 µm. De overige proefstukken van dezelfde reeks vertoonden echter elk slechts één scheur.

# 4.3.4 Prehydratatie bij onbehandelde vezels

Een essentieel probleem bij de primaire mengsels was de lage verwerkbaarheid bij hogere vezelinhoud. De vezelinhoud speelt echter een belangrijke rol in het verkrijgen van meervoudige scheurvorming. Door prehydratatie werd het mogelijk om proefstukken te vervaardigen met verhoogde vezelinhoud en genoeg verwerkbaarheid. De combinatie van prehydratatie en verhoogde vezelinhoud leverde in een aantal gevallen een beduidende verbetering van de hoeveelheid meervoudige scheurvorming.

### 4.3.4.1 Maximale prehydratatie met extra water

De maximale prehydratatie gebeurde bij een lage waarde van de vezelinhoud (0,5 vol.%). Het toegevoegde water gaf een betere verwerkbaarheid, maar zorgde niet voor meervoudige scheurvorming. In alle gevallen braken de proefstukken met een enkelvoudige scheur. Door het toegevoegde water was de omhullende matrix zwak en de lage vezelinhoud leverde onvoldoende brugwerking.

#### 4.3.4.2 Minimale prehydratatie met extra water

De mengsels met minimale prehydratatie benutten de verbeterde verwerkbaarheid om een hogere vezelinhoud van 1,5 vol.% en 2 vol.% op te leveren. Deze verhoogde vezelinhoud resulteert in betere materiaaleigenschappen om meervoudige scheurvorming te initiëren. Ter aanduiding geeft volgende foto opnieuw de brugvorming weer van de vezels in een scheur (Figuur 51).



Figuur 51: Brugvorming bij verhoogde vezelinhoud, CV 1,5 C - h

Tabel 17 geeft een overzicht van de bekomen resultaten voor de betreffende mengsels. Hierbij geeft  $w_{gem}$  de gemiddelde scheurwijdte (± standaardafwijking) en  $\varepsilon_{perm}$  de blijvende rek na belasting.

Mengseltype	Proefstuk	Scheuraantal	$w_{gem}$	$\varepsilon_{perm}$
		(-)	(µm)	(%)
TV 1,5 C - h	а	1	164 (±47)	0,39
TV 1,5 C - h	b	5	49 (±39)	0,60
TV 1,5 C - h	С	3	71 (±46)	0,64
CV 1,5 C - h	а	2	56 (±13)	0,26
CV 1,5 C - h	b	1	169 (±61)	0,24
CV 1,5 C - h	С	1	177 (±3)	0,32
NH 1,5 C - h	а	1	151 (±24)	0,26
NH 1,5 C - h	b	1	130 (±26)	0,25
NH 1,5 C - h	С	1	124 (±16)	0,30
GH 1,5 C - h	а	1	135 (±20)	0,38
GH 1,5 C - h	b	1	182 (±31)	0,48
GH 1,5 C - h	С	1	121 (±16)	0,53
TV 2 C - h	а	6	44 (±48)	1,03
TV 2 C - h	b	5	38 (±42)	0,62
TV 2 C - h	С	3	62 (±53)	0,51
CV 2 C - h	а	4	29 (±9)	0,32
CV 2 C - h	b	1	34 (±18)	0,15
CV 2 C - h	С	3	52 (±44)	0,31
NH 2 C - h	а	3	136 (±61)	0,76
NH 2 C - h	b	3	124 (±53)	0,97
NH 2 C - h	С	1	233 (±12)	0,40
GH 2 C - h	а	1	194 (±18)	0,37
GH 2 C - h	b	1	106 (±20)	0,29
GH 2 C - h	С	1	174 (±14)	0,36

Tabel 17: Overzicht scheurkarakteristieken (prehydratatie met extra water)

De (gemiddeld) beste meervoudige scheurvorming, d.i. 4,7 scheuren per proefstuk, werd bekomen voor de mengsels met TV-vezels met een vezelinhoud van 2 vol.%. Ook bij 1,5 vol.% TV-vezels worden reeds drie scheuren per proefstuk bekomen. De grote standaardafwijking geeft hier echter aan dat er veel variatie zit tussen de onderlinge proefstukken. Het verhogen van de vezelinhoud naar 2 vol.% heeft voor de TV-mengsels dus blijkbaar een positieve invloed op de meervoudige scheurvorming, gezien de hogere gemiddelde scheurwaarde. De technische vlasvezels hebben dus van nature uit een goede interactie met de cementmatrix om meervoudige scheurvorming te bekomen.

Ook de CV-mengsels gaven gemiddeld steeds meervoudige scheurvorming. Het aantal scheuren bij waarden van 2 vol.% vezelinhoud was gemiddeld echter dubbel zo groot als bij 1,5 vol.%. Het aantal scheuren bekomen bij CV-mengsels is duidelijk veel kleiner dan bij TV-mengsels. Een mogelijke verklaring is de veel lagere treksterkte van de CV-vezels in vergelijking met de TV-vezels, zie paragraaf 4.6.2.1. Hierdoor kunnen de vezels slechts beperkte brugwerking toelaten bij het openen van een scheur en zullen ze sneller breken bij verhoging van de last. Bij 2 vol.% vezels scheurden de proefstukken met NH-vezels gemiddeld meervoudig. Voor een vezelinhoud van slechts 1,5 vol.% scheurden de NH-proefstukken echter steeds enkelvoudig. De scheurvorming bij gerote hennep blijkt weinig te verbeteren bij verhoogde vezelinhoud. Voor zowel 1,5 vol.% als 2 vol.% GH-vezels trad er bij geen enkel proefstuk meervoudige scheurvorming op. De hennepvezels hebben dus een minder goede basistextuur om goede scheureigenschappen van de cementcomposieten te bekomen, waarbij de gerote vezels het slechtste gedrag vertonen. Desondanks zijn er geen significante verschillen tussen de treksterkte van de hennepvezels en de TV-vezels, zie paragraaf 4.6.2.1. Een mogelijke verklaring voor de slechtere scheurprestaties is dat de chemische binding G<sub>d</sub> tussen de hennepvezels en de cementmatrix onvoldoende is om vezelbrugwerking te induceren. De hennepvezels hebben namelijk een lagere cellulose-inhoud dan de vlasvezels, waardoor minder hydroxylgroepen aanwezig zijn voor binding dan bij vlas. De GH-vezels zijn bovendien gladder door het roten, waardoor er minder wrijving is en dus minder krachtsoverdracht.

Hoewel er voor elk vezeltype geen significant verschil is tussen het aantal scheuren voor 1,5 vol.% en voor 2 vol.%, is er toch een duidelijke trend merkbaar. Voor een grotere vezelinhoud treedt een gemiddeld groter aantal scheuren op bij beproeving. Enkel bij de GH-mengsels is dit niet het geval, aangezien daar geen enkele keer meer dan één scheur per proefstuk optrad.

Het is belangrijk op te merken dat bij de bovenstaande gevallen van meervoudige scheurvorming de resultaten voor nagenoeg geen enkel mengsel consistent waren, i.e. binnen elke reeks was er minimum één proefstuk dat nog steeds enkelvoudig scheurde bij beproeving. Een enkele uitzondering werd hierop waargenomen, namelijk het mengsel met 2 vol.% TV-vezels welke steeds meervoudige scheurvorming vertoonde.

Tabel 18 geeft de gemiddelde scheurwijdtes en permanente rekken weer voor de proefstukken met meervoudige scheurvorming. De scheurwijdtes bij het type mengsel **NH 2 C – h** zijn significant groter dan de scheurwijdtes bij de overige mengseltypes. Dit is wellicht een gevolg van het langer belasten tot een grotere uiteindelijke rek bij deze mengsels. Er blijkt namelijk dat de meervoudig gescheurde proefstukken van type **NH 2 C – h** tot een gemiddelde blijvende rek van 0,87% werden belast, terwijl bij **CV 2 C – h** bijvoorbeeld slechts een gemiddelde permanente rek van 0,31% werd geïnduceerd.

Daarentegen hebben NH 2 C – h en TV 2 C – h een vergelijkbare permanente rek, namelijk 0,87% en 0,72%, maar zijn de scheurwijdtes significant verschillend (significantieniveau 4%). Dit kan verklaard worden door de hoeveelheid scheuren per proefstuk. Die ligt gemiddeld bij TV 2 C – h namelijk veel hoger dan bij NH 2 C – h. Het scheurgedrag is dus beter bij TV 2 C – h, aangezien vele fijne scheuren gewenster zijn om zelfheling te bekomen dan enkele brede scheuren.

De mengsels van type **TV 1,5 C – h** en **CV 1,5 C – h** hebben nagenoeg dezelfde gemiddelde scheurwijdte, hoewel de meervoudig gescheurde proefstukken van type **TV 1,5 C – h** tot een gemiddelde rek van 0,62% belast zijn en deze van type **CV 1,5 C – h** slechts tot een rek van 0,26%. Dit kan verklaard worden doordat er bij **TV 1,5 C – h** een groter aantal scheuren per proefstuk bekomen werd. Hierdoor is de waarde van de totale rek dus groter, bij vergelijkbare scheurwijdte.

Mengseltype	TV 1,5 C - h	CV 1,5 C - h	TV 2 C - h	CV 2 C - h	NH 2 C - h
w <sub>gem</sub> (μm)	58 (±42)	56 (±13)	48 (±47)	39 (±31)	129 (±55)
$\boldsymbol{\varepsilon}_{perm,gem}$ (%)	0,62 (±0,02)	0,26 (±0)	0,72 (±0,28)	0,31 (±0,01)	0,87 (±0,15)

Tabel 18: Gemiddelde scheurwijdtes en permanente rek bij meervoudige scheurvorming

Er kan tenslotte nog een vergelijking gemaakt worden tussen de mengsels **CV 1,5 C** en **CV 1,5 C** – **h**. Deze hebben een identieke opbouw, op de minimale prehydratatie na. Ze bekomen echter sterk verschillende resultaten, aangezien enkel **CV 1,5 C** – **h** (gemiddeld) meervoudig scheurt. Hieruit volgt dat de prehydratatie niet enkel een middel is om meer vezels in de cementmortel te krijgen, maar dat het toegevoegde water een daadwerkelijke bijdrage levert aan de compositie van het mengsel. Het water in de vezels levert een betere interface op met de cementmatrix om meervoudige scheurvorming te verkrijgen.

### 4.3.4.3 Prehydratatie met mengwater

Het mengsel met prehydratatie met mengwater had 2 vol.% vezels en was van type  $TV 2 C - h^*$ . Dit mengsel resulteerde niet in meervoudige scheurvorming.

De vergelijking kan gemaakt worden met een gelijkaardig mengsel met prehydratatie met extra water, namelijk TV 2 C - h. Op de prehydratatiestap na zijn deze mengsels identiek. Het resultaat is echter drastisch verschillend, gezien de meervoudige scheurvorming enkel bij TV 2 C - h optreedt. Het extra toegevoegde water heeft dus een positieve invloed op de eigenschappen van de bekomen mortel.

### 4.3.5 Chemisch behandelde vezels

De mengsels met chemisch behandelde vezels hadden allen een vezelinhoud van 2 vol.% en een vezellengte van 2 cm. De effecten van de behandelingen worden eerst per vezeltype en vervolgens per behandeling beschouwd.

#### 4.3.5.1 Effect per vezeltype

Om een globaal beeld te krijgen van de chemische behandelingen wordt eerst gekeken naar het effect per vezeltype.

#### 4.3.5.1.1 Technisch vlas

Figuur 52 geeft een overzicht van de gemiddelde scheurvorming bij TV-mengsels bij alle chemische behandelingen. De beste resultaten voor technisch vlas zijn deze bij een alkalisatie met 2 m% NaOH, met gemiddeld meer dan zeven scheuren per proefstuk. Ook de acetylering leverde een verbetering ten opzichte van mengsels met onbehandelde vezels. Meervoudige scheurvorming werd niet verkregen bij de behandelingen met silaan, peroxide of zuur. Er geldt dus volgend verband betreffende de behandelingen N2 > AH > N6 > Z > S  $\approx$  P  $\approx$  N10.



Figuur 52: Gemiddeld aantal scheuren voor mengsels met TV-vezels

#### 4.3.5.1.2 Gecottoniseerd vlas

Figuur 53 geeft een overzicht van het effect van de chemische behandelingen bij CV-mengsels. De beste resultaten voor gecottoniseerd vlas zijn deze waarbij enkel prehydratatie en geen chemische behandeling werd uitgevoerd. Meervoudige scheurvorming werd niet verkregen bij de behandelingen met peroxide of eender welke alkalisatiebehandeling. De chemische behandelingen kunnen als volgt gerangschikt worden  $Z \approx AH > S > P \approx N2 \approx N6 \approx N10$ .



Figuur 53: Gemiddeld aantal scheuren voor mengsels met CV-vezels

#### 4.3.5.1.3 Niet-gerote hennep

Een overzicht van het effect van de chemische behandelingen voor de NH-mengsels is gegeven in onderstaande grafiek (Figuur 54). Enkel de behandeling via alkalisatie met 2 m% NaOH leverde een verbetering van het scheurgedrag. De overige behandelingen hadden geen positief effect. Dit levert volgend verband voor NH-mengsels: N2 > P > N6  $\approx$  N10 > S  $\approx$  Z  $\approx$  AH.



Figuur 54: Gemiddeld aantal scheuren voor mengsels met NH-vezels

#### 4.3.5.1.4 Gerote hennep

Figuur 55 geeft een overzicht van het effect van de chemische behandelingen bij GH-mengsels. Het alkalisatieprocedé met 2 m% NaOH leverde de beste meervoudige scheurvorming, met een gemiddelde van zeven scheuren per proefstuk. De GH-vezels bleken echter in vele gevallen verbeterde eigenschappen te vertonen na behandeling. Enkel bij de peroxidebehandeling werd geen meervoudige scheurvorming verkregen. Hieruit volgt N2 > Z > S > N6 > AH > N10 > P.





4.3.5.2 Effect per behandeling

In deze sectie wordt iets dieper in gegaan op de eigenlijke gevolgen van de individuele behandelingen.

#### 4.3.5.2.1 Silaanbehandeling

De silaanbehandeling zorgt voor een reductie van de vrije hydroxylgroepen aan het oppervlak van de natuurlijke vezels, zie paragraaf 2.6.6.2.2. Hierdoor wijzigt de vezel-matrixinterface en wordt ook de scheurvorming beïnvloed.

Zowel de mengsels met GH-vezels als deze met CV-vezels reageren zeer goed op de behandeling en scheuren meervoudig bij vierpuntsbelasting. Hierbij blijkt de behandeling het meest positieve effect te hebben op de GH-vezels. Er wordt echter onmiddellijk opgemerkt dat de meervoudige scheurvorming niet aanwezig was over alle proefstukken van elk mengsel. De mengsels met TV- en CV-vezels reageerden niet goed op de behandeling en scheurden enkelvoudig.

Het eigenlijke effect van de silaanbehandeling kan pas als positief aanzien worden indien er een verbetering is ten opzichte van de scheurvorming van de mengsels met onbehandelde vezels. Dit is enkel het geval voor de mengsels met GH-vezels, welke gemiddeld 2,3 keer meer scheuren bekomt na behandeling. De overige vezeltypes presteren slechter na silaanbehandeling.

### 4.3.5.3 Peroxidebehandeling

De peroxidebehandeling levert vrije radicalen welke reageren met de waterstofmoleculen aan het celluloseoppervlak van natuurlijke vezels. Dit resulteert in vezels met minder hydrofiele eigenschappen en een gemodificeerd vezeloppervlak. De toegepaste peroxidebehandeling had nefaste gevolgen voor de meervoudige scheurvorming van de mengsels. De peroxidebehandeling

bleek echter voor geen enkel mengsel een verbetering van de meervoudige scheurvorming te geven. Enkel het NH-mengsel vertoonde nog meervoudige scheurvorming na peroxidebehandeling. De overige mengsels scheurden enkelvoudig.

#### 4.3.5.4 Alkalisatie (2 – 6 – 10 m% NaOH)

Het behandelen van natuurlijke vezels met NaOH verhoogt de oppervlakteruwheid, verwijdert onzuiverheden van het oppervlak, zorgt voor ionisatie van de hydroxylgroepen en wijzigt de kristalstructuur van de cellulose. Hierdoor wijzigen zowel de sterkte-eigenschappen van de vezel zelf, als de oppervlakte-eigenschappen in de cementmatrix.

Het alkalisatieprocedé met 2 m% NaOH heeft een merkelijke invloed op de mate van scheurvorming bij vierpuntsbelasting. Zowel de mengsels met TV-vezels, als deze met GH-vezels leveren bijzonder goede resultaten, met respectievelijke gemiddelden van 7,3 en 7,0 voor het aantal scheuren per proefstuk. Bovendien zijn de standaardafwijkingen zeer klein, waardoor kan besloten worden dat de meervoudige scheurvorming consistent optreedt. Inderdaad bleek geen enkel proefstuk van de mengsels TV 2 C – h – N2 of GH 2 C – h – N2 enkelvoudig te scheuren. Tenslotte werd ook meervoudige scheurvorming bekomen door NH 2 C – h – N2 met gemiddeld drie scheuren per proefstuk. Enkel CV 2 C – h – N2 leverde uitsluitend enkelvoudige scheurvorming. De meervoudige scheurvorming bij GH-vezels was merkelijk beter dan voorafgaand aan de behandeling, met een zevenvoudige verhoging van het aantal scheuren. De TV- en NH-mengsels bleken ook een verbetering te ondergaan, met respectievelijk 57% en 29% meer scheuren dan voorheen.

Bij de behandeling met 6 m% NaOH werden de effecten van de alkalisatiereactie versterkt, hetgeen andere uitwerkingen had op de vezels en hun gedrag in een cementmatrix. Het meeste aantal scheuren per proefstuk werd bekomen door TV 2 C – h – N6, gevolgd door GH 2 C – h – N6 en tenslotte NH 2 C – h – N6. Bovendien bleken zowel het TV- als het GH-mengsel consistent meervoudig te scheuren, aangezien dit voor alle proefstukken binnen de reeks het geval was. Het mengsel CV 2 C – h – N6 bleek louter enkelvoudig te scheuren. Ditmaal bleek opnieuw het GH-mengsel een verbetering te ondergaan ten opzichte van de onbehandelde vezels, met een verdubbeling van het aantal scheuren. De overige mengsels ondergingen geen vooruitgang door de behandeling.

De behandeling met een grotere concentratie van 10 m% NaOH zorgde voor wijzigingen in de vezelstructuur, waaronder een diepgaandere omzetting van de cellulosekristalstructuur. Enkel de mengsels met NH- en GH-vezels bleken bij deze behandeling nog meervoudig te scheuren, zij het met een beperkt aantal scheuren en voor een beperkt aantal proefstukken. De alkalisatie met 10 m% NaOH gaf enkel nog voor het mengsel met GH-vezels een verbetering wat betreft de meervoudige scheurvorming, met een gemiddelde scheurtoename van 33%.

### 4.3.5.5 Zuurbehandeling

De behandeling van natuurlijke vezels met een zuur verwijdert onzuiverheden van het oppervlak, verlaagt de hydrofiele aard van de vezels en resulteert in een ruwer vezeloppervlak. De hoogste

gemiddelde scheuraantallen bij gebruik van met azijnzuur behandelde vezels werden bekomen door het mengsel **GH 2 C – h – Z**, gevolgd door **TV 2 C – h – Z** en **CV 2 C – h – Z**. Geen enkel van deze mengsels gaf echter consistente meervoudige scheurvorming voor alle proefstukken. Het mengsel **NH 2 C – h – Z** gaf voor geen enkel proefstuk meervoudige scheurvorming.

Vergelijking met de scheurvorming voorafgaand aan de behandelingen toonde aan dat enkel de GHmengsels een gemiddeld betere scheurvorming ondervinden door de zuurbehandeling. De overige mengsels kennen geen positief effect door de vezelbehandeling.

### 4.3.5.6 Acetylering

De acetylering van natuurlijke vezels zorgt voor een binding van de hydroxylgroepen aan het vezeloppervlak, waardoor de hygroscopische aard van de vezels vermindert en de adhesie met de omhullende cementmatrix wijzigt. Het mengsel van type **TV 2 C – h – AH** leverde een bijzonder goede meervoudige scheurvorming met een gemiddelde van vijf scheuren per proefstuk. Hoewel er bij dit mengsel consistent meervoudige scheurvorming was voor alle proefstukken, toont de grote standaardafwijking aan dat er veel variatie bestond tussen de onderlinge proefstukken. De mengsels **CV 2 C – h – AH** en **GH 2 C – h – AH** leverden een beperkte meervoudige scheurvorming in sommige gevallen. Het mengsel **NH 2 C – h – AH** leverde slechts enkelvoudige scheuren.

De TV- en GH-vezels kennen een positieve invloed van de acetylering op de scheurvorming, met respectievelijk 7% en 67% gemiddeld meer scheurvorming.

# 4.4 Mechanische eigenschappen van de cementcomposieten

In deze sectie worden de mechanische eigenschappen, bepaald uit de vierpuntsbuigproeven, toegelicht en vergeleken.

# 4.4.1 Spanning-rekdiagrammen

De spanning-rekdiagrammen worden besproken voor vier groepen mengsels, namelijk de referentiemengsels met PVA-vezels, de primaire mengsels, de mengsels met geprehydrateerde (onbehandelde) vezels en de mengsels met chemisch behandelde vezels. Een overzicht en een inhoudelijke uitleg betreffende de mengsels van deze groepen kan gevonden worden in paragraaf 3.2. Naast het spanning-rekdiagram wordt ook een overzicht gegeven van de posities van de optredende scheuren aan de onderzijde van de proefstukken (d.i. de zijde onderworpen aan trek bij de buigproef).

Een verdere vergelijking van de eigenschappen bepaald uit de spanning-rekdiagrammen volgt in paragraaf 4.4.2.

#### 4.4.1.1 Referentiemengsels met PVA-vezels

Deze mengsels hadden een vezelinhoud van 2 vol.% PVA-vezels. Ze werden na een periode van 28 dagen in een vochtige omgeving (RV > 90%) aan vierpuntsbuigproeven onderworpen.

Er werden twee reeksen van drie proefstukken getest. Bij de eerste reeks werd de maximale buigrek beperkt tot ongeveer 0,7%, aangezien dit beter overeenstemde met de maximale rekken bekomen bij de mengsels met natuurlijke vezels. De tweede reeks werd beproefd tot een rek van ongeveer 1,2%. Alle proefreeksen vertoonden meervoudige scheurvorming.

Figuur 56 geeft de spanning-rekdiagrammen van de eerste reeks weer. De eerste scheur treedt per definitie op bij een spanning gelijk aan de eerste-scheursterkte. Na de initiële scheur (zie aanduiding) volgt hetzij een kleine spanningsval, gevolgd door versteviging (b) of onmiddellijk een verstevigingsfase (a) en (c). Deze versteviging treedt op doordat de vezels bruggen vormen over de scheur heen en zo de belastingen opnemen. De spanningen stijgen vervolgens tot het ontstaan van een nieuwe scheur. Tijdens de verstevigingsfase kunnen nieuwe scheuren optreden doorheen het proefstuk. Bij grote scheuren is een duidelijke spanningsdaling te zien, e.g. aanduiding bij (a) en (b). Het valt ook op dat de drie curven initieel zeer gelijklopend zijn en algemeen een gelijkaardig verloop volgen.



Figuur 56: Spanning-rekdiagrammen PVA 2, reeks 1

De diagrammen hieronder (Figuur 57) geven de resultaten van de tweede reeks weer. De algemene vorm van de diagrammen is gelijklopend met deze uit voorgaande reeks. Er blijken echter zeer sterke spanningsvallen te zijn tijdens de verstevigingsfase bij (e) en (f). Bij proefstuk (f) kunnen zelfs duidelijk de drie ogenblikken van (grote) scheurvorming worden waargenomen (zie aanduidingen).



Figuur 57: Spanning-rekdiagrammen PVA 2, reeks 2

#### 4.4.1.2 Primaire mengsels

In deze mengsels werden de basisvezelparameters zoals vezeltype, vezellengte en vezelinhoud gevarieerd. Hierbij werd steeds gepoogd een minimum van drie proefstukken te testen. Ze worden besproken per gebruikte vezeltype.

#### 4.4.1.2.1 Technisch vlas

Bij de proefstukken van type **TV 0,5 A** werd 0,5 vol.% TV-vezels met lengte 0,5 cm gebruikt. Uit onderstaand diagram (Figuur 58) blijkt na de initiële scheur geen versteviging op te treden. Bovendien wordt hier een vreemd fenomeen opgemerkt, namelijk de negatieve waarde van de buigspanning. Dit kan verklaard worden doordat bij de initiële scheurvorming tijdens de vierpuntsbuigproef er te weinig brugvorming van de vezels optreedt. Hierdoor zal de machine als het ware uitschieten en een krachtsverlies waarnemen tot er genoeg brugwerking van de vezels optreedt. Uiteraard kunnen aan deze negatieve krachten en spanningen geen fysische betekenis gegeven worden. Omdat deze proefstukken een bros gedrag vertoonden, werd de beproeving na weinig rek reeds stopgezet.



Figuur 58: Spanning-rekdiagrammen TV 0,5 A
Bij de reeks **TV 1 A** werd 1 vol.% vezels met lengte 0,5 cm toegevoegd. De spanning-rekdiagrammen zijn te zien in onderstaande grafiek (Figuur 59). Na de initiële scheur blijkt er echter geen versteviging op te treden bij (a) en (b), maar een zeer langzame verweking bij bijna gelijkblijvende spanning. Omdat bij deze gelijkblijvende spanning de rekken blijven toenemen, wordt de scheurwijdte van de scheur steeds breder. Om de scheurwijdte van de enkelvoudige scheur te beperken werd de proef na enige tijd gestopt. Bij proefstuk (c) werd onmiddellijk een verweking waargenomen.



Figuur 59: Spanning-rekdiagrammen TV 1 A

De volgende reeks TV-mengsels hadden opnieuw een vezelinhoud van 0,5 vol.%, met ditmaal een vezellengte van 1 cm. Volgende grafiek (Figuur 60) geeft de resultaten van de buigproeven weer. Er blijkt een gelijkaardig gedrag op te treden als bij de proefstukken van het type **TV 0,5 A**. Na de initiële scheur is er een plotse krachtdaling en dalen de spanningen tot onder de as. Dit duidt op een scheur die opent zonder weerstand te bieden. Hierna nemen vezels weer een deel van de krachten over en treedt er opnieuw een zeer langzame verweking op.



Figuur 60: Spanning-rekdiagrammen TV 0,5 B

De reeks van type **TV 1 B** had een vezelinhoud van 1 vol.% en een vezellengte van 1 cm (Figuur 61). Er blijkt opnieuw een analoog gedrag op te treden als bij voorgaande mengsels, namelijk een zeer diepe spanningsval na de eerste scheur. Door de brosse aard van de proefstukken werd opnieuw de vierpuntsbelasting snel gestopt na de initiële scheur, om de proefstukken niet te breken.



De volgende reeks proefstukken waren van het type **TV 0,5 C**, met een vezelinhoud van 0,5 vol.% en een vezellengte van 2 cm (Figuur 62). Na de eerste scheur treedt weer een diepe spanningsval op. Het verder belasten, na scheurvorming, van proefstukken (a), (b) en (c) resulteerde opnieuw in een constante buigspanning bij toenemende rek en scheurwijdte. Er wordt opgemerkt dat de vier curven een zeer gelijklopende initiële elastische fase hebben.



Tenslotte werd ook het mengseltype **TV 1 C** beproefd, welke 1 vol.% vezels van lengte 1 cm had. De diagrammen staan weergegeven in onderstaande grafiek (Figuur 63). In dit geval bleek de spanningsval na de eerste scheur beperkt te blijven en daalden de spanningen niet tot onder de nulas. Er trad echter steeds een verweking op van de spanningen. Proefstuk (c) bleek na microscopisch onderzoek meervoudig gescheurd te zijn, hoewel hier weinig van kan gezien worden aan de hand van de spanning-rekcurve. Wellicht waren de scheuren reeds opgetreden bij de startbelasting, voorafgaand aan de eigenlijke metingen. Deze startbelasting werd daarom bij latere proeven op een kleinere waarde vastgelegd.



4.4.1.2.2 Gecottoniseerd vlas

De volgende primaire mengsels werden gemaakt met vezels uit gecottoniseerd vlas. De eerste reeks had een vezelinhoud van 0,5 vol.% met lengte 0,5 cm. De diagrammen staan weergegeven in Figuur 64. Na een initiële elastische fase volgde de vorming van een eerste scheur, met bijhorend een spanningsdaling. In dit geval bleek de brugwerking van de vezels onvoldoende te zijn, waardoor de proefmachine een te groot krachtverlies waarnam. Hierdoor traden opnieuw (fysisch betekenisloze) negatieve buigspanningen op. Bij verdere belasting van proefstukken (b) en (c) trad opnieuw een langzame verweking op. Er is ook een anomalie (zie aanduiding) in de curven van (b) en (c) te zien, waarbij een lokale ontlasting en herbelasting gebeurt. Dit is een correctie welke de proefmachine uitvoert bij een accidenteel te snelle rekverhoging.



Figuur 64: Spanning-rekdiagrammen CV 0,5 A

De tweede reeks was van type **CV 1 A** en had een vezelinhoud van 1 vol.% met vezellengte 0,5 cm. De diagrammen staan weergegeven in Figuur 65. Voor proefstukken (a) en (b) blijkt de spanningsval na de eerste scheur beperkt, waarna een verweking optreedt en de belasting wordt weggenomen. Bij proefstuk (c) blijkt de brugvorming van de vezels opnieuw ontoereikend en dalen de spanningen tot onder de nulas. Bij ditzelfde proefstuk en bij proefstuk (a) wordt opnieuw de aandacht gevestigd op de lokale anomalie in de curve (zie aanduidingen).



Figuur 65: Spanning-rekdiagrammen CV 1 A

De volgende reeks, **CV 1,5 A**, bevatte een verhoogde vezelinhoud met 1,5 vol.% vezels van lengte 0,5 cm (Figuur 66). Door de hogere vezelinhoud was de brugwerking van de vezels sterker uitgesproken en bleef de spanningsval na de eerste scheur beperkt. Een zeer lichte versteviging was hierna merkbaar bij sommige proefstukken, zoals (a), (b) en (e). Hierna trad opnieuw verweking op en werd de belasting opgeheven. Proefstuk (c) ging zelfs onmiddellijk over in een verwekingsfase. Ondanks de hoge vezelinhoud en de lichte versteviging bleef ook hier de scheurvorming enkelvoudig. De oorzaak is hier waarschijnlijk dat de vezels enerzijds onvoldoende sterk zijn om de krachtsoverdracht te verwezenlijken en anderzijds een slechte binding hebben met de cementmatrix, waardoor de vezelbrugwerking niet optimaal kan optreden.



Vervolgens werd overgeschakeld naar een grotere vezellengte voor het mengsel **CV 0,5 B**, met een vezelinhoud van 0,5 vol.% en een vezellengte van 1 cm (Figuur 67). Door de lage vezelinhoud was hier opnieuw de vezelbrugwerking beperkt, hetgeen zich uitte in de sterke spanningsval na de initiële scheur. Bij verdere belasting treedt een langzame verweking op (onder de nulas op de figuur).



Figuur 67: Spanning-rekdiagrammen CV 0,5 B

Het mengseltype **CV 1 B** had een vezelinhoud van 1 vol.% en een vezellengte van 1 cm (Figuur 68). Het verhogen van de vezelinhoud van 0,5 vol.% naar 1 vol.% heeft een positieve invloed op de beproeving. Door de brugwerking van de vezels is de spanningsval na de eerste scheur namelijk kleiner bij proefstukken (b) en (c). Na de eerste scheur trad een verwekingsfase op en werd er ontlast. Bij proefstuk (a) trad er geen spanningsval op na de eerste scheur, maar trad na een periode van gelijkblijvende spanning een verweking op door de te lage hoeveelheid vezels.



De volgende proefstukken waren van type **CV 0,5 C** en **CV 01 C** met een grote vezellengte van 2 cm en een vezelinhouden van respectievelijk 0,5 vol.% en 1 vol.%. Hun diagrammen staan hieronder weergegeven (Figuur 69 en Figuur 70). Een gelijkaardig gedrag als bij voorgaande proefstukken wordt waargenomen. Opnieuw blijkt de hogere hoeveelheid vezels de brugwerking te versterken, waardoor de spanningsvermindering na breuk beperkt blijft. Evenwel treedt er na deze spanningsval geen versteviging op, maar blijft de spanning als het ware constant terwijl de rekken toenemen.



95



4.4.1.2.3 Niet-gerote hennep

Het volgend type vezel dat getest werd binnen de primaire mengsels was de niet-gerote hennep. Het eerste beproefde mengsel was van type **NH 0,5 A**, met vezelinhoud 0,5 vol.% en vezellengte 0,5 cm. De diagrammen staan weergegeven in onderstaande grafiek (Figuur 71). Het tweede beproefde mengsel was van type **NH 1 A**, met vezelinhoud 1 vol.% en vezellengte van 0,5 cm (Figuur 72). Er wordt opnieuw gewezen op het gekende fenomeen bij onvoldoende vezelinhoud, waarbij de vezelbrugwerking ontoereikend is na vorming van een eerste scheur en de proefmachine een krachtverlies waarneemt. Ook de zelfcorrectie van de proefmachine door een te snelle rektoename is hier merkbaar. Het gedrag na de eerste-scheurvorming is opnieuw een verweking met traag dalende spanning bij toenemende rek. Door het gebrek aan verstevigend gedrag treedt er geen meervoudige scheurvorming op. Tenslotte wordt de grote variatie in de eerste-scheursterkte opgemerkt.



Figuur 72: Spanning-rekdiagrammen NH 1 A

De volgende proefreeksen waren **NH 0,5 B**, met vezellengte 1 cm en vezelinhoud 0,5 vol.% en **NH 1 B**, met vezellengte 1 cm en vezelinhoud 1 vol.% (Figuur 73 en Figuur 74). De eerste scheur wordt in beide gevallen opnieuw gevolgd door een sterke spanningsdaling, waarna verwekend gedrag optreedt met traag dalende spanningen. Er wordt gewezen op de gemiddeld beperkte eerstescheursterkte in vergelijking met de overige mengsels. De verhoging van de vezelinhoud heeft hier bovendien een beperkte invloed op de spanningsdaling na de vorming van de eerste scheur.



Figuur 74: Spanning-rekdiagrammen NH 1 B

De proefstukken van mengsel **NH 0,5 C** hadden een vezellengte van 2 cm en een vezelinhoud van 0,5 vol.%. De corresponderende diagrammen worden weergegeven in Figuur 75. Na de vorming van de eerste scheur treedt een spanningsdaling op, waarna de spanningscurve overgaat in een verwekingsfase met traag dalende spanningen en toenemende rekken.



Figuur 75: Spanning-rekdiagrammen NH 0,5 C

Tenslotte worden hieronder de diagrammen (Figuur 76) van proefreeks **NH 1 C** weergegeven, waarbij 1 vol.% vezels werd gebruikt met vezels van 2 cm lengte. Voor proefstukken (b) en (c) gelden analoge opmerkingen als hierboven weergegeven. Voor proefstuk (a) blijkt genoeg brugwerking van de vezels

op te treden opdat de spanningsdaling na de eerste scheur niet tot onder de nulas komt. Daarna treedt een (zeer lichte) versteviging op, welke niet resulteert in meervoudige scheurvorming.



4.4.1.2.4 Gerote hennep

De laatste proefreeks van de primaire mengsels werd uitgevoerd op mengsels met vezels van gerote hennep. De eerste twee mengsels waren van type **GH 0,5 A** en **GH 1 A**, met respectievelijk 0,5 vol.% en 1 vol.% vezelinhoud en een vezellengte van 0,5 cm. De curven staan hieronder weergegeven (Figuur 77 en Figuur 78). Er gelden gelijkaardige bemerkingen als bij de voorgaande primaire mengsels met NH-vezels. Na de eerste-scheurvorming treedt een spanningsdaling op, waarbij de beperkte vezelbrugwerking zorgt dat de proefmachine te ver doorschiet. Na deze spanningsval treedt verweking op van de spanningscurve. Bovendien blijkt de verhoging van de vezelinhoud weinig invloed te hebben op de mate van de spanningsdaling na breuk. De proefbelasting resulteerde niet in meervoudige scheurvorming. Het mengsel van type **GH 0,5 A** bleek zeer povere eigenschappen te bezitten, aangezien voor vier van de zes proefstukken de contactbelasting met de proefmachine reeds te zwaar bleek te zijn en het proefstuk deed breken. De twee resterende proefstukken leverden onderstaande resultaten.



Figuur 77: Spanning-rekdiagrammen GH 0,5 A



Figuur 78: Spanning-rekdiagrammen GH 1 A

Vervolgens werden de proefstukken van types **GH 0,5 B** en **GH 1 B** getest, met een vezellengte van 1 cm. De overeenkomstige spanning-rekdiagrammen zijn weergegeven in onderstaande grafieken (Figuur 79 en Figuur 80). Er gelden analoge opmerkingen als bij voorgaande proefreeksen met vezellengte 0,5 cm. Proefstukken (a) en (b) van mengsel **GH 1 B** werden langduriger belast tot een rek van ongeveer 0,3% om de verdere evolutie van de spanningscurve te onderzoeken. Er bleek echter een bijna constante spanning bij toenemende rek op te treden. De belasting werd gestopt om de scheurwijdtes van de proefstukken te beperken.



Tenslotte kwamen de laatste primaire mengsels aan bod, namelijk de mengseltypes **GH 0,5 C** en **GH 1 C** met een vezellengte van 2 cm. De diagrammen staan hieronder weergegeven (Figuur 81 en Figuur 82). Analoge opmerkingen als bij voorgaande GH-mengsels zijn hier opnieuw geldig. Bij proefstuk (c) van type **GH 0,5 C** en proefstuk (a) van type **GH 1 C** kan een lichte versteviging waargenomen worden, welke echter geen meervoudige scheurvorming gaf.



4.4.1.3 Mengsels met prehydratatie van onbehandelde vezels

In deze sectie worden de spanning-rekdiagrammen getest van de mengsels met geprehydrateerde, onbehandelde vezels. Voor meer uitleg over de verschillende methoden van prehydratatie wordt verwezen naar paragraaf 3.3.2.1.

# 4.4.1.3.1 Maximale prehydratatie

De maximale prehydratatie gebeurde voor alle vezeltypes bij een vezelinhoud van 0,5 vol.% en een vezellengte van 2 cm. De grafieken met de spanning-rekdiagrammen staan in de figuren hieronder weergegeven voor elk vezeltype (Figuur 83, Figuur 84, Figuur 85 en Figuur 86). Het uitvoeren van de buigproeven toonde algemeen aan dat de maximale prehydratatie zeer slecht presterende proefstukken leverde. In de meeste gevallen braken twee tot drie van de geteste proefstukken reeds onder de contactbelasting. Dit is te wijten aan de zwakkere matrix door het toegevoegde water.

In de (geslaagde) proeven werden gelijkaardige resultaten gevonden, namelijk een beperkte vezelbrugwerking na de eerste-scheurvorming welke resulteerde in een sterke spanningsdaling, gevolgd door een langzame verweking of een bijna constante spanning bij toenemende rek. Uitzondering op dit gedrag was proefstuk (c) van type **GH 0,5 C – H**, welke enkel een vrij constante lage spanning vertoont, vermoedelijk omdat de scheur reeds bij de contactbelasting was opgetreden.



Figuur 83: Spanning-rekdiagrammen TV 0,5 C - H



Figuur 84: Spanning-rekdiagrammen CV 0,5 C - H



*4.4.1.3.2 Minimale prehydratatie (met extra water)* 

Voor deze proefreeksen werd gewerkt met hogere vezelinhouden van 1,5 vol.% en 2 vol.%, en een vezellengte van 2 cm. Deze verhoogde vezelinhouden waren mogelijk doordat de minimale prehydratatie een grotere verwerkbaarheid van de mengsels bood en dus grotere vezelvolumes toeliet.

CV 0,5 C - H (a)

CV 0,5 C - H (b)

– CV 0,5 C - H (c)

Figuur 87 en Figuur 88 tonen de resultaten horende bij de TV-mengsels. Voor **TV 1,5 C** – **h** bleek er reeds een uitstekend scheurgedrag op te treden. Na de eerste scheur volgt een beperkt spanningsdaling, waarna er een duidelijke versteviging optreedt. De hoge vezelinhoud heeft hier een positief effect op de brugvorming over de scheuren. De versteviging is voor alle proefstukken zelfs dusdanig dat er hogere spanningen bereikt worden dan de eerste-scheursterkte. Bij de versteviging zijn de locaties waar de scheuren optreden gemakkelijk te onderscheiden. Zo zijn er in de verstevigingsfase vier lokale spanningsdalingen bij proefstuk (b) en twee bij proefstuk (c). Proefstuk (a) vertoonde versteviging maar bleek desondanks slechts één scheur te vertonen. Proefstukken (b) en (c) konden beiden tot een rek van ongeveer 0,6% worden belast alvorens er verweking ontstond. De gemiddelde scheurwijdten waren 164 (±47)  $\mu$ m, 49 (±39)  $\mu$ m en 71 (±46)  $\mu$ m voor de respectievelijke proefstukken (a), (b) en (c). Een groter aantal scheuren resulteert dus in fijnere scheurwijdtes.



Voor **TV 2 C – h** werd zelfs een beter scheurgedrag waargenomen, aangezien alle proefstukken meervoudige scheurvorming vertoonden. De reden hiertoe is de verhoogde vezelinhoud van 2 vol.%. Voor alle proefstukken werd versteviging waargenomen na de vorming van de eerste scheur. De locaties van de scheurvormingen binnen de verstevigingfase zijn moeilijk te bepalen. Dit betekent dat het gaat om fijnere scheuren, waar de brugwerking van de vezels onmiddellijk is geïnitieerd. De buigtreksterkte is in alle gevallen groter dan de eerste-scheursterkte van het materiaal. Proefstuk (a) kon tot een rek van ongeveer 1% worden belast alvorens verweking optrad. De gemiddelde scheurwijdten waren respectievelijk 44 (±48)  $\mu$ m, 38 (±42)  $\mu$ m en 62 (±53)  $\mu$ m. Door het grote aantal scheuren blijft de scheurwijdte steeds beperkt.



De diagrammen met CV-vezels worden hieronder weergegeven (Figuur 89 en Figuur 90). De proefstukken van type **CV 1,5 C – h** gaven sterk verschillende resultaten, vandaar dat er zes buigproeven werden uitgevoerd op dit type. Proefstuk (a) leverde de beste resultaten bij beproeving, namelijk een versteviging na de eerste scheur met het ontstaan van meervoudige scheuren. Bovendien was voor dit proefstuk de buigtreksterkte groter dan de eerste-scheursterkte. De overige proefstukken leverden geen (of zeer beperkte) versteviging en resulteerden slechts in enkelvoudige scheurvorming. Proefstuk (d) leverde een zeer hoge eerste-scheursterkte, maar ging vervolgens over in een spanningsverweking. De vezels waren hier dus niet in staat om een goede brugwerking te initiëren. Proefstuk (a) kende een gemiddelde scheurwijdte van 56 ( $\pm$ 13) µm tegenover scheurwijdten van ongeveer 175 µm voor de enkelvoudig gescheurde proefstukken.



De proefstukken (a) en (c) van type **CV 2 C – h** kenden een versteviging na de eerste scheur, waarbij er meervoudige scheurvorming optrad. De maximale buigtrekspanning was in deze beide gevallen (licht) groter dan de eerste-scheursterkte. Proefstuk (b) ging over in verwekend gedrag en scheurde enkelvoudig. De respectievelijke gemiddelde scheurwijdten waren 29 (±9)  $\mu$ m, 34 (±18)  $\mu$ m en 52 (±44)  $\mu$ m. De fijne scheurwijdte bij (b) wordt verklaard door de beperkte rek bij beproeving.



De diagrammen voor de NH-mengsels staan in Figuur 91 en Figuur 92 weergegeven. **NH 1,5 C – h** vertoonde geen versteviging na de eerste scheur en resulteerde slechts in één scheur per proefstuk. Proefstuk (b) vertoonde blijkbaar onvoldoende brugwerking van vezels over de scheur, waardoor de proefmachine een overdreven krachtverlies registreerde. De brugwerking van de vezels was dus duidelijk onvoldoende. De scheuren namen gemiddeld grote wijdtes aan met waarden 151 (±24)  $\mu$ m, 130 (±26)  $\mu$ m en 124 (±16)  $\mu$ m.



De proefstukken van het type **NH 2 C – h** vertoonden beter gedrag. Bij zowel proefstuk (a) als (b) werd een versteviging waargenomen met meervoudige scheurvorming tot gevolg. De locaties van de scheuren zijn opnieuw duidelijk aanwijsbaar binnen het spanningsdiagram. De versteviging was evenwel niet voldoende om een treksterkte te bekomen groter dan de eerste-scheursterkte. Proefstuk (c) vertoonde een lichte versteviging, maar veel beperkter dan bij de overige proefstukken. Er werd ook slechts één scheur gevormd. De respectievelijke scheurwijdten waren 136 (±61)  $\mu$ m, 124 (±53)  $\mu$ m en 233 (±12)  $\mu$ m. Ondanks de meervoudige scheurvorming zijn de scheurwijdten vrij groot.



Tenslotte zijn de diagrammen van de GH-mengsels in Figuur 93 en Figuur 94 weergegeven. GH 1,5 C – h vertoonde voor alle proefstukken een lichte verstevigingsfase, evenwel onvoldoende om meervoudige scheurvorming te induceren. De sterke spanningsdaling na de eerste scheur toont ook aan dat de brugvorming van de vezels niet onmiddellijk van start gaat.



Figuur 93: Spanning-rekdiagrammen GH 1,5 C - h

De proefstukken van type GH 2 C – h leverden ook minder goede resultaten. Bij proefstukken (a), (b) en (c) werd een lichte versteviging waargenomen, maar onvoldoende om meervoudige scheuren teweeg te brengen. Proefstuk (d) ging zelfs onmiddellijk in een verwekingsfase over.



Figuur 94: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h

#### 4.4.1.3.3 Minimale prehydratatie met mengwater

Bij de minimale prehydratatie met mengwater werd slechts één mengseltype getest, namelijk **TV 2 C - h\***, met 2 vol.% TV-vezels en vezellengte 2 cm. De diagrammen ervan zijn hieronder weergegeven (Figuur 95). Na een initiële scheur trad een fase op met zeer lichte versteviging voor proefstuk (c) en een gelijkblijvende spanning voor proefstukken (a) en (b). Er werd geen meervoudige scheurvorming bereikt.



4.4.1.4 Chemische behandelingen

In deze sectie worden de spanning-rekdiagrammen besproken voor de mengsels met chemisch behandelde vezels. Deze mengsels hebben telkens een vezelinhoud van 2 vol.% en een vezellengte van 2 cm. Voor meer uitleg betreffende de behandelingen wordt verwezen naar paragraaf 3.3.2.

#### 4.4.1.4.1 Silaanbehandeling

De resultaten voor de mengsels met silaanbehandeling van TV-vezels staan hieronder weergegeven (Figuur 96). Proefstuk (b) vertoonde versteviging, maar geen meervoudige scheurvorming. De buigtreksterkte is evenwel groter dan de eerste-scheursterkte. De overige proefstukken vertoonden verweking.



Figuur 96: Spanning-rekdiagrammen TV 2 C - h - S

De resultaten voor de silaanbehandeling van CV-vezels staan hieronder weergegeven (Figuur 97). Zowel proefstuk (a) als (b) vertoonde een lichte versteviging. Enkel (b) scheurde echter meervoudig, met gemiddelde scheurwijdte 41 ( $\pm$ 17) µm. Proefstuk (c) onderging onmiddellijke verweking.



Dezelfde silaanbehandeling op NH-vezels toegepast leverde onderstaande resultaten (Figuur 98). Er bleek in alle gevallen een verweking op te treden, gepaard met een enkelvoudige scheur.



Met GH-vezels geeft de silaanbehandeling de resultaten in Figuur 99. In alle gevallen komt een lichte verstevigingsfase voor na de eerste scheur. Deze resulteerde voor twee proefstukken, namelijk (a) en (d) in meervoudige scheuren, met gemiddelde scheurwijdten van 115 ( $\pm$ 82) µm en 90 ( $\pm$ 90) µm.



Figuur 99: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h - S

#### 4.4.1.4.2 Peroxidebehandeling

De resultaten van de peroxidebehandeling op een mengsel met TV-vezels staan in Figuur 100 weergegeven. Na de eerste scheur treedt een lichte versteviging op, evenwel niet resulterend in meer dan één scheur per proefstuk.



Figuur 100: Spanning-rekdiagrammen TV 2 C - h - P

De buigproefresultaten voor het CV-mengsel met peroxidebehandeling worden gegeven in Figuur 101. Opnieuw treedt een lichte versteviging op, maar geen meervoudige scheurvorming.



Figuur 101: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - P

Onderstaande grafiek (Figuur 102) geeft de diagrammen weer van de NH-proefstukken met peroxidebehandeling. Proefstukken (a) en (b) vertonen lichte versteviging na hun eerste scheur, maar scheuren enkelvoudig. Proefstuk (c) geeft een veel betere versteviging met meervoudige scheurvorming, waarbij de scheurlocaties duidelijk te zien zijn in de spanningscurve. De rek waarbij verweking optreedt is veel groter dan bij de andere proefstukken. Tenslotte blijkt ook de brugvorming beter te zijn bij (c) gezien de lagere spanningsval na de eerste breuk en de betere versteviging. De optredende scheurwijdten zijn respectievelijk 168 ( $\pm$ 16) µm, 140 ( $\pm$ 14) µm en 82 ( $\pm$ 55) µm. De fijnste scheuren treden dus op bij het meervoudig gescheurde proefstuk.



Figuur 102: Spanning-rekdiagrammen NH 2 C - h - P

Tenslotte worden hieronder (Figuur 103) de diagrammen weergegeven voor mengsels met peroxidebehandelde GH-vezels. De proefstukken kennen allemaal lichte versteviging, zonder meervoudig te scheuren.



Figuur 103: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h - P

#### 4.4.1.4.3 Alkalisatie (2 m% NaOH)

De alkalisatiebehandeling met 2 m% NaOH op TV-vezels leverde bijzonder goede karakteristieken, zoals te zien is op onderstaande diagrammen (Figuur 104). Alle proefstukken geven versteviging met meervoudige scheurvorming. De kleine spanningsdaling na de eerste scheur toont aan dat de brugvorming van de vezels zeer goed is, hetgeen overeenkomt met de vorming van meervoudige scheuren. De buigtreksterkte is telkens groter dan de eerste-scheursterkte. Voor de meeste scheuren is het ook moeilijk te bepalen waar ze zijn ontstaan binnen de verstevigingstak, waardoor kan afgeleid worden dat het om zeer fijne scheuren gaat. Dit is uiteraard positief naar zelfheling toe. De optredende gemiddelde scheurwijdten zijn 33 ( $\pm$ 39) µm, 28 ( $\pm$ 22) µm, 40 ( $\pm$ 55) µm en 36 ( $\pm$ 34) µm. Deze zijn beduidend lager dan bij andere mengseltypes. De reden is uiteraard het grote aantal scheuren.



De hierboven vermelde alkalisatiebehandeling toegepast op CV-vezels geeft volgende grafiek (Figuur 105). Proefstukken (a) en (c) hebben een gelijkaardig verloop met een lichte versteviging na een spanningsdaling door de vorming van een eerste scheur. Proefstuk (b) kent een sterkere verstevigingscurve, met een buigtreksterkte welke groter is dan de spanning bij de eerste scheur. Geen enkel proefstuk scheurde meervoudig.



Ook de toepassing van deze behandeling op NH-vezels leverde positieve resultaten. Onderstaande grafiek (Figuur 106) geeft de spanning-rekdiagrammen voor de overeenkomstige mengsels weer. Bij proefstukken (a), (c) en (d) treedt er versteviging op na de eerste scheur, alsook meervoudige scheurvorming. Proefstuk (b) geeft verweking en scheurt slechts enkelvoudig. De gemiddelde scheurwijdtes waren 100 ( $\pm$ 72) µm, 121 ( $\pm$ 15) µm, 62 ( $\pm$ 50) µm en 86 ( $\pm$ 61) µm.



Tenslotte wordt het gedrag bij beproeving beschouwd bij gebruik van GH-vezels met alkalisatie via onderstaande grafiek (Figuur 107). In alle gevallen trad versteviging en meervoudige scheurvorming op. Er wordt opgemerkt dat er zeer grote rekken bereikt werden met proefstuk (b), bijna 1,5%. Proefstuk (d) bereikte in vergelijking met de andere proefstukken een beduidend lagere rek alvorens een verwekingstak in te zetten. De gemiddelde scheurwijdtes hadden de waarden 50 (±28)  $\mu$ m, 48 (±22)  $\mu$ m, 93 (±125)  $\mu$ m en 102 (±99)  $\mu$ m. Ondanks de grote hoeveelheid scheuren zijn de scheurwijdtes hier vrij groot, omwille van de grote rekken.



4.4.1.4.4 Alkalisatie (6 m% NaOH)

Deze alkalisatiebehandeling gebeurde met een hogere concentratie aan NaOH, namelijk 6 m%. Figuur 108 geeft de spanning-rekdiagrammen weer voor TV-mengsels waarvan de vezels deze behandeling ondergaan hebben. Er blijkt in alle gevallen versteviging en meervoudige scheurvorming op te treden. De rek waarbij verweking optreed bij proefstuk (b) is veel groter dan bij de overige twee proefstukken. De gemiddelde scheurwijdten zijn 98 ( $\pm$ 72) µm, 88 ( $\pm$ 38) µm en 98 ( $\pm$ 58) µm.



Dezelfde alkalisatiereactie toegepast op CV-vezels leverde volgende diagrammen (Figuur 109). Alle proefstukken toonden een gelijkblijvende spanning na de vorming van de eerste scheur. Er werd geen meervoudige scheurvorming waargenomen.



Figuur 109: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - N6

Behandeling van NH-vezels met 6 m% NaOH leverde een mengsel met volgende diagrammen (Figuur 110). Proefstuk (a) onderging een versteviging en vormde uiteindelijk twee scheuren, met gemiddelde scheurwijdte 164 ( $\pm$ 78) µm. De proefstukken (b) en (c) gaven minder versteviging en scheurden enkelvoudig.



Figuur 110: Spanning-rekdiagrammen NH 2 C - h - N6

Dezelfde alkalisatiereactie leverde een GH-mengsel waarvan beproeving volgende diagrammen verschafte (Figuur 111). Voor proefstukken (a) en (c) trad een zodanige versteviging op dat de bereikte buigtreksterkte groter bleek dan de eerste-scheursterkte. Dit was niet het geval bij proefstuk (b), hoewel daar ook versteviging optrad. Alle proefstukken verkregen twee scheuren, met gemiddelde scheurwijdtes van 195 (±59)  $\mu$ m, 145 (±53)  $\mu$ m en 187 (±84)  $\mu$ m. Het beperkt aantal scheuren, gecombineerd met de grote rekken levert grote scheurwijdtes.



Figuur 111: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h - N6

#### 4.4.1.4.5 Alkalisatie (10 m% NaOH)

De laatste alkalisatiebehandeling werd uitgevoerd met 10 m% NaOH. Figuur 112 geeft de spanningrekcurven voor de TV-mengsels met deze alkalisatiebehandeling. Na eerste-scheurvorming trad een lichte versteviging op, echter zonder meervoudige scheuren te geven.



Figuur 113 toont de spanning-rekkrommen voor de CV-mengsels met bovenvermelde alkalisatiebehandeling. Na de eerste scheur trad ditmaal een zeer trage verweking op. De proefstukken scheurden enkelvoudig.



Dezelfde behandeling toegepast op NH-vezels leverde volgende diagrammen (Figuur 114). Hoewel alle proefstukken een zekere versteviging vertoonden, scheurde enkel proefstuk (c) meervoudig met een gemiddelde scheurwijdte van 118 ( $\pm$ 83) µm.



Tenslotte werden ook de proefstukken met behandelde GH-vezels getest. Dit leverde onderstaande diagrammen (Figuur 115). Een lichte versteviging bleek enkel bij proefstuk (b) een tweede scheur op te leveren, zodat een gemiddelde scheurwijdte van 109 ( $\pm$ 123)  $\mu$ m ontstond. De locatie van scheuroptreden in de spanningscurve is opnieuw duidelijk zichtbaar.



4.4.1.4.6 Zuurbehandeling

De resultaten voor de mengsels met zuurbehandeling van TV-vezels staan hieronder weergegeven (Figuur 116). Hierbij treedt voor alle proefstukken versteviging op en wel zodanig dat de buigtreksterkte de eerste-scheursterkte overschrijdt. Enkel proefstuk (c) bereikt meervoudige scheurvorming, met gemiddelde scheurwijdte van 38 (±33) μm.



De spanning-rekdiagrammen voor mengsels met zuurbehandelde CV-vezels staan in Figuur 117. Proefstukken (a) en (b) kenden een zeer lichte versteviging, gevolgd door verweking. Proefstuk (c) kende een duidelijkere versteviging met een maximale spanning groter dan deze bij vorming van de eerste scheur. Evenwel vertonen zowel proefstuk (a) als (c) meer dan één scheur. De gemiddelde scheurwijdten van de drie proefstukken zijn 34 (±23)  $\mu$ m, 97 (±2)  $\mu$ m en 42 (±18)  $\mu$ m.



Figuur 117: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - Z

Dezelfde zuurbehandeling toegepast op NH-vezels leverde mengsels met volgende diagrammen (Figuur 118). Hierbij trad na scheurvorming een nagenoeg gelijkblijvende spanning op. Alle proefstukken scheurden enkelvoudig.



Tenslotte geven proefstukken met de zuurbehandelde GH-vezels volgende resultaten (Figuur 119). Proefstukken (a) en (c) vertoonden de grootste versteviging en scheurden ook meervoudig. Proefstuk (b) kende slechts een beperkte versteviging en scheurde enkelvoudig. De scheurwijdten hadden de gemiddelde waarden 197 ( $\pm$ 164) µm, 265 ( $\pm$ 6) µm en 82 ( $\pm$ 67) µm.



4.4.1.4.7 Acetylering

De laatste chemische behandeling was deze met azijnzuuranhydride. De proefstukken met TV-vezels welke deze behandeling hadden ondergaan leverden volgende diagrammen (Figuur 120). Alle proefstukken kenden een zekere versteviging, maar bij proefstuk (a) was deze het meest

uitgesproken. Ditzelfde proefstuk had ook een veel hogere rek waar verweking bij begon op te treden. De vierpuntsbelasting resulteerde in meervoudige scheurvorming voor alle proefstukken, hoewel opnieuw het meest uitgesproken bij proefstuk (a). Gemiddelde scheurwijdtes werden bekomen met waarden 28 ( $\pm$ 27) µm, 26 ( $\pm$ 19) µm en 64 ( $\pm$ 33) µm.



Dezelfde behandeling gaf bij een CV-mengsel volgende resultaten (Figuur 121). Proefstukken (a) en (b) kenden een lichte versteviging, proefstuk (c) kende een vrijwel gelijkblijvende spanning. Enkel proefstuk (b) bleek meervoudig te scheuren, met gemiddelde scheurwijdte 54 (±45)  $\mu$ m. Ook de rek waarbij verweking optrad was het grootst bij proefstuk (b).



Behandeling van NH-vezels via acetylering leverde een mengsel met volgende diagrammen (Figuur 122). Alle proefstukken kenden een lichte versteviging, maar scheurden enkelvoudig.



Tenslotte gaf de acetylering van GH-vezels een mengsel met volgende resultaten (Figuur 123). Alle proefstukken toonden na de initiële scheur een zekere versteviging. Enkel proefstuk (b) scheurde

meervoudig, met scheurwijdte 98 ( $\pm$ 61)  $\mu$ m. De locatie van de scheuroorsprong is duidelijk te zien in de spanningscurve.



# 4.4.2 Vergelijking van de verschillende reeksen

De beproefde reeksen uit paragraaf 4.4.1 kunnen eenduidiger tegenover elkaar beoordeeld worden door een aantal mechanische karakteristieken ervan te vergelijken. Deze karakteristieken zijn de initiële stijfheid bij belasting, de eerste-scheursterkte, de buigtreksterkte en de versteviging. De beschouwde karakteristieken worden met behulp van SPSS vergeleken, steeds met een significantieniveau van 5%. Tenslotte wordt de scheurvorming beschouwd bij de meervoudig gescheurde proefstukken.

#### 4.4.2.1 Stijfheid

De stijfheid of elasticiteitsmodulus van de cementmortel werd bepaald uit de spanningrekdiagrammen door de helling van het initiële lineaire deel van de curve te bepalen. Figuur 124 geeft de gemiddelde elasticiteitsmoduli voor de primaire mengsels, alsook de standaardafwijkingen welke ermee overeenkomen. Binnen de groep van de primaire TV-mengsels blijken geen significante verschillen op te treden (significantieniveau 70%). Ook tussen de CV-mengsels onderling (significantie 80,2%) en de NH-mengsels onderling (significantie 26%) blijken er geen verschillen tussen de gemiddelde stijfheden te zijn. Enkel binnen de GH-mengsels is dit wel het geval, waar tussen de mengsels **GH 1 A** en **GH 1 C** een significant verschil bestaat.



Figuur 124: Elasticiteitsmoduli voor primaire mengsels

Om de invloed van het vezeltype op de elasticiteitsmoduli te bepalen, worden de mengsels per combinatie van vezellengte en vezelinhoud over alle vezeltypes beschouwd. Er bleken over al deze combinaties geen significante verschillen op te treden. De corresponderende significantieniveaus staan hieronder aangeduid (Tabel 19). Er blijkt nergens een duidelijk verband te zijn tussen de elasticiteitsmoduli en het type primaire mengsel.

Vezelinhoud (%)	Vezellengte (cm)	Significantieniveau (%)
0,5	0,5	37,0
1	0,5	53,5
0,5	1	38,5
1	1	26,0
0,5	2	43,8
1	2	50,2

Tabel 19: Significantieniveaus voor combinaties vezelinhoud en vezellengte

De volgende grafiek (Figuur 125) geeft de gemiddelde stijfheden voor de mengsels met geprehydrateerde (onbehandelde) vezels, alsook voor het referentiemengsel met PVA. Tussen de mengsels met maximale prehydratatie onderling blijken geen significante verschillen op te treden (significantie 20,4%). Ook bij de minimaal (met extra water) geprehydrateerde verschillen de gemiddelden niet significant van elkaar (significantie 54,0%). Een vergelijking van de minimaal (met extra water) geprehydrateerde TV-mengsels bij gelijke vezelinhoud van 2 vol.% levert geen significante verschillen op, met significantieniveau 86,3%. Indien de maximaal geprehydrateerde mengsels vergeleken worden met de minimaal geprehydrateerde (met extra water) blijkt dat de stijfheid van de maximaal geprehydrateerde mengsels significant groter is.



Figuur 125: Gemiddelde elasticiteitsmoduli voor mengsels met geprehydrateerde vezels en PVA

De minimaal (met extra water) geprehydrateerde mengsels vertonen een vergelijkbare elasticiteitsmodulus met deze van PVA (significantie 34,1%). Er kan besloten worden dat enkel de wijze van prehydratatie (minimaal of maximaal) een duidelijk effect heeft op de stijfheid.

Indien de stijfheid van de primaire mengsels wordt vergeleken met deze van PVA blijkt bovendien ook een significant verschil op te treden. De minimale prehydratatie van natuurlijke vezels levert dus mengsels met een stijfheid die beter aanleunt bij deze van een mengsel met PVA.

Tenslotte wordt het effect van de chemische behandelingen op de stijfheden beschouwd via de waarden in onderstaande grafiek (Figuur 126). Ter verduidelijking zijn ook de onbehandelde mengsels, met minimaal geprehydrateerde vezels en vezelinhoud 2 vol.%, in deze grafiek opgenomen. Indien de behandelde TV-vezels onderling beschouwd worden blijken geen significante verschillen op te treden (significantie 63,7%). Dit is ook het geval voor de CV-mengsels (significantie 24,7%), de NH-mengsels (significantie 11,8%) en de GH-mengsels (significantie 22,9%). Tenslotte kunnen de mengsels met chemisch behandelde vezels nog vergeleken worden met de stijfheidsmoduli van de onbehandelde vezels. Ook in deze gevallen zijn er geen significante verschillen merkbaar. De corresponderende significantieniveaus hierbij waren 69,4% voor TV, 40% voor CV, 26,7% voor NH en 20,8% voor GH.



Figuur 126: Gemiddelde elasticiteitsmoduli voor mengsels met chemisch behandelde vezels

Desondanks zijn er bepaalde trends zichtbaar bij het vergelijken van de waarden. Zo is de stijfheid van de mengsels met silaanbehandelde TV-vezels steeds kleiner dan bij de overige mengsels van hetzelfde vezeltype. De peroxidebehandeling geeft grote waarden van de stijfheid bij de vlasmengsels, maar lage waarden bij de hennepmengsels. De N2- en de N6-behandeling verhogen de stijfheid bij de hennepmengsels. Ook voor de zuur- en de anhydridebehandeling wordt de stijfheid bij hennepmengsels groter.

#### 4.4.2.2 Eerste-scheursterkte

De tweede vergeleken mechanische eigenschap betreft de eerste-scheursterkte van de mengsels. Opnieuw wordt eerst gekeken naar de waarden bij de primaire mengsels, zie onderstaande grafiek (Figuur 127). De variaties van vezellengte en vezelinhoud binnen de TV-mengsels leveren geen verschillen (significantie 10%). Binnen de CV-mengsels geldt hetzelfde (significantie 45,4%), alsook bij de NH-mengsels (significantie 37,9%) en de GH-mengsels (significantie 98,9%). De vezellengte en vezelinhoud hebben bij de primaire mengsels kennelijk weinig invloed op de eerste-scheursterkte. Een ander vergelijkingscriterium is het vezeltype. Uit een dergelijke vergelijking blijkt dat er wel degelijk significante verschillen zijn in de eerste-scheursterkte. Meer bepaald blijken de vlasmengsels (van beide types) een significant grotere eerste-scheursterkte te hebben dan de hennepmengsels (van beide types). Het technisch en gecottoniseerd vlas stemmen overeen met een significantieniveau van 66,7%; de niet-gerote en de gerote hennep met een significantieniveau van 47,9%. De verklaring hiervoor is mogelijk de hogere pectine-inhoud van de hennepvezels, welke een vertraging van de hydratatie levert (Sedan et al., 2008).



Figuur 127: Gemiddelde eerste-scheursterkte bij primaire mengsels

Vervolgens wordt gekeken naar de eerste-scheursterkte bij de mengsels met geprehydrateerde onbehandelde vezels, alsook bij het PVA-mengsel (Figuur 128). Binnen de maximaal geprehydrateerde mengsels zijn er geen significante verschillen naargelang het vezeltype (significantie 72%). Tussen de minimaal (met extra water) geprehydrateerde mengsels onderling en het PVA-mengsel zijn er ook geen verschillen (significantie 63,9%). Het vezeltype heeft blijkbaar geen invloed meer op de eerste-scheursterkte bij het gebruik van deze minimale prehydratatie. Bovendien nemen de mengsels met natuurlijke vezels bij minimale prehydratatie een initiële sterkte aan

vergelijkbaar met deze van het PVA-mengsel. De sterkte van het mengsel **TV 2 C – h\*** wijkt bovendien niet af van het mengsel **TV 2 C – h**, met een significantieniveau van 34,6%. Hieruit blijkt dat de eerste-scheursterkte bij minimale prehydratatie niet afhangt van het al of niet gebruiken van extra water bij de voorbevochtiging. Vervolgens kan de vergelijking tussen mengsels met maximale prehydratatie en deze met minimale prehydratatie (met extra water) gemaakt worden. Er blijken geen significante verschillen op te treden (significantie 16,4%). Evenwel is de gemiddelde sterkte bij maximale prehydratatie lager dan bij minimale prehydratatie. Dit is een gevolg van de zwakkere cementmatrix door de verhoogde W/C-factor.

Een vergelijking kan gemaakt worden tussen het PVA-mengsel, de primaire mengsels met vlas en de primaire mengsels met hennep. Hieruit volgt dat de eerste-scheursterkte van PVA 2 overeenstemt met deze van de primaire hennepmengsels (significantie 30,9%), maar significant lager ligt dan deze van de primaire vlasmengsels. Tenslotte wordt geverifieerd of de mengsels met minimaal geprehydrateerde vlasvezels verschillen van de primaire mengsels met vlasvezels. Dit blijkt niet het geval te zijn (significantie 19,8%).



Figuur 128: Gemiddelde eerste-scheursterkte voor mengsels met geprehydrateerde vezels en PVA

Ook de invloed van de chemische behandelingen op de eerste-scheursterkte kan bepaald worden. Dit gebeurt via onderstaande grafiek (Figuur 129). De mengsels met (minimaal geprehydrateerde) onbehandelde vezels en gelijke vezelinhoud staan er ook in vermeld ter referentie. Eerst werd het effect van de chemische behandelingen per vezeltype nagekeken. Binnen de mengsels met TV-vezels bleken reeds significante verschillen op te treden. Het mengsel TV 2 C – h – Z, alsook de mengsels TV 2 C – h – AH en TV 2 C – h – S nemen de grootste waarden aan van de gemiddelde eerste-scheursterkte. Mengsels zoals TV 2 C – h – N2 en TV 2 C – h – N6 behalen slechts kleine waarden voor deze karakteristiek. Ook de mengsels versterkt met chemisch behandelde CV-vezels verschilden significant van elkaar. De oorzaak ligt voornamelijk bij de hoge waarden van de gemiddelde eerste-scheursterkte van het mengsel CV 2 C – h – N10 en in mindere mate deze van de mengsels CV 2 C – h – P en CV 2 C – h – AH. Alle behandelingen brachten een gemiddeld grotere eerste-scheursterkte teweeg dan bij de onbehandelde CV-mengsels. Bij de NH-mengsels resulteerden de chemische behandelingen niet in significante sterkteverschillen (significantieniveau 40%). Er kan evenwel gewezen worden op de gemiddeld hoge sterktewaarde van NH 2 C – h – Z. Binnen de GH-mengsels treden ook geen significant verschillende waarden op (significantie 6,5%). De beduidend

hogere waarde van de gemiddelde scheursterkte van het mengsel **GH 2 C – h – AH** dient niettemin opgemerkt te worden. Tenslotte kan nog een zekere trend opgemerkt worden dat de silaanbehandeling en de acetylering een verhoogde eerste-scheursterkte bewerkstelligen voor mengsels van alle vezeltypes.



Figuur 129: Gemiddelde eerste-scheursterkte voor mengsels met chemisch behandelde vezels

### 4.4.2.3 Buigtreksterkte

In deze sectie wordt de buigtreksterkte, de ultieme waarde van de buigtrekspanningen tijdens de vierpuntsbuigproef, beschouwd en vergeleken. Bij proefstukken waar geen of onvoldoende versteviging optrad na de eerste scheur was de waarde van de grootste buigtrekspanning gelijk aan deze van de eerste-scheursterkte en werd deze waarde aangenomen voor de buigtreksterkte. Dit is onder meer het geval voor alle primaire mengsels, waar de eerste-scheursterkte overeenkwam met de maximale spanningswaarde. De vergelijking van de buigtreksterktes komt in deze gevallen dus overeen met hetgeen hierboven werd besproken in paragraaf 4.4.2.2. Er wordt onmiddellijk overgegaan tot de bespreking van de buigtreksterkte bij de geprehydrateerde mengsels en het PVAmengsel aan de hand van onderstaande grafiek (Figuur 130). Er blijken tussen de mengsels in deze grafiek globaal significante verschillen op te treden. De vier mengsels met de hoogste significant vergelijkbare waarden van de buigtreksterkte zijn TV 2 C - h, TV 1,5 C - h, CV 1,5 C - h en PVA 2. Hoewel de buigtreksterkte van TV 2 C - h en PVA 2 niet significant van elkaar verschillen (significantie 6,3%), is het toch duidelijk dat de buigtreksterkte van het TV-mengsel grotere waarden aanneemt dan deze van het PVA-mengsel. Niet alle PVA-proefstukken werden belast tot verweking optrad. Het is dus waarschijnlijk dat de effectieve buigtreksterkte van de mengsels hoger zou liggen dan de hier gemeten waarden.



Figuur 130: Gemiddelde buigtreksterkte voor mengsels met geprehydrateerde vezels en PVA

Vervolgens worden de buigtreksterktes van de mengsels met chemisch behandelde vezels onderzocht. De overeenkomstige gemiddelde waarden staan hieronder weergegeven (Figuur 131).



Figuur 131: Gemiddelde buigtreksterkte bij mengsels met chemisch behandelde vezels

De waarden van de buigtreksterkte worden voor elk vezeltype bij alle behandelingen onderling vergeleken. Voor de mengsels met TV-vezels kunnen onderlinge significante verschillen opgemerkt worden. De behandelingen met peroxide en de alkalisaties met 6 m% en 10 m% verlagen de buigtreksterkte aanzienlijk ten aanzien van het mengsel zonder behandeling. Bovendien wordt erop gewezen dat enkel bij de zuurbehandeling en de acetylering een gemiddelde waarde bekomen wordt soortgelijk aan deze bij onbehandelde vezels. Ook bij de CV-mengsels treden significante verschillen op. Er wordt gewezen op de sterk verhoogde waarde van de buigtreksterkte bij een alkalisatie met 10 m% van de CV-vezels. Bovendien geven alle behandelingen bij CV een verhoging van de buigtreksterkte, net zoals bij de eerste-scheursterkte het geval was.

De mengsels met NH-vezels vertonen geen significante verschillen (significantieniveau 50%). De waarden van de buigtreksterktes liggen voor alle chemische behandelingen in de buurt van de sterkte van het mengsel met onbehandelde vezels. Voor de GH-mengsels geeft de ANOVA-test aan dat er net geen significante verschillen tussen de onderlinge mengsels bestaan aangezien het

significantieniveau 5,3% is. De alkalisatie met 6 m% NaOH en de acetylering geven verhogingen van de buigtreksterkte ten opzichte van het mengsel met onbehandelde vezels.

#### 4.4.2.4 Versteviging

Een laatste mechanische karakteristiek welke hier beschouwd wordt, is de rek welke optreedt tijdens de versteviging. Deze werd gedefinieerd als zijnde het verschil tussen de rek bij het behalen van de buigtreksterkte, , en de rek bij de vorming van de eerste scheur, . Indien de versteviging niet van die aard was dat er een grotere buigtreksterkte dan de eerste-scheursterkte optrad, werd een nulwaarde voor de versteviging weerhouden. Figuur 132 geeft een overzicht van alle mengsels waarbij de versteviging een waarde verschillend van nul aannam. Hierbij zijn naast gemiddelde en standaardafwijking ook de maximale waarden gegeven van de versteviging.



Figuur 132: Gemiddelde versteviging bij betreffende mengsels

Statistische analyse toont aan dat er significante verschillen bestaan tussen de bereikte gemiddelde waarden. De hoogste gemiddelde waarde is deze van het PVA-mengsel. De mengsels met natuurlijke vezels die de grootste gemiddelde verstevigingen ondergaan, zijn **GH 2 C – h – N2** en **TV 2 C – h**, gevolgd door **TV 2 C – h – N2** en **TV 2 C – h – AH**. Gezien het wezenlijke verband tussen versteviging en meervoudige scheurvorming is het niet verrassend dat deze mengsels ook de beste meervoudige scheurvorming leverden. De onbehandelde (geprehydrateerde) vezels die de grootste versteviging geven zijn de TV-vezels, met significant grotere waarden dan de overige mengsels met onbehandelde vezels. De N2-behandeling levert de grootste gemiddelde verstevigingen voor de vezels, gevolgd door de N6-behandeling en de AH-behandeling. Globaal gezien bereiken de TV- en GH-mengsels de grootste waarden voor de versteviging. Betreffende de versteviging kan volgende reeks voor de chemische behandelingen voorgesteld worden: N2 > AH ≈ N6 > Z > S ≈ P > N10.

De grootste maximale waarde van de versteviging wordt bereikt door **GH 2 C – h – N2** met een waarde van 1,42%. De tweede grootste is deze van **PVA 2**. Opnieuw wordt erop gewezen dat de proefstukken van het PVA-mengsel slechts werden belast tot een maximale rek van ongeveer 1,2%,

terwijl nog steeds versteviging optrad. De werkelijke maximale rek bij versteviging is dus groter dan de waarde die hier bepaald is. Vervolgens zijn de grootste maximale verstevigingen bij de mengsels TV 2 C – h en TV 2 C – h – AH te vinden.

#### 4.4.2.5 Scheurvorming

Om de scheurvorming te vergelijken wordt uitsluitend naar de proefstukken met meervoudige scheurvorming gekeken, De gemiddelde scheurwijdtes worden hieronder gegeven voor alle meervoudig gescheurde proefstukken (Figuur 132). Hierbij werden per proefstuk de scheurwijdtes gebruikt van alle optredende scheuren, met uitzondering van de finale grote scheur welke tijdens de verwekingsfase verder opengaat. Op de figuur worden op de rechteras ook het aantal scheuren weergegeven.



Figuur 133: Gemiddelde scheurwijdte bij meervoudig gescheurde mengsels

Het valt op dat de mengsels met hennepvezels de grootste scheurwijdten hebben, terwijl de mengsels met vlasvezels vrij beperkte scheurwijdten optreden. Anderzijds valt ook algemeen op dat de scheurwijdten toenemen met een kleiner aantal scheuren en afnemen bij een groot aantal scheuren. Uitzonderingen hierop zijn bijvoorbeeld CV 2 C – h – S, GH 2 C – h – N10 en CV 2 C – h – Z, welke fijne scheurwijdten hebben ondanks een laag aantal scheuren. Tenslotte wordt opgemerkt dat de alkalisatiebehandeling met 6 m% NaOH de grootste scheurwijdten teweegbrengt.

# 4.5 Zelfheling en microscopisch onderzoek

In deze sectie wordt onderzocht wat de aard is van de scheurvorming bij de proefstukken en welke zelfheling optreedt in de gevormde scheuren.

# 4.5.1 Scheuronderzoek: algemeen

## 4.5.1.1 Primaire mengsels

Door de lage vezelinhoud van de primaire mengsels trad onvoldoende brugvorming van de vezels op om meervoudige scheurvorming te initiëren. Hierdoor kon per proefstuk slechts één hoofdscheur worden onderzocht. Bij het optreden van scheursplitsingen (e.g. Figuur 134) werden de partiële scheuren ook onderzocht en opgemeten.



Figuur 134: Scheursplitsing bij TV 0,5 C (c)

Het primaire doel van de vierpuntsbuigproeven was om meervoudige scheurvorming te verkrijgen in de proefstukken. De proef eindigde pas wanneer er een duidelijke verweking van het materiaal was. Hierdoor werd in sommige gevallen tot een grote rek belast, waardoor de enkelvoudige scheuren grote scheurwijdtes verkregen. Partiële scheuren konden zeer kleine waarden aannemen van de scheurwijdte. Dit wordt hieronder geïllustreerd (Figuur 135).



Figuur 135: Scheurwijdtes bij GH 1 C (a), (a) en TV 0,5 C (c), (b)
Scheuren traden veelal op ter plaatse van lokale verzwakkingen zoals microporositeiten in het oppervlak en holtes (Figuur 136).



Figuur 136: Scheuren ter plaatse van microporositeiten (a) en ter plaatse van een kleine holte (b)

Bij het vormen van de scheur werden de natuurlijke vezels gedeeltelijk uit de cementmatrix getrokken om zo een zekere overbrugging van de scheur te voltrekken (Figuur 137). De vezels werden gedeeltelijk uitgetrokken en braken pas bij verhoging van de rek. Dit duidt op een relatief lage waarde van de chemische binding G<sub>d</sub> bij de onbehandelde natuurlijke vezels, maar voldoende groot om een krachtsoverdracht te realiseren. De vezeluittrekking was groter bij de hennepvezels dan bij de vlasvezels, hetgeen duidt op een lagere chemische binding met de cementmatrix. Een mogelijke verklaring is de lagere waterabsorptie van de hennepvezels (zie paragraaf 4.1.2). Dit duidt op een lager aantal hydroxylgroepen dat beschikbaar is voor de binding met de matrix.



Figuur 137: Vezeluittrekking bij TV 0,5 B (c)

Controle van de zelfheling vond plaats na 14 dagen door microscopisch onderzoek van de scheuroppervlakken. Kleine scheuren (< 35  $\mu$ m) heelden bijna steeds volledig. Grote scheuren (> 50  $\mu$ m) gaven beperkte heling. Dit wordt aan de hand van enkele microscopische beelden aangetoond voor de vier natuurlijke basisvezels. Onderstaande afbeeldingen (Figuur 138) tonen de volledige heling van een 30  $\mu$ m scheur bij een mengsel met TV-vezels. De witte opvulling van de scheur geeft de vorming van nieuwe calcietkristallen aan.



Figuur 138: Scheur bij TV 1 B (a) na breking (a) en na 14 dagen (b)

Een scheur van 82 μm was te breed om significante zelfheling te bekomen (Figuur 139). Nieuwgevormde kristallen zijn zichtbaar aan de randen, maar de scheurwijdte verminderde amper na 14 dagen nat/droog-cycli.



Figuur 139: Scheur bij TV 1 A (c) na breking (a) en na heling (b)

Een middelmatige scheur van 40 µm heelde gedeeltelijk na 14 dagen (Figuur 140).



Figuur 140: Scheur bij TV 0,5 B (b) na breking (a) en na zelfheling (b)

Analoge verschijnselen traden op bij de primaire mengsels met andere typen natuurlijke vezels. Door de grote scheurwijdten zijn er voor vele mengsels echter geen resultaten met volledige zelfheling. Figuur 141 geeft de gedeeltelijke dichting weer van een 21 µm scheur bij een mengsel met CV-vezels.



Figuur 141: Scheur bij CV 0,5 A (a) na breking (a) en na zelfheling (b)

Een bredere scheur van 65  $\mu$ m vertoonde een beperkte heling en kende dus slechts een lichte vermindering van de scheurwijdte (Figuur 142). Een proefstuk van het type **NH 1 C** met een scheur van 23  $\mu$ m vertoonde net geen volledige zelfheling na behandeling met nat/droog-cycli (Figuur 143).



Figuur 142: Scheur bij CV 0,5 C (a) na breking (a) en na zelfheling (b)



Figuur 143: Scheur bij NH 1 C (b) na breking (a) en na zelfheling (b)

Een scheur van 87  $\mu$ m bij een proefstuk van type *NH 0,5 C* toonde amper zelfheling, zoals te zien in onderstaande figuur (Figuur 144).



Figuur 144: Scheur bij NH 0,5 C (c) na breking (a) en na zelfheling (b)

Een scheurwijdte van 46  $\mu$ m bij een GH-mengsel leverde relatief goede zelfheling (Figuur 145). Bij een grotere scheur van 62  $\mu$ m werd calciet op het proefstukoppervlak aan de randen van de scheur gevormd (zie aanduidingen), maar trad er geen dichting van de scheurwijdte op (Figuur 146).



Figuur 145: Scheur bij GH 0,5 B (c) na breking (a) en na zelfheling (b)



Figuur 146: Scheur bij GH 0,5 A (b) na breking (a) en na zelfheling (b)

4.5.1.2 Mengsels met geprehydrateerde vezels en met PVA

Zowel de mengsels met minimaal (met extra water) geprehydrateerde vezels als het PVA-mengsel werden diepgaander geanalyseerd. De eerste week na beproeving werden de scheuren om de twee dagen microscopisch onderzocht en tenslotte nogmaals na 14 dagen. Op deze wijze kon de progressie van de zelfheling beschouwd worden.

Doordat de mengsels in deze sectie veelal meervoudig scheurden waren zowel fijne, als minder fijne scheuren beschikbaar voor onderzoek. Zeer fijne scheuren heelden in sommige gevallen reeds na twee nat/droog-cycli. Dit wordt geïllustreerd in onderstaande sequentie (Figuur 147) voor een scheur in een PVA-proefstuk met initiële wijdte van 22  $\mu$ m. Het tijdstip van het onderzoek wordt weergegeven in de rechterbovenhoek in aantal dagen na scheuraanbreng.



Figuur 147: Scheuronderzoek om de twee dagen, PVA 2 (c)

Dit was bijvoorbeeld ook het geval bij een scheur van 23  $\mu$ m in proefstuk (b) van type **TV 1,5 C – h**, zie onderstaande sequentie (Figuur 148).



Figuur 148: Scheuronderzoek om de twee dagen, TV 1,5 C – h (b)

Sommige fijne scheuren hadden vier dagen nat/droog-cycli nodig om volledig te helen, zoals bij een scheur van 23  $\mu$ m bij een proefstuk van type **CV 2 C** – **h**, hieronder weergegeven (Figuur 149).



Figuur 149: Scheuronderzoek om de twee dagen, CV 2 C - h (b)

Bredere scheuren heelden pas volledig na 14 dagen. Dit was het geval bij een scheur van 38 µm van een PVA-proefstuk, zie onderstaande sequentie (Figuur 150).

Uitzonderlijk kwamen in bepaalde gevallen fijne scheuren voor welke echter zelfs na 14 dagen geen volledige sluiting van de scheur vertoonden. Een voorbeeld hiervan wordt hieronder weergegeven (Figuur 151), voor een scheur met initiële wijdte van 18 µm bij een proefstuk van mengseltype **PVA 2**.



Figuur 150: Scheuronderzoek om de twee dagen en na 14 dagen, PVA 2 (c)



Figuur 151: Scheuronderzoek om de twee dagen en na 14 dagen, PVA 2 (a)

### 4.5.1.3 Mengsels met chemisch behandelde vezels

De mengsels met chemisch behandelde vezels werden tweemaal microscopisch onderzocht, juist na breking en na een periode van 14 dagen nat/droog-cycli. Opnieuw bleken fijnere scheuren (< 35  $\mu$ m) in de meeste gevallen volledig te helen, terwijl bij grotere scheuren (> 50  $\mu$ m) meestal beperktere zelfheling optrad. Middelmatige scheuren (35  $\mu$ m - 50  $\mu$ m) heelden bij deze mengsels ook vaak volledig.

Voor de mengsels die enkelvoudig braken zorgden de hoge maximale rekken voor zeer wijde scheuren welke weinig zelfheling vertoonden. Dit wordt hieronder geïllustreerd voor een scheur van 149 μm bij een proefstuk van type **CV 2 C - h - P** (Figuur 152). Er treedt wel lichte calcietaangroei op aan de randen, waardoor de scheurwijdte vernauwt, maar relatief gezien blijft de zelfheling beperkt.



Figuur 152: Vergelijking van scheur bij CV 2 C - h - P (a), na breking (a) en na 14 dagen nat/droog-cycli (b)

Bij sommige (brede) scheuren was de vorming van kristallen zeer duidelijk zichtbaar. Dit kan gezien worden bij onderstaande scheur (Figuur 153) bij een proefstuk van het mengseltype **NH 2 C - h - N2**. De oorspronkelijke scheur van 190  $\mu$ m vernauwt na 14 dagen door de kristalgroei aan de scheurzijden tot een wijdte van 136  $\mu$ m.



Figuur 153: Vergelijking van scheur bij NH 2 C - h - N2 (a), na breking (a) en na 14 dagen nat/droog-cycli (b)

Voor fijnere scheuren trad volledige zelfheling op. Ter illustratie wordt de volledige zelfheling van een scheur van 44  $\mu$ m bij een mengseltype **GH 2 C - h - N10** hieronder getoond (Figuur 154). Een tweede voorbeeld wordt gegeven voor een scheur bij proefstuk (c) van type **NH 2 C - h - N10**, met een initiële scheurwijdte van 47  $\mu$ m (Figuur 155). De kristalgroei is in beide gevallen goed zichtbaar op de geheelde proefstukken.



Figuur 154: Vergelijking van scheur bij GH 2 C - h - N10 (b), na breking (a) en na 14 dagen nat/droog-cycli (b)



Figuur 155: Vergelijking van scheur bij NH 2 C - h - N10 (c), na breking (a) en na 14 dagen nat/droog-cycli (b)

# 4.5.2 Scheuronderzoek: calcietvorming op vezels

Tijdens het microscopisch onderzoek van de scheuren werd bovendien ook vastgesteld dat zelfhelingsproducten zich vormden ter plaatse van de natuurlijke vezels. Dit wordt hieronder aangetoond voor de verschillende vezeltypes, na 14 dagen nat/droog-cycli. De vorming van zelfhelingsproducten op PVA-vezels werd reeds in het verleden aangetoond (Homma et al., 2009).

De grootste aangroei van calciet trad op bij mengsels met GH-vezels, zoals hieronder weergegeven (Figuur 156 en Figuur 157). Een mogelijke verklaring is dat bij het roten het relatieve aandeel aan vezelcellulose werd verhoogd. Cellulose vormt de belangrijkste structuur van de vezels en bezit veel hydroxylgroepen zodanig dat zelfhelingsproducten zich er gemakkelijk aan kunnen hechten. Bij het roten werd bovendien een deel van de pectine en de hemicellulose verwijderd, hetgeen ook positief

kan zijn voor de zelfhelingsproducten. Dit zijn namelijk structuren die degraderen in een cementomgeving en dus weinig geschikt zijn voor aanhechting.



Figuur 156: Vorming van calciet op GH-vezel bij GH 2 C – h (a)



Figuur 157: Vorming van calciet op GH-vezel bij GH 2 C – h – N2 (a)

Ook bij de TV-vezels was er een duidelijke aangroei van kristallen waarneembaar na 14 dagen (Figuur 158 en Figuur 159).



Figuur 158: Vorming van calciet op TV-vezel bij TV 2 C – h – N2 (c)



Figuur 159: Vorming van calciet op TV-vezel bij TV 2 C – h – S (b)

Volgende beelden (Figuur 160) tonen de kristalgroei op een CV-vezel.



Figuur 160: Vorming van calciet op CV-vezel bij CV 1,5 C – h (b)

De vorming van kristallen op NH-vezels bleek in vele echter gevallen afwezig te zijn (Figuur 161). Een mogelijke verklaring is de lage ruwheid van het vezeloppervlak en de aanwezige pectine en hemicellulose.



Figuur 161: Beperkte vorming van calciet op NH-vezel bij NH 2 C - h (b)

# 4.5.3 Vergelijking van de bekomen zelfheling

Om een mogelijk effect van het mengseltype op de finale zelfheling (na 14 dagen nat/droog-cycli) te bepalen, werden de bekomen waarden van de heling per mengseltype vergeleken. Hierbij werd de relatieve scheurdichting in functie van de initiële scheurwijdte als maat beschouwd. Om duidelijke conclusies te kunnen kunnen maken over de gevonden resultaten, werden meervoudige variantieanalyses uitgevoerd met behulp van statistische software. Hierbij werd de scheurwijdte in rekening gebracht als secundaire variabele (covariabele). In de figuren werd waar mogelijk de best passende trendlijn per mengselreeks toegevoegd volgens een polynoom van de derde graad.

### 4.5.3.1 Primaire mengsels

Eerst werd de zelfheling binnen de primaire mengsels gecontroleerd. Om te kijken of er een effect was van de vezellengte of de vezelinhoud werden per mengseltype de bekomen waarden voor de scheurdichting uitgezet ten opzichte van de scheurwijdte na breking. Dit staat hieronder weergegeven (Figuur 162). Zeer algemeen gezien treden de grootste scheurdichtingen inderdaad op ter plaatse van de kleinste scheuren en treden de kleinste scheurdichtingen op ter plaatse van de grootste scheuren. Er is echter te veel variatie binnen de overige scheurtypes om enig onderscheid te maken tussen de zelfhelingen bij mengsels met verschillende vezellengte of vezelinhoud. Dit werd bevestigd door een meervoudige variantie-analyse welke geen significante verschillen in zelfheling vond tussen de mengsels (significantie 53,2%).



Figuur 162: Relatieve scheurdichting bij primaire GH-mengsels

Vervolgens kan de invloed van het vezeltype op de zelfheling worden geverifieerd. Omwille van de hierboven beschreven resultaten werd geen rekening meer gehouden met de mogelijke invloed van vezellengte en vezelinhoud. Onderstaande grafiek (Figuur 163) geeft de zelfhelingen weer voor de primaire mengsels, gerangschikt per gebruikt vezeltype. Voor de TV-mengsels en de GH-mengsels werd een trendlijn toegevoegd. Bij de overige mengsels lag de cluster meetwaarden in een te klein gebied om een trendlijn toe te voegen. De algemene lijn is opnieuw duidelijk dat kleine scheuren betere scheurdichting vertonen.



Figuur 163: Relatieve scheurdichting bij primaire mengsels, per vezeltype

Een meervoudige variantieanalyse van de resultaten van de scheurdichting, rekening houdend met de scheurwijdte en het mengseltype, gaf aan dat er significante verschillen waren tussen de mengsels. Volgens de trendlijnen blijken de TV-mengsels een iets betere zelfheling te bekomen ten opzichte van de GH-mengsels. Dit werd gestaafd door de statistische analyse. De TV-mengsels bleken de grootste scheurdichting te bekomen. De CV- en NH-mengsels gaven iets kleinere gemiddelde scheurdichtingen dan het GH-mengsel, maar geen significante verschillen. Dit is ook te zien in volgende tabel (Tabel 20), welke de gemiddelde initiële scheurwijdtes geeft, de gemiddelde scheurdichtingen en de gemiddelden van de scheurdichting per vezeltype, gecorrigeerd voor een initiële scheurwijdte van 61  $\mu$ m. Er wordt onmiddellijk opgemerkt dat de grootste gemiddelde scheurwijdte.

Vezeltype	<i>w<sub>gem</sub></i> (μm)	SD <sub>gem</sub> (%)	SD <sub>gem,corr</sub> (%)
TV	38 (±24)	74 (±31)	69
CV	46 (±15)	42 (±9)	39
NH	47 (±17)	41 (±12)	38
GH	89 (±46)	36 (±21)	42

Tabel 20: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 61 µm) bij primaire mengsels

### 4.5.3.2 Mengsels met geprehydrateerde vezels en PVA

Vervolgens werd de zelfheling beschouwd binnen de mengsels met minimale (met extra water) voorbevochtigde vezels, alsook het PVA-mengsel. Volgende grafiek (Figuur 164) geeft de meetwaarden aan van de relatieve scheurdichting in functie van de initiële scheurwijdtes voor de mengsels met 1,5 vol.% vezels. De daaropvolgende grafiek (Figuur 165) geeft de meetwaarden voor de mengsels met 2 vol.% vezels. Bij beide grafieken is ook de heling bij het PVA-mengsel bijgevoegd ter **referentie**.



Figuur 164: Scheurdichting bij prehydratatie met 1,5 vol.% natuurlijke vezels en bij 2 vol.% PVA

Eerst en vooral wordt een grote spreiding van de resultaten opgemerkt. Dit is mogelijkerwijs ook een gevolg van het meetproces van de scheuren. De locaties van de twee opgemeten scheurwijdten per microscopisch beeld konden licht verschillen tussen de metingen voor en na de heling, waardoor additionele variaties ontstonden. Bij **GH 1,5 C – h** was er te veel spreiding op de resultaten om een duidelijke trendlijn toe te voegen.



Figuur 165: Scheurdichting bij prehydratatie met 2 vol.% natuurlijke vezels en bij PVA-vezels

Om de significante verschillen te bepalen werd gebruik gemaakt van een meervoudige variantieanalyse over alle mengsels. De mengsels verschilden echter globaal gezien niet van elkaar (significantieniveau 16%). Desondanks zijn er duidelijke trends waarneembaar. In beide grafieken heeft PVA de beste mate van zelfheling, omwille van de zeer fijne scheurwijdtes. Bij 2 vol.% presteert

het TV-mengsel het best van alle mengsels met natuurlijke vezels. De GH-mengsels vertoonden de slechtste heling in alle gevallen door de grote waarden van de scheurwijdtes.

Er kan ook een vergelijking gemaakt worden met de primaire vezels. Hieruit blijkt wel dat er significante verschillen zijn. Meer bepaald nemen alle mengsels met geprehydrateerde vlasvezels (TV en CV), alsook het PVA-mengsel, significant hogere waarden aan voor de scheurdichting dan de primaire mengsels met CV-, NH- en GH-vezels. Het primaire mengsel met TV-vezels presteert gelijkaardig aan de geprehydrateerde mengsels. Deze resultaten worden geïllustreerd in volgende tabel (Tabel 21), die de gemiddelden geeft van de scheurdichting per mengsel, gecorrigeerd voor een initiële scheurwijdte van 71  $\mu$ m, alsook de gemiddele initiële scheurwijdtes en de werkelijke gemiddelde scheurdichting. De grootste gemiddelde scheurdichting treedt telkens op bij de fijnste inititiële scheurwijdtes.

Mengseltype	<i>w<sub>gem</sub></i> (μm)	$SD_{gem}$ (%)	SD <sub>gem,corr</sub> (%)
TV 1,5 C – h	95 (±52)	52 (±27)	55
CV 1,5 C – h	134 (±69)	42 (±20)	55
NH 1,5 C – h	135 (±24)	46 (±13)	51
GH 1,5 C – h	146 (±33)	28 (±11)	46
TV 2 C – h	48 (±47)	54 (±14)	56
CV 2 C – h	38 (±29)	70 (±28)	61
NH 2 C – h	164 (±63)	34 (±18)	53
GH 2 C – h	158 (±42)	39 (±15)	47
PVA 2	35 (±21)	76 (±25)	66

Tabel 21: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 71 µm) bij prehydratatie

### 4.5.3.3 Mengsels met chemisch behandelde vezels

In deze sectie worden de zelfheling van de mengsels met chemisch behandelde vezels beschouwd. Dit gebeurd door voor elk vezeltype de effecten van de verschillende behandelingen naast elkaar te plaatsen en te vergelijken. De mengsels met onbehandelde, minimaal geprehydrateerde vezels werden telkens ter **referentie** bijgevoegd.

# 4.5.3.3.1 Chemische behandelingen van TV-vezels

De eerste beschouwde mengsels zijn deze vervaardigd met behulp van technische vlasvezels. De globale resultaten van de zelfheling staan hieronder weergegeven (Figuur 166). De meervoudige variantieanalyse toonde aan dat er significante verschillen optraden tussen de verschillende mengsels. Het best helende mengsel was TV 2 C - h - N2, welke bovendien een significant hogere zelfheling bekwam dan de mengsels TV 2 C - h - N6, TV 2 C - h - Z, TV 2 C - h - AH en TV 2 C - h. Het slechtste mengsel was TV 2 C - h - Z, dat significant slechtere heling vertoonde dan TV 2 C - h - N2, TV 2 C - h - P en TV 2 C - h - AH. Deze resultaten komen bovendien goed overeen met de getoonde trendlijnen op de figuur. De trendlijn van TV 2 C - h - N2 neemt de hoogste waarden aan, terwijl TV 2 C - h - Z de laagste mate van scheurdichting toont.



Figuur 166: Effect van chemische behandeling op relatieve scheurdichting bij TV-mengsels

Deze resultaten worden tenslotte hieronder nog concreet voorgesteld met de gecorrigeerde gemiddelde scheurdichting voor alle mengsels, bij een initiële scheurwijdte van 57  $\mu$ m, samen met de gemiddelde initiële scheurwijdten (Tabel 22). De beste gemiddelde scheurdichting trad opnieuw op bij het mengsel met de laagste gemiddelde scheurwijdte. Hierbij is het ook van belang op te merken dat een enkele grote scheur de gemiddelde zelfheling sterk kan doen beïnvloeden.

Mengseltype	w <sub>gem</sub> (μm)	<b>SD<sub>gem</sub> (%)</b>	SD <sub>gem,corr</sub> (%)
TV 2 C – h – S	124 (±15)	35 (±11)	65
TV 2 C – h – P	137 (±30)	36 (±9)	69
TV 2 C – h – N2	34 (±41)	82 (±33)	74
TV 2 C – h – N6	95 (±50)	40 (±24)	61
TV 2 C – h – N10	141 (±27)	20 (±12)	56
TV 2 C – h – Z	70 (±44)	36 (±46)	53
TV 2 C – h – AH	40 (±29)	71 (±30)	66
TV 2 C – h	48 (±47)	54 (±14)	62

Tabel 22: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 57 μm) bij TV-mengsels

# 4.5.3.3.2 Chemische behandelingen van CV-vezels

De tweede beschouwde reeks zijn de mengsels versterkt met gecottoniseerde vlasvezels. De waarden van de relatieve scheurdichting per mengseltype staan weergegeven in onderstaande grafiek (Figuur 167). Een meervoudige variantieanalyse geeft aan dat er geen significante verschillen bestaan tussen de CV-mengsels (significantieniveau 47,1%). Desondanks zijn er zekere trends

afleidbaar uit de statistisch bepaalde, gecorrigeerde gemiddelde scheurdichtingen, hierna volgend weergegeven voor een scheur van 71  $\mu$ m (Tabel 23), en de trendlijnen in de figuur.



Figuur 167: Effect van chemische behandeling op relatieve scheurdichting bij CV-mengsels

Mengseltype	(µm)	(%)	(%)
CV 2 C – h – S	67 (±28)	54 (±26)	54
CV 2 C – h – P	112 (±51)	39 (±30)	58
CV 2 C – h – N2	142 (±42)	29 (±24)	60
CV 2 C – h – N6	92 (±34)	48 (±31)	57
CV 2 C – h – N10	108 (±13)	43 (±16)	55
CV 2 C – h – Z	58 (±28)	47 (±36)	44
CV 2 C – h – AH	65 (±41)	53 (±32)	49
CV 2 C – h	38 (±29)	70 (±28)	55

Tabel 23: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 71  $\mu$ m) bij CV-mengsels

De figuur toont aan dat de beste scheurdichting optreedt bij mengsels waarvan de vezels met een alkalisatie van 2 m% of 6 m% behandeld zijn en deze die met peroxide behandeld zijn. Dit stemt overeen met de gecorrigeerde gemiddelden. Ook de lage dichtingswaarden van de mengsels met zuurbehandeling en acetylering in de figuur komen overeen met de tabelwaarden. Opnieuw treedt de hoogste gemiddelde scheurdichting op bij de gemiddeld kleinste scheurwijdten.

### 4.5.3.3.3 Chemische behandelingen van NH-vezels

De volgende mengsels welke gecontroleerd worden inzake scheurdichting zijn deze met niet-gerote hennepvezels. De grafiek hieronder (Figuur 168) geeft de waarden en trendlijnen weer van de scheurdichting bij de chemische behandelingen. Statistische analyse toonde aan dat de scheurdichting significante verschillen vertoonde afhankelijk van het type chemische behandeling. De grootste scheurdichting trad op bij de proefstukken met gealkaliseerde NH-vezels (6 m%). Deze was significant groter dan de dichting bij alle overige mengsels, met uitzondering van de mengsels met alkalisatie bij 2 m% en 10 m%. De drie alkalisatieprocedures leverden dus de beste karakteristieken voor de scheurdichting. De zuurbehandeling leverde de slechtste gemiddelde zelfheling, met een waarde significant kleiner dan bij alle ander mengsels, met uitzondering van het mengsel met acetylering van de vezels.



Figuur 168: Effect van chemische behandeling op relatieve scheurdichting bij NH-mengsels

De statistische resultaten worden vrij goed gevolgd door de trendlijnen in de grafiek. De alkalisatiebehandelingen geven hoge scheurdichtingen. De zuurbehandeling en de acetylering geven de laagste waarden. Enkel de hoge trendlijnwaarden van de silaanbehandeling komen niet volledig overeen met de analyse.

Tenslotte worden de gecorrigeerde gemiddelde scheurdichtingen bij 122 μm gegeven ter illustratie, samen met de gemiddelde initiële scheurwijdten en de werkelijke scheurdichtingen (Tabel 24). Kleine scheurwijdten vertonen de beste gemiddelde scheurdichting.

Mengseltype	(μm)	(%)	(%)
NH 2 C – h – S	78 (±27)	52 (±24)	42
NH 2 C – h – P	130 (±57)	35 (±34)	40
NH 2 C – h – N2	94 (±56)	53 (±29)	50
NH 2 C – h – N6	249 (±97)	26 (±16)	57
NH 2 C – h – N10	149 (±79)	41 (±34)	50
NH 2 C – h – Z	111 (±47)	22 (±22)	23
NH 2 C – h – AH	182 (±20)	28 (±16)	33
NH 2 C – h	164 (±63)	34 (±18)	40

Tabel 24: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w =  $122 \mu m$ ) bij NH-mengsels

### 4.5.3.3.4 Chemische behandelingen van GH-vezels

Tenslotte wordt ook het effect van de chemische behandelingen op de scheurdichting bij de NHmengsels bepaald. Onderstaande grafiek geeft een overzicht van de gemeten waarden (Figuur 169). Er traden significant verschillende scheurdichtingen op tussen de verscheidene mengsels. De behandeling met silaan leverde de proefstukken met de grootste gemiddelde relatieve scheurdichtingen. De tweede beste behandeling was de vezelalkalisatie met 2 m% NaOH. Deze beide behandelingen gaven significant hogere waarden voor de scheurdichting dan de proefstukken met gealkaliseerde vezels (met 6 m% NaOH), zuurbehandelde vezels, geacetyleerde vezels en onbehandelde vezels. De onbehandelde vezels gaven de slechtste resultaten, met een scheurdichting welke lagere waarden gaf dan alle chemische behandelingen. Deze resultaten komen goed overeen met de trendlijnen in de figuur.



Figuur 169: Effect van chemische behandeling op relatieve scheurdichting bij GH-mengsels

Hieronder worden de werkelijke scheurdichtingen gegeven, alsook de gecorrigeerde gemiddelde scheurdichtingen bij 104  $\mu$ m en de initiële scheurwijdten (Tabel 25). Het verband tussen scheurwijdte en effectieve scheurdichting is gelijkaardig als in bovenstaande paragrafen.

GH 2 C - h - S161 (±101)56 (±36)65GH 2 C - h - P164 (±81)41 (±32)55GH 2 C - h - N264 (±64)73 (±32)61GH 2 C - h - N6176 (±67)26 (±16)44GH 2 C - h - N10172 (±107)34 (±34)55GH 2 C - h - Z181 (±118)37 (±28)51GH 2 C - h - AH127 (±79)45 (±32)46	Mengseltype	w <sub>gem</sub> (μm)	$SD_{gem}$ (%)	SD <sub>gem,corr</sub> (%)
GH 2 C - h - P164 (±81)41 (±32)55GH 2 C - h - N264 (±64)73 (±32)61GH 2 C - h - N6176 (±67)26 (±16)44GH 2 C - h - N10172 (±107)34 (±34)55GH 2 C - h - Z181 (±118)37 (±28)51GH 2 C - h - AH127 (±79)45 (±32)46	GH 2 C – h – S	161 (±101)	56 (±36)	65
GH 2 C - h - N2 $64 (\pm 64)$ $73 (\pm 32)$ $61$ GH 2 C - h - N6 $176 (\pm 67)$ $26 (\pm 16)$ $44$ GH 2 C - h - N10 $172 (\pm 107)$ $34 (\pm 34)$ $55$ GH 2 C - h - Z $181 (\pm 118)$ $37 (\pm 28)$ $51$ GH 2 C - h - AH $127 (\pm 79)$ $45 (\pm 32)$ $46$	GH 2 C – h – P	164 (±81)	41 (±32)	55
GH 2 C - h - N6176 (±67)26 (±16)44GH 2 C - h - N10172 (±107)34 (±34)55GH 2 C - h - Z181 (±118)37 (±28)51GH 2 C - h - AH127 (±79)45 (±32)46	GH 2 C – h – N2	64 (±64)	73 (±32)	61
GH 2 C - h - N10 $172 (\pm 107)$ $34 (\pm 34)$ $55$ GH 2 C - h - Z $181 (\pm 118)$ $37 (\pm 28)$ $51$ GH 2 C - h - AH $127 (\pm 79)$ $45 (\pm 32)$ $46$	GH 2 C – h – N6	176 (±67)	26 (±16)	44
GH 2 C - h - Z 181 (±118) 37 (±28) 51   GH 2 C - h - AH 127 (±79) 45 (±32) 46   CH 2 C - h - AH 127 (±79) 45 (±32) 46	GH 2 C – h – N10	172 (±107)	34 (±34)	55
<b>GH 2 C – h – AH</b> 127 (±79) 45 (±32) 46	GH 2 C – h – Z	181 (±118)	37 (±28)	51
	GH 2 C – h – AH	127 (±79)	45 (±32)	46
<b>GH 2 C – h</b> 158 (±42) 39 (±15) 28	GH 2 C – h	158 (±42)	39 (±15)	28

Tabel 25: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 104 µm) bij GH-mengsels

### 4.5.3.3.5 Vergelijking van de vezeltypes

Tenslotte wordt voor een enkele chemische behandeling de vergelijking gemaakt van het effect van de vezeltypes op de scheurdichting. Er wordt gekozen voor de behandeling met de beste resultaten, namelijk de alkalisatie met 2 m% NaOH. Hieronder worden de resultaten ervan samengevat (Figuur 170). Net zoals bij de mengsels met (chemisch onbehandelde) geprehdydrateerde vezels uit paragraaf 4.5.3.2, blijken er geen significante verschillen op te treden tussen de verschillende vezeltypes (significantieniveau 11%).



Figuur 170: Effect van N2-behandeling op relatieve scheurdichting bij mengsels met verschillend vezeltype

# 4.5.3.3.6 Chemische behandelingen: slotsom

Algemeen bleek uit voorgaande paragrafen dat de alkalisatiebehandeling met 2 m% NaOH steeds een verbetering gaf van de scheurdichting ten opzichte van de onbehandelde mengsels en dit voor alle vezeltypes. De zuurbehandeling gaf steeds povere resultaten.

Een samenvatting van de gemiddelde effectieve scheurdichtingen wordt hieronder gegeven voor alle beschouwde mengsels (Figuur 171). De beste scheurdichting treedt op bij de mengsels van type **TV 2 C - h - N2**, **GH 2 C - h - N2** en **TV 2 C - h - AH**. Het is belangrijk op te merken dat er een grote overeenstemming is tussen de resultaten van het onderzoek naar scheurdichting en deze van het onderzoek naar meervoudige scheurvorming, zie paragraaf 4.3. Inderdaad blijkt in beide gevallen de N2-behandeling zeer goede resultaten te geven en heeft de zuurbehandeling slechts weinig positieve effecten.



Figuur 171: Gemiddelde scheurdichting per mengseltype

# 4.6 Mechanische eigenschappen van de natuurlijke vezels

# 4.6.1 Algemeen

De natuurlijke vezels werden onderworpen aan trekproeven met de TexTechno Favimat, zoals beschreven in paragraaf 3.3.6.2. De resultaten van deze proeven gaven de krachten weer in functie van de verplaatsing en werden dus omgerekend naar spanningen (cN/tex) in functie van de rek (%). Voor elk vezeltype werden minimaal 30 vezels beproefd.

Ter illustratie worden de bekomen spanning-rekdiagrammen voor onbehandelde TV-vezels hieronder weergegeven (Figuur 172). Uit deze proeven werden vervolgens de belangrijkste mechanische eigenschappen van de vezels bepaald. Deze worden in de volgende paragrafen besproken. De figuur geeft aan dat er grote spreiding is van de resultaten zowel voor de waarden van de rekken, als voor deze van de spanningen. Desalniettemin kan geobserveerd worden dat de algemene vorm van de spanning-rekcurve voor de vezels zeer gelijklopend is. Een eerste elastische fase geeft een (benaderend) lineaire spanningstoename tot aan het bereiken van de piekwaarde. Omdat de eerste fase niet volledig lineair is, worden de stijfheden van de vezels bepaald in twee verschillende rekintervallen (0,5%-1% en 1%-1,5%). Na de spanningspiek treedt breukinitiatie op in de vezels en dalen de spanningen sterk, totdat de vezel uiteindelijk faalt. In sommige gevallen zijn na de eerste spanningspiek nog kleinere secundaire pieken zichtbaar. Deze zijn een gevolg van de vezelopbouw in kleinere partiële vezels. De breukinitiatie van de vezels treedt niet noodzakelijk tegelijk op bij alle partiële vezels, waardoor een deel van de vezelstructuur een verdere toename in de spanningen kan meemaken. Dit resulteert in secundaire (kleinere) spanningspieken.



Trekspanning (cN/tex)

Figuur 172: Spanning-rekdiagrammen TV-vezels

# 4.6.2 Vergelijking van de mechanische eigenschappen

4.6.2.1 Basisvezels

Eerst werden de mechanische eigenschappen van de vier natuurlijke basisvezels onderzocht en vergeleken. De treksterkte is gegeven door de maximale trekspanning welke optreedt tijdens de trekproef. De hierna volgende grafiek (Figuur 173) geeft deze treksterktes weer voor de basisvezels. De TV-vezels en de GH-vezels hebben significant hogere treksterkten dan de CV-vezels en de NH-vezels. De treksterkten van de CV-vezels zijn gemiddeld lager dan deze van de NH-vezels, maar het verschil is niet significant (significantie 38,8%). De fijnere CV-vezels zijn enerzijds meer gevoelig voor defecten zoals kinkbanden en hebben anderzijds meer mechanische verwerking ondergaan, zodat er meer defecten in aanwezig zijn. Het roten van de hennep (GH) leverde fijnere, sterkere vezels ten opzichte van de niet-gerote vezels (NH).





Vervolgens worden de stijfheden beschouwd. Dit gebeurt zowel binnen het rekinterval 0,5%-1%, als voor het rekinterval 1%-1,5% (Figuur 174). Er volgt dat voor het rekinterval 0,5%-1% de TV-vezels significant stijver zijn dan de overige vezels. Voor het rekinterval 1%-1,5% zijn de TV-vezels en de GH-vezels stijver dan de overige twee vezeltypes. Tenslotte is het ook duidelijk, ondanks het gebrek aan significante verschillen, dat de elasticiteitsmoduli voor elk vezeltype gemiddeld groter zijn in het tweede interval. Dit toont aan dat in de elastische fase de spanningen niet-lineair toenemen in functie van de rek. De stijfheden van de hennepvezels zijn kleiner dan deze van technisch vlas door de kleinere spiraalhoek van de microvezels (Stamboulis et al., 2001).



Figuur 174: Gemiddelde elasticiteitsmodulus bij verschillende rekintervallen van de basisvezels

De vezels bereiken de treksterkte bij de breukrek. De gemiddelden van deze breukrekken worden weergegeven in onderstaande grafiek (Figuur 175). Hierbij blijken de GH-vezels een significant hogere rek te vertonen dan de overige vezels, terwijl de CV-vezels een significant lagere rek leveren.



Basisvezels Figuur 175: Gemiddelde rek bij treksterkte van de basisvezels

Algemeen blijken de TV- en GH-vezels de beste mechanische kenmerken te vertonen. De CV- en NHvezels daarentegen hebben de minst goede kenmerken. De bekomen eigenschappen van de basisvezels worden tenslotte samengevat in onderstaande tabel (Tabel 35).

TV-vezels	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	100	55	2,9	1968	2089
Stand. afw.	23	12	0,7	339	359
Min.	35	13	1,6	813	716
Max.	194	122	4,1	3536	3586
CV-vezels	Lin. densiteit (dtox)	Treksterkte	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde			<u>(//)</u>	1242	1590
Stand afw	33	52	2,5	1242	1560
Stand. arw.	24	9	0,0	490	410
IVIIII.	20	13	1,0	354	412
IVIAX.	110	60	4,1	2657	2797
	Lin donsitoit	Trokstorkto	Trokrok	Stiifbaid 0 5% 1%	Stiifboid 1% 1 E%
INIT-VEZEIS	(dtex)	(cN/tex)	(%)	(cN/tex)	(cN/tex)
Gemiddelde	110	37	2,9	1185	1306
Stand. afw.	40	16	0,5	543	594
Min.	43	18	1,9	592	680
Max.	191	74	3,9	2754	3024
GH-vezels	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	102	65	3,6	1313	1796
Stand. afw.	22	30	0,8	668	744
Min.	64	24	2,1	356	640
Max.	150	138	5,2	2559	3162

Tabel 26: Samenvatting eigenschappen TV-vezels

### 4.6.2.2 Onderzoek naar degradatie

Om de degradatie van de basisvezels in een cementmatrix te simuleren, werden de vezels gedurende zes maanden in een cementoplossing bewaard en vervolgens mechanisch getest. De resultaten werden vervolgens per vezeltype zij aan zij gezet met de resultaten van de ongedegradeerde basisvezels. Ter referentie werden ook basisvezels bewaard in water en in gedemineraliseerd water gedurende een periode van zes maanden.

Onderstaande grafiek (Figuur 176) vergelijkt de treksterktes van de vezels voor en na degradatie. Zonder uitzondering bleek in alle gevallen de treksterkte na degradatie significant lager te zijn. Tussen de sterktes van de verschillende gedegradeerde vezels zijn er geen significante verschillen. De basische omgeving levert voor alle vezeltypen dus een verslechtering van de sterkte-eigenschappen, waarbij deze verslechtering bovendien zodanig gebeurt dat de verschillen in sterkte tussen de verschillende vezeltypes verdwijnen.



Figuur 176: Gemiddelde treksterkten van de basisvezels, voor en na degradatie

Vervolgens werden de elasticiteitsmoduli beschouwd (Figuur 177). Hierbij werd enkel binnen het eerste interval gekeken, gezien de hierboven vastgestelde lage rekken. Voor alle vezels was de stijfheid telkens significant lager na degradatie. De stijfheid van de vezels wordt klaarblijkelijk aangetast door een cementmilieu. De stijfheden van de gedegradeerde vezeltypes vertonen opnieuw geen significante verschillen.



Figuur 177: Gemiddelde moduli bij 0,5%-1% rek van de basisvezels, voor en na degradatie

Tenslotte werd de breukrek vergeleken, zoals weergegeven in de volgende grafiek (Figuur 178). Opnieuw blijken, met uitzondering van de CV-vezels, significante verschillen op te treden bij alle vezeltypes tussen de rek voor en na degradatie. Ook bij de CV-vezels is er, ondanks het gebrek aan verschil (significantie 54,8%), een gemiddeld lagere waarde na degradatie. De verlengingscapaciteit

blijkt dus voor alle vezels verminderd te zijn na lange blootstelling aan de basische omgeving. Na degradatie verschil enkel de rek bij TV-vezels van significant van de overige (gedegradeerde) vezels.





Er kan besloten worden dat alle natuurlijke vezels na blootstelling aan een basische omgeving een significante verslechtering kennen van de sterkte, de vervormingscapaciteit en de stijfheid. De CV-vezels blijken een iets betere resistentie te hebben tegenover de degradatie, gezien het behoud van de breukrek. Globaal gezien vallen de verschillen in mechanische eigenschappen tussen de vezeltypes weg na de degradatie.

Tenslotte werd voor de GH-vezels gekeken naar het effect van de bewaring in gedemineraliseerd water gedurende zes maanden. De resultaten worden zij aan zij gezet met deze voor de ongedegradeerde vezels en de in cementoplossing bewaarde vezels. Hieronder wordt de treksterkte vergeleken (Figuur 179). De blootstelling aan gedemineraliseerd water heeft blijkbaar een zeer nefaste invloed op de treksterkte. Deze is significant lager dan voor de ongedegradeerde vezels. Anderzijds blijkt dat de treksterkte niet significant verschilt van deze bij bewaring in een cementoplossing (significantie 7,2%).



Figuur 179: Gemiddelde treksterkte van GH-vezels na bewaring in verschillende omgevingen

Beschouwing van de elasticiteitsmodulus in het eerste rekinterval levert volgende grafiek (Figuur 180). De ongedegradeerde vezels zijn significant stijver dan de overige. De vezels bewaard in cementoplossing en deze bewaard in gedemineraliseerd water vertonen significante gelijkenissen (significantie 89,5%).



Figuur 180: Gemiddelde stijfheid van GH-vezels na bewaring in verschillende omgevingen

Een vergelijking van de breukrek wordt in onderstaande grafiek weergegeven (Figuur 181). De waarden blijken voor de drie types significant van elkaar te verschillen. De GH-vezels verliezen dus een deel van hun vervormingscapaciteit na bewaring in gedemineraliseerd water, maar aanzienlijk minder dan bij de cementomgeving het geval is.



Figuur 181: Gemiddelde rek bij treksterkte van GH-vezels na bewaring in verschillende omgevingen

Er kan besloten worden dat de bewaring in gedemineraliseerd water een nefaste invloed had op de mechanische eigenschappen van de vezels, vergelijkbaar met het effect van bewaring in cementoplossing. Dit betekent dat een kritische noot moet geplaatst worden bij bovenstaande besluiten over de gevolgen van bewaring in een cementoplossing. De achteruitgang van de vezels komt deels door het vochtig milieu en deels door de alkaliniteit van de oplossing. Een verklaring voor de achteruitgang in gedemineraliseerd milieu is hoogstwaarschijnlijk een vorm van biologische degradatie.

De natuurlijke vezels die zes maanden in kraantjeswater waren bewaard, werden niet getest via trekproeven. Deze hadden namelijk te zware biologische degradatie ondergaan, zie verder in paragraaf 4.7.1.

Tenslotte worden de resultaten van de in deze paragraaf besproken vezels hieronder samengevat (Tabel 27).

TV - CEM6	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	89	10	1,4	648	605
Stand. afw.	41	4	0,4	409	258
Min.	32	3	0,8	177	212
Max.	184	19	2,5	1849	969
CV - CEM6	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	69	12	2,0	562	530
Stand. afw.	33	9	0,7	595	330
Min.	7	2	0,7	81	22
Max.	136	47	3,5	2907	1481
NH - CEM6	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	256	14	2,2	497	460
Stand. afw.	87	4	0,8	189	229
Min.	105	7	0,9	215	76
Max.	378	23	3,8	952	959
GH - CEM6	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	252	10	2,1	474	434
Stand. afw.	228	5	0,7	240	219
Min.	46	3	1,1	51	231
Max.	744	28	3,6	1007	885
GH - DEM6	Lin. densiteit	Treksterkte	Trekrek	Stijfheid 0,5%-1%	Stijfheid 1%-1,5%
	(dtex)	(cN/tex)	(%)	(cN/tex)	(cN/tex)
Gemiddelde	266	15	3,0	529	449
Stand. afw.	80	8	0,9	308	224
Min.	120	5	1,8	72	84
Max.	400	38	4,7	1291	990

Tabel 27: Samenvatting eigenschappe	n onbehandelde vezels, cement	t- en gedemineraliseerde omgeving
-------------------------------------	-------------------------------	-----------------------------------

# 4.6.2.3 Effect van chemische behandelingen en cementomgeving

In deze sectie worden de effecten van de chemische behandelingen op de mechanische eigenschappen van de vezels gecontroleerd, alsook het gecombineerde effect van de behandelde vezels in een cementoplossing. Hiertoe werden voornamelijk trekproeven uitgevoerd op GH-vezels en in mindere mate op TV-vezels. De overige vezels werden niet getest op het effect van chemische behandelingen.

# 4.6.2.3.1 Silaanbehandeling

Het effect van de silaanbehandeling op de treksterkte van TV-vezels wordt hieronder weergegeven (Figuur 182a). Er is een significante daling in treksterkte na behandeling van de vezels. De GH-vezels werden zowel na silaanbehandeling, als na behandeling en bewaring in cementoplossing beproefd (Figuur 182b). De silaanbehandeling in se heeft geen significante invloed op de treksterkte tegenover de onbehandelde GH-vezel (significantie 25,4%). De combinatie van silaan en cementoplossing levert echter wel een significant lagere treksterkte dan de onbehandelde vezel. Silaan heeft dus weinig invloed op de alkaline degradatie van de treksterkte van GH-vezels.



Figuur 182: Gemiddelde treksterkte na silaanbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

Vervolgens werd de elasticiteitsmodulus in het eerste rekinterval beschouwd voor de TV-vezels (Figuur 183a) en voor de GH-vezels (Figuur 183b). De stijfheid van de TV-vezels is significant lager na behandeling met silaan. De stijfheid van GH-vezels wijzigt niet naargelang de behandeling of de omgeving (significantie 48,4%).



Figuur 183: Gemiddelde stijfheid na silaanbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (n)

Tenslotte werd de breukrek nagegaan van de TV-vezels (Figuur 184a) en van de GH-vezels (Figuur 184b). Bij de TV-vezels levert de silaanbehandeling ook significant lagere rekcapaciteiten. De beschouwde GH-vezels verschilden allen significant van elkaar. Dit betekent dat de silaanbehandeling een duidelijke verhoging gaf van de rekcapaciteit, maar ook dat het gecombineerde effect in cementmilieu een verlaging gaf ten opzichte van de onbehandelde vezels. De silaanbehandeling slaagt er dus niet in de degradatie van de breukrek in cementmilieu tegen te gaan.



Figuur 184: Gemiddelde breukrek na silaanbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

### De karakteristieke eigenschappen van de geteste vezelreeksen worden in Tabel 28 samengevat.

TV – S	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	88	24	2,2	932	1198
Stand. afw.	20	11	0,6	312	410
Min.	54	3	0,8	206	84
Max.	128	45	3,4	1602	1762
GH – S	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	96	57	4,5	1095	1168
Stand. afw.	38	20	1,3	555	621
Min.	40	25	2,5	386	414
Max.	160	95	7,3	2274	2613
GH – S+CEM1	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	46	2,8	1291	1555	46
Stand. afw.	25	0,9	897	1009	25
Min.	14	1,6	361	425	14
Max.	130	5,8	4802	5238	130

Tabel 28: Samenvatting eigenschappen TV- en GH vezels na silaanbehandeling

### 4.6.2.3.2 Peroxidebehandeling

Vervolgens worden de gevolgen van de peroxidebehandeling voor GH-vezels onderzocht. De eerste grafiek geeft de gemiddelde treksterktes aan (Figuur 185). Deze zijn alle drie significant verschillend van elkaar. Dit betekent dat de peroxidebehandeling op zich en in combinatie met cementmilieu steeds lagere treksterkten geeft dan zonder behandeling. De invloed van de peroxidebehandeling bleek in dit geval zelfs positief voor de degradatie van de treksterkte in cementmilieu.



Figuur 185: Gemiddelde treksterkte van GH-vezels, met en zonder peroxidebehandeling

Vervolgens werden de stijfheden in rekening gebracht, zoals te zien op Figuur 186. De drie gemiddelde waarden verschilden significant van elkaar. De peroxidebehandeling op zich en in combinatie met het cementmilieu zorgden dus voor een beduidende verlaging van de stijfheid. Opnieuw bleek de peroxidebehandeling een positieve invloed te hebben op de degradatie in cementmilieu, daar de stijfheid minder was verlaagd door het alkalisch milieu.



Figuur 186: Gemiddelde elasticiteitsmodulus (0,5%-1%) van GH-vezels, met en zonder peroxidebehandeling

Tenslotte werd de rek bij treksterkte gecontroleerd (Figuur 187). De rekcapaciteit bij de peroxidebehandeling op zich was significant groter dan in combinatie met cementmilieu of zonder behandeling.



Figuur 187: Gemiddelde rek bij treksterkte van GH-vezels, met en zonder peroxidebehandeling

De bekomen resultaten voor de GH-vezels worden hieronder samengevat (Tabel 29).

GH - P	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	116	21	5,1	444	1226
Stand. afw.	38	7	1,3	239	1280
Min.	40	10	2,1	127	206
Max.	186	38	7,6	1024	4802
GH – P+CEM1	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	85	41	4,1	873	908
Stand. afw.	43	30	1,0	534	590
Min.	20	10	1,2	301	236
Max.	160	158	6,0	2480	2761

Tabel 29: Samenvatting eigenschappen GH-vezels na peroxidebehandeling

4.6.2.3.3 Alkalisatie (2 m% NaOH)

Vervolgens werd gekeken naar het effect van een alkalisatie met 2 m% NaOH. De resultaten voor de treksterkte van TV-vezels zijn hieronder weergegeven (Figuur 188a). De treksterkte na de behandeling was significant lager. Voor de GH-vezels werden volgende meetwaarden vastgesteld (Figuur 188b). Er bleken geen significante verschillen op te treden (significantie 37,6%).



Figuur 188: Treksterkte na N2-behandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

De waarden van de gemiddelde elasticiteitsmoduli zijn hieronder gegeven voor TV-vezels (Figuur 189a) en voor GH-vezels (Figuur 189b). Voor de TV-vezels leverde de alkalisatie een significant lagere waarde op van de elasticiteitsmodulus. Tussen de verschillende GH-mengsels traden geen significante verschillen in stijfheid op (significantie 16,5%).



Figuur 189: Stijfheid na N2-behandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

Vervolgens werd de rek bij treksterkte bepaald van de TV-vezels (Figuur 190a) en van de GH-vezels (Figuur 190b). Opnieuw bleek de alkalisatiebehandeling een significant lagere rekcapaciteit te veroorzaken bij de TV-vezels.



Figuur 190: Breukrek na N2-behandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

Bij de GH-vezels bleek enkel de combinatie van alkalisatie en blootstelling aan een cementmilieu een significant hogere waarde van de rek te geven in vergelijking met de twee andere geteste vezeltypes. De rekcapaciteit na louter alkalisatie was nagenoeg identiek aan deze van de onbehandelde vezel.

De karakteristieke eigenschappen worden tenslotte hieronder samengevat (Tabel 30).

TV – N2	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	79	31	2,1	1304	1420
Stand. afw.	27	15	0,6	459	664
Min.	42	14	1,1	618	118
Max.	130	80	3,6	2526	3192
GH – N2	Lin. densiteit	Treksterkte	Trekrek	Stijfheid 0,5%-1%	Stijfheid 1%-1,5%
GH – N2	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
GH – N2 Gemiddelde	Lin. densiteit (dtex) 109	Treksterkte (cN/tex) 53	<b>Trekrek</b> (%) 3,6	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex) 1232	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex) 1419
GH – N2 Gemiddelde Stand. afw.	Lin. densiteit (dtex) 109 45	Treksterkte (cN/tex) 53 19	<b>Trekrek</b> (%) 3,6 0,9	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex) 1232 501	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex) 1419 527
GH – N2 Gemiddelde Stand. afw. Min.	Lin. densiteit (dtex) 109 45 22	Treksterkte (cN/tex) 53 19 26	Trekrek     (%)     3,6     0,9     1,8	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex) 1232 501 369	Stijfheid 1%-1,5%   (cN/tex)   1419   527   503
GH – N2 Gemiddelde Stand. afw. Min. Max.	Lin. densiteit (dtex) 109 45 22 232	Treksterkte     (cN/tex)     53     19     26     97	Trekrek     (%)     3,6     0,9     1,8     4,8	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex) 1232 501 369 2221	Stijfheid 1%-1,5%   (cN/tex)   1419   527   503   2672

GH – N2+CEM1	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	74	73	4,9	1002	1082
Stand. afw.	40	60	1,2	750	775
Min.	20	20	2,4	216	220
Max.	160	296	7,2	2790	3046

4.6.2.3.4 Alkalisatie (6 m% NaOH)

De tweede alkalisatiebehandeling gebeurde met 6 m% NaOH. De resultaten voor de treksterkte van GH-vezels zijn in Figuur 191 weergegeven. De onbehandelde vezeltreksterkte nam significant hogere waarden aan dan de behandelde vezeltreksterktes. De behandeling met en zonder cementomgeving leverde gelijkaardige treksterktes (65% significantie).



Figuur 191: Gemiddelde treksterkte van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (6 m% NaOH)

Analyse van de elasticiteitsmodulus leverde dat de onbehandelde GH-vezels significant stijver waren dan na behandeling (Figuur 192).



Figuur 192: Gemiddelde stijfheid van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (6 m% NaOH)

De breukrek (Figuur 193) was significant verschillend in de drie gevallen. Na alkalisatie (6 m%) bleek de rekcapaciteit dus beduidend toe te nemen. De blootstelling aan een cementmilieu zorgde voor een afname van de rek bij maximale spanning.



Figuur 193: Gemiddelde rekcapaciteit van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (6 m% NaOH)

# De vezelkarakteristieken worden hieronder samengevat (Tabel 31).

GH – N6	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	121	46	5,4	822	1303
Stand. afw.	40	17	1,4	285	1090
Min.	40	14	2,6	425	118
Max.	182	82	7,4	1311	3192
GH – N6+CEM1	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	86	50	4,4	982	1086
Stand. afw.	43	26	1,3	565	659
Min.	20	20	2,2	266	280
Max.	160	123	6,7	2725	3046

Tabel 31: Samenvatting eigenschappen GH-vezels na alkalisatiebehandeling (6 m%)

# 4.6.2.3.5 Alkalisatie (10 m% NaOH)

Vervolgens werd de alkalisatie met 10 m% NaOH geverifieerd. Uit analyse van de treksterkte werd duidelijk dat de louter gealkaliseerde vezels significant lagere waarden vertoonden dan de overige vezels (Figuur 194). Opnieuw valt het op dat de combinatie van alkalisatie en blootstelling aan cementoplossing een hogere waarde levert dan enkel de alkalisatie. Dit toont het voordelig gebruik van de 10 m% NaOH-behandeling tegen degradatie in een cementmilieu.



Figuur 194: Gemiddelde treksterkte van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (10 m% NaOH)

Beschouwing van de stijfheden (Figuur 195) bepaalde dat enkel de louter gealkaliseerde vezel significant verschilde van de andere twee vezelcategorieën door veel lagere waarden aan te nemen. Opvallend is opnieuw het voordelig effect van de behandeling op de degradatie van de stijfheid bij bewaring in een cementoplossing.



Figuur 195: Gemiddelde stijfheid van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (10 m% NaOH)

De rekcapaciteiten bleken bij de drie vezelcategorieën significant van elkaar te verschillen (Figuur 196). De alkalisatie leverde dus een aanzienlijke verhoging van de rek ten opzichte van de onbehandelde vezels. Opniew bleek de behandeling gunstig tegen de alkaline degradatie.



Figuur 196: Gemiddelde rekcapaciteit van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (10 m% NaOH)

# Tenslotte worden de vezelkarakteristieken hieronder nogmaals geschematiseerd (Tabel 32).

GH – N10	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	138	35	6,0	548	572
Stand. afw.	37	11	1,4	174	165
Min.	72	21	4,3	256	263
Max.	190	61	8,3	1016	897
GH –	Lin. densiteit	Treksterkte	Trekrek	Stijfheid 0,5%-1%	Stijfheid 1%-1,5%
N10+CEM1	(dtex)	(cN/tex)	(%)	(cN/tex)	(cN/tex)
Gemiddelde	82	53	4,8	1213	1164
Stand. afw.	44	31	1,1	784	717
Min.	20	9	3,0	263	274
Max.	180	119	6,8	3216	2944

Tabel 32: Samenvatting eigenschappen GH-vezels na alkalisatiebehandeling (10 m% NaOH)
#### 4.6.2.3.6 Zuurbehandeling

Hieronder wordt de zuurbehandeling beschouwd. De gemiddelde treksterkte van de TV-vezels en GH-vezels worden in de volgende grafieken weergegeven (Figuur 197). Bij de TV-vezels is de treksterkte na behandeling significant lager. Bij de GH-vezels zijn de onbehandelde vezels significant sterker in trek dan de behandelde varianten. De zuurbehandeling levert in alle gevallen dus een aanzienlijke verlaging van de sterkte.



Figuur 197: Treksterkte na zuurbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

Vervolgens werd gekeken naar het gedrag van de stijfheden na behandeling. Dit gebeurde eerst voor de TV-vezels (Figuur 198a) en vervolgens voor de GH-vezels (Figuur 198b). Bij de TV-vezels trad een significante verlaging op van de stijfheid na zuurbehandeling. Bij de GH-behandeling was er geen significant verschil tussen de drie vezelcategorieën (significantie 35,2%).



Figuur 198: Gemiddelde stijfheid na zuurbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

Tenslotte werden de rekcapaciteiten beschouwd voor de TV-vezels (Figuur 199a) en voor de GHvezels (Figuur 199b). In het geval van de TV-vezels bleek de zuurbehandeling een significant lagere rek teweeg te brengen bij bereiken van de treksterkte. Bij de GH-vezels bleken de drie vezelcategorieën significant van elkaar te verschillen. De zuurbehandeling leverde dus voor alle vezels een verlaging van de rekcapaciteit. Er wordt opnieuw op de verhoging gewezen bij GH-vezels bij combinatie van zuurbehandeling en blootstelling aan cementmilieu.



Figuur 199: Breukrek na zuurbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

# Tabel 33 geeft een overzicht van de vezelkarakteristieken.

TV - Z	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	85	33	2,4	1121	1359
Stand. afw.	25	21	0,8	613	784
Min.	44	6	0,7	154	302
Max.	128	85	4,3	2551	3336
GH - Z	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	87	36	2,2	1223	1537
Stand. afw.	34	23	0,9	532	779
Min.	20	6	0,7	549	11
Max.	160	98	4,3	2846	3682
GH – Z+CEM1	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	87	44	2,9	1030	1312
Stand. afw.	38	39	0,8	768	979
Min.	20	6	1,5	186	252
Max.	140	195	5,1	3710	4622

Tabel 33: Samenvatting eigenschappen TV- en GH-vezels na zuurbehandeling

## 4.6.2.3.7 Acetylering

De laatste chemische modificatie van de natuurlijke vezels gebeurde via een acetyleringsproces met azijnzuuranhydride. De effecten ervan op de treksterkte van TV-vezels (Figuur 200a) en GH-vezels (Figuur 200b) zijn hieronder weergegeven. De treksterkte bij het technisch vlas vermindert significant na de acetylering. Bij de GH-vezels bleken er echter geen aanzienlijke verschillen tussen de waarden op te treden (significantie 28,8%).



Figuur 200: Gemiddelde treksterkte na acetylering van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

Vervolgens werden de elasticiteitsmoduli vergeleken voor de TV-vezels (Figuur 201a) en voor de GH-vezels (Figuur 201b). De stijfheid bij de vezels uit technisch vlas daalde significant na acetylering. Bij de GH-vezels bleek enkel de combinatie van acetylering en blootstelling aan cementmilieu te zorgen voor een significante verlaging ten opzichte van de overige vezelmilieus. De acetylering op zich leverde geen significante verschillen ten opzichte van onbehandelde GH-vezels (significantie 74%).



Figuur 201: Gemiddelde stijfheid na acetylering van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

De gemiddelde rekcapaciteiten werden in onderstaande grafieken vergeleken voor de TV-vezels (Figuur 202a) en voor de GH-vezels (Figuur 202b). Voor TV-vezels had de acetylering geen significante invloed (significantie 6,8%). Ook bij de GH-vezels was dit het geval voor alle verschillende vezelmilieus (significantie 6,1%). Evenwel is opnieuw het fenomeen zichtbaar dat de combinatie van chemische behandeling en bewaring in cementoplossing een gemiddeld hogere waarde geeft.



Figuur 202: Gemiddelde breukrek na acetylering van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)

#### Tabel 34 geeft een samenvatting van de bekomen vezelkarakteristieken.

TV – AH	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	99	29	2,5	1064	1243
Stand. afw.	24	9	0,5	296	335
Min.	62	11	1,5	473	557
Max.	136	48	3,6	1867	1856
GH – AH	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	81	77	3,8	1372	1686
Stand. afw.	29	35	1,0	621	704
Min.	40	27	1,3	602	793
Max.	140	180	5,5	2503	3199
GH – AH+CEM1	Lin. densiteit (dtex)	Treksterkte (cN/tex)	Trekrek (%)	Stijfheid 0,5%-1% (cN/tex)	Stijfheid 1%-1,5% (cN/tex)
Gemiddelde	107	64	4,2	935	1149
Stand. afw.	35	33	0,9	512	628
Min.	60	19	2,9	259	323
Max.	160	130	6,1	2264	2609

Tabel 34: Samenvatting eigenschappen TV- en GH-vezels na acetylering

# 4.6.3 Overzicht resultaten chemische behandelingen

De resultaten uit voorgaande paragraaf betreffende de chemische behandelingen worden samengevat via onderstaande grafieken.

### 4.6.3.1 Invloed van de graad van alkalisatie

De alkalisatiebehandeling van de vezels werd uitgevoerd bij drie verschillende concentraties, meer bepaald 2, 6 en 10 m% NaOH. Door de resultaten van de vezelproeven bij deze drie behandelingen naast elkaar te beschouwen kan het effect van de toenemende graad van alkalisatie worden besproken.

De mechanische eigenschappen van de GH-vezels onderworpen aan de verschillende waarden van alkalisatie kunnen als volgt geschematiseerd worden (Figuur 203).



Bij verhoging van de concentraties NaOH ondervonden de GH-vezels een daling van de treksterkte en de stijfheid, maar een toename van de rekcapaciteit. Dit komt overeen met bevindingen uit de literatuur bij alkalisatiebehandelingen met hoge concentraties NaOH. Te hoge concentraties NaOH kunnen namelijk de cellulose doen degraderen tot kortere celluloseketens, waardoor treksterkte en stijfheid verminderen (Pickering et al., 2007). De breukrek van de vezels neemt toe door het plastisch worden van de cellulose in de celwanden (Mwaikambo & Ansell, 2006).

De blootstelling van de gealkaliseerde GH-vezels aan een cementmilieu wordt hieronder geschematiseerd in Figuur 204 en vergeleken met de degradatie na zes maanden van de onbehandelde vezels. Toenemende concentraties NaOH zorgden voor een vrijwel constante breukrek en een licht toenemende stijfheid. Dit toont aan dat de gealkaliseerde vezels beter bestand zijn tegen de degradatie in cementmilieu. Beschouwing van de treksterkte toont ook een lichte toename bij verhoging van 6 m% naar 10 m% NaOH. Opmerkelijk is echter de grote treksterkte bij 2 m% NaOH, welke een waarde aanneemt die niet significant verschilt van de onbehandelde, niet-gedegradeerde vezels. Een verklaring voor dit fenomeen is niet onmiddellijk duidelijk.



4.6.3.2 Invloed op mechanische vezeleigenschappen

Figuur 205, Figuur 206 en Figuur 207 geven respectievelijk de gemiddelde treksterkte, stijfheid en breukrek van de TV- en GH-vezels weer voor alle behandelingen.



Elasticiteitsmodulus 0,5%-1% (cN/tex)







Indien enkel treksterkte en stijfheid beschouwd worden, geldt voor de GH-vezels volgende reeks  $AH > S \approx N2 > N6 > N10 \approx Z > P$ . Voor de TV-vezels geldt  $N2 \approx Z \approx AH > S$ .

4.6.3.3 Invloed op duurzaamheid

Figuur 208, Figuur 209 en Figuur 210 geven de degradatie van GH-vezels in cementmilieu weer van de treksterkte, de stijfheid en de breukrek na chemische behandeling.







Voor de degradatie van de treksterkte van de GH-vezels geldt N2  $\approx$  AH > N6  $\approx$  N10 > S  $\approx$  P $\approx$  Z. Voor de degradatie van de stijfheid geldt eerder S  $\approx$  N10 > N2  $\approx$  N6  $\approx$  Z > P  $\approx$  AH.

# 4.7 Microscopisch onderzoek van de natuurlijke vezels

# 4.7.1 Langdurige degradatie

### 4.7.1.1 Algemene aspecten

De vier basistypes van de natuurlijke vezels werden gedurende zes maanden bewaard in diverse omstandigheden en vervolgens visueel en microscopisch onderzocht.

De bewaring in cementoplossing gaf een duidelijke verkleuring. De oorspronkelijk donkergekleurde vezels waren veel lichter van kleur geworden. De bewaring in gedemineraliseerd water leverde geen met het oog onderscheidbare verschillen met de in open lucht bewaarde vezels. Tenslotte leverde de bewaring in water ervoor dat biologische degradatie mogelijk werd. Dit gebeurde door de natuurlijke activiteit van micro-organismen, zoals bacteriën en schimmels. Hierdoor bleven er na zes maanden bijna geen vezels meer over en waren de overblijvende vezelrestanten zeer fragiel en sterk gedegradeerd. Om deze reden werden deze vezels niet mechanisch beproefd, zoals vermeld in paragraaf 4.6.2.2.

#### 4.7.1.2 Invloed op gemiddelde vezeldiameter

Via metingen op microscopische beelden van de vezels werd een gemiddelde diameter per vezeltype en milieu bepaald. Deze werden vervolgens vergeleken om te kijken of de langdurige bewaaromstandigheden zouden resulteren in kleinere vezeldiameters. Kleinere diameters zouden via twee processen kunnen optreden, namelijk enerzijds door de degradatie van de eigenlijke vezelstructuur en anderzijds door het losweken van fijnere vezels via een soort rotingsproces.

De resultaten van deze metingen staan hieronder weergegeven (Figuur 211). Statistische analyse van de droog bewaarde basisvezels leverde volgende conclusies. De diameters van de vier basisvezels verschillen allen significant van elkaar met uitzondering van de twee henneptypes. De hennepvezels hebben een significant hogere vezeldiameter dan de vlasvezels. De TV-vezels zijn significant dikker dan de CV-vezels. Dit was te verwachten, gezien het cottonisatieproces net bedoeld is om fijnere vezels voort te brengen. De NH-vezels en de GH-vezels zijn gelijkwaardig met een significantie van 81,5%. Desondanks is het gemiddelde van de GH-vezels kleiner dan dit van de NH-vezels. Dit is een gevolg van het rootproces, waarbij de vezels in fijnere vezels ontbinden.



Figuur 211: Gemiddelde vezeldiameters na bewaring in verschillende milieus

Vervolgens werden per vezeltype de gevolgen van de bewaarmilieus gecontroleerd. Bij de TV-vezels bleken geen significante verschillen van de vezeldiameters op te treden (significantie 84,8%). De vezels werden dus niet ontbonden door de langdurige bewaring in een waterige oplossing. Ook voor

de CV-vezels werd vastgesteld dat de diameters onderling niet significant verschilden (significantie 14,2%). Binnen de NH-vezels bleek dat enkel de aan cementoplossing blootgestelde vezels een significant lagere diameter vertoonden dan de droog bewaarde vezels. Ook bij de GH-vezels bleken enkel de cementvezels een significant lagere diameter te bekomen. Een verklaring voor deze lagere diameter is waarschijnlijk dat de vezels deels in fijnere vezels werden ontbonden en deels werden aangetast door de basische bestanddelen van de cementoplossing.

# 4.7.2 Chemische behandelingen en degradatie van korte duur

#### 4.7.2.1 Algemene aspecten

Alle vezels welke chemisch behandeld werden en eventueel bijkomend werden blootgesteld aan een cementoplossing, werden visueel geïnspecteerd. De belangrijkste conclusies hierbij waren de lichte verkleuring van de vezels na bewaring in een cementoplossing en de sterke verkleuring van de vezels die met peroxide waren behandeld. De oorspronkelijke groen-bruine kleur van de vezels werd omgezet in een lichte wit-gelige tint.

#### 4.7.2.2 Invloed op gemiddelde vezeldiameter

Voor twee vezeltypes, namelijk technisch vlas en gerote hennep, werden ook microscopische metingen uitgevoerd op de chemisch behandelde vezels, al of niet in combinatie met blootstelling aan cementoplossing.

De resulterende gemiddelde diameters voor de TV-vezels staan in de hierna volgende grafiek weergegeven (Figuur 212). In geen enkel geval treden significante verschillen op met de onbehandelde vezeldiameter (significantie 10,1%).



Gemiddelde vezeldiameter (µm)

Figuur 212: Gemiddelde TV-vezeldiameters na behandeling, met of zonder bewaring in cementoplossing

Analoog staan voor de GH-vezels de gemiddelde diameters en standaardafwijkingen hieronder gegeven (Figuur 213). Ook in dit geval werden geen significante verschillen waargenomen tussen de gemeten waarden (significantie 10,3%).



Figuur 213: Gemiddelde GH-vezeldiameters na behandeling, met of zonder bewaring in cementoplossing

# 4.7.3 Biologische degradatie

Een laatste aspect dat vermeld moet worden betreffende de natuurlijke vezels is de biologische degradatie. Indien bij bewaring van de vezels een te grote hoeveelheid vocht aanwezig was, ontstond spontane biologische degradatie van de vezels. Dit resulteerde in de vorming van schimmels en bacteriëngroei op de vezeloppervlakken. Hierbij werden verscheidene fenomenen waargenomen, zoals de vorming van fijne witte draden en de groei van kleine witgele pluisjes op de vezels (Figuur 214). Vezels waarbij dit fenomeen werd opgemerkt werden niet gebruikt of getest, maar werden opnieuw vervaardigd met specifieke aandacht op de droogheid van de vezels voorafgaand aan bewaring.



Figuur 214: Vorming van witte draden bij natuurlijke vezels (a); vorming pluisjes op het vezeloppervlak (b)

# 5 Discussie en verbanden

# 5.1 Meervoudige scheurvorming

# 5.1.1 Cementcomposieten met natuurlijke vezels

Algemeen is er nog maar weinig onderzoek gebeurd naar het bekomen van meervoudige scheurvorming in cementcomposieten met natuurlijke vezels. Snoeck (2011) onderzocht meervoudige scheurvorming in cementcomposieten versterkt met gecottoniseerd vlas en met technisch vlas, via vierpuntsbuigproeven. Voor het gecottoniseerd vlas werd er geen meervoudige scheurvorming waargenomen voor vezelinhouden van 0,5 vol.% en 1 vol.%. Bij de mengsels met 1 vol.% technisch vlas gebeurde in één geval meervoudige scheurvorming met de vorming van twee scheuren per proefstuk. De mengsels met 0,5 vol.% technisch vlas vertoonden slechts één scheur per proefstuk.

De primaire mengsels, met lage vezelinhoud (0,5 vol.% en 1 vol.%), leverden bijzonder slechte resultaten inzake meervoudige scheurvorming met slechts één scheur per proefstuk (uitgezonderd één proefstuk van mengsel **TV 1 C** dat zes scheuren vertoonde). Het toepassen van een minimale voorbevochtiging van de vezels leverde mengsels met hogere vezelinhouden (1,5 vol.% en 2 vol.%), die wel meervoudige scheurvorming vertoonden. De beste resultaten werden verkregen bij mengsels met technisch vlas met gemiddeld drie scheuren per proefstuk voor een vezelinhoud van 1,5 vol.% en gemiddeld 4,7 scheuren per proefstuk bij een vezelinhoud van 2 vol.%. Het tweede beste mengsel gebruikte vezels van gecottoniseerd vlas en behaalde 2,7 scheuren per proefstuk bij 2 vol.% vezelinhoud en 1,3 scheuren per proefstuk bij 1,5 vol.% vezelinhoud. Tenslotte leverde ook een vezelinhoud van 2 vol.% niet-gerote hennepvezels een gemiddelde van 2,3 scheuren per proefstuk. Het gebruik van 2 vol.% vezels leverde een verbetering tegenover het gebruik van 1,5 vol.% vezels. De gemiddelde scheurwijdten namen waarden aan tussen 39 µm (voor **CV 2 C – h**) en 58 µm (voor **TV 1,5 C – h**). Uitzondering hierop was de gemiddelde scheurwijdte van **NH 2 C – h** met een waarde van 129 µm. Meervoudige scheurvorming bij onbehandelde vezels gaf aldus volgende preferentiereeks: TV > CV > NH > GH.

Het toepassen van chemische behandelingen op de vezels voorafgaand aan het mengen leverde soms positieve en soms negatieve resultaten voor de meervoudige scheurvorming. De silaanbehandeling gaf enkel bij GH-vezels een verbetering, met gemiddeld 2,3 scheuren per proefstuk. De peroxidebehandeling gaf voor geen enkel vezeltype verbetering. De beste resultaten werden bekomen met de alkalisatie met 2 m% NaOH. Deze leverde een verbetering van het aantal scheuren voor mengsels bij alle vezeltypes, uitgezonderd gecottoniseerd vlas. TV 2 C – h – N2 en GH 2 C – h – N2 verkregen de beste resultaten met respectievelijk 7,3 en 7,0 scheuren per proefstuk. De gemiddeld aantal scheuren liggen bovendien hoger deze van het mengsel met PVA 2, voor een gelijkaardige rek. De alkalisatie met 6 m% NaOH gaf enkel voor het GH-mengsel een verbetering met gemiddeld twee scheuren per proefstuk. Ook de alkalisatie met 10 m% NaOH verbeterde de eigenschappen van het GH-mengsel en leverde gemiddeld 1,3 scheuren per proefstuk. De zuurbehandeling had analoog enkel voor het GH-mengsel een verbetering, met 2,7 scheuren per proefstuk. Tenslotte gaf de acetylering een verbetering van de mengsels met TV-vezels en GH-vezels,

met respectievelijke gemiddelden van 5,0 en 1,7 scheuren per proefstuk. Via prehydratatie en chemische behandeling van de vezels werd hier dus substantiële vooruitgang geboekt wat betreft het meervoudig scheuren.

Mengsels met TV en GH leverden de beste meervoudige scheurvorming, via de behandelingen N2 en AH. Betreffende de chemische behandelingen geldt voor de TV-vezels: N2 > AH > N6 > Z > S  $\approx$  P  $\approx$  N10 en voor de GH-vezels: N2 > Z > S > N6 > AH > N10 > P. De resultaten na chemische behandeling per vezeltype geven volgende reeks: TV > GH > NH > CV.

### 5.1.2 Vergelijking met cementcomposieten met PVA-vezels

Cementcomposieten met PVA-vezels werden op vlak van meervoudige scheurvorming reeds diepgaander onderzocht in de literatuur. E.-H. Yang (2008) onderzocht meervoudige scheurvorming van een composietmateriaal met 2 vol.% PVA via uni-axiale trekproeven en vond zeven scheuren over een meetlengte van 100 mm bij een rek van 0,5% met een maximale scheurwijdte van 70 μm. Bij 1% rek werden over eenzelfde meetlengte 15 scheuren waargenomen. Algemeen werden scheuren met waarden 20 – 80  $\mu$ m gevonden. Deze waarden voor de scheurwijdte komen goed overeen met de hier vastgestelde waarden van PVA 2. De gemiddelde scheurwijdtes bij gebruik van natuurlijke vezels vallen ook binnen dit bereik, maar de maximale scheurwijdtes zijn vaak groter. De hoeveelheid scheuren is moeilijk te vergelijken met de waarden bekomen uit vierpuntsbuigproeven. Snoeck (2011) bekwam bij vierpuntsbuigproeven vijf tot acht scheuren per proefstuk bij gebruik van synthetische vezels. Dit komt goed overeen met de hoeveelheid scheuren die behaald werden door TV 2 C – h – N2 en GH 2 C – h – N2. Snoeck et al. (2012b) verkregen acht tot negen scheuren bij vierpuntsbuigproeven van proefstukken met 2 vol.% PVA-vezels. De scheurwijdten varieerden over een bereik van 6 – 104  $\mu$ m. Bepaalde cementcomposieten met PVA-vezels blijken dus nog steeds superieure eigenschappen te hebben inzake meervoudige scheurvorming. De gemiddelde scheurwijdten van bijvoorbeeld de mengsels TV 2 C - h - N2 en GH 2 C - h - N2 komen echter goed overeen met deze bekomen via PVA-mengsels.

### 5.1.3 Toepassing van de micromechanische theorie

Om optimale meervoudige scheurvorming met fijne scheurwijdtes te verkrijgen kan de micromechanische theorie gebruikt worden om het mengselontwerp te optimaliseren (zie paragraaf 2.5.2). Dit is gebeurd bij het ontwerpen van PVA-ECC door V. C. Li et al. (2001). PVA-vezels zijn zeer hydrofiel en zorgen voor een hoge wrijving  $\tau_0$ , grote slip-versteviging ( $\beta > 0$ ) en een sterke chemische binding G<sub>d</sub> met de cementmatrix. Deze eigenschappen zorgen voor vezelbreuk bij kleine scheuropeningen. De interactie van PVA-vezels met cementmatrix kan verbeterd worden door toepassing van een coating van 1,2 m% olie op de vezels (V. C. Li et al., 2002). Dit levert een vermindering van de hydrofiele eigenschappen van de vezels en dus voor een lagere binding, wrijving en slip-versteviging.

Een analoge aanpak kan gevolgd worden voor cementcomposieten versterkt met natuurlijke vezels. Natuurlijke vezels staan gekend als zeer hydrofiel en vertonen zeer sterke binding met de cementmatrix (Boghossian & Wegner, 2008). Om meervoudige scheurvorming te verkrijgen werden chemische behandelingen toegepast om hydrofobe vezels teweeg te brengen. Dergelijke behandelingen bleken inderdaad in vele gevallen zeer succesvol in het verbeteren van de scheurperformantie van cementcomposieten met natuurlijke vezels, zie paragraaf 5.1.3.

# 5.2 Eigenschappen van de cementcomposieten

# 5.2.1 Verwerkbaarheid (primaire mengsels)

Natuurlijke vezels leverden een veel slechtere verwerkbaarheid dan synthetische vezels door de sterk hydrofiele eigenschappen ervan. Bij droge inmenging had de hoeveelheid vezels een grote invloed op de consistentie en algemeen bleken mengsels met meer dan 1 vol.% vezels onverwerkbaar (met uitzondering van **CV 1,5 A**). Dit komt overeen met de bevindingen van Snoeck (2011), die een ook slechtere verwerkbaarheid vond voor mengsels met natuurlijke vezels. Uit zijn resultaten bleek bovendien slechts een maximum van 1 vol.% CV-vezels haalbaar.

Ook het type vezel bleek van belang te zijn voor de verharding (bij droge inmenging), waarbij schematisch volgende sequentie voor de schudmaat gold:  $GH > NH > TV \approx CV$ . De betere verwerkbaarheid van GH en NH waren te wijten aan de lagere vochtopname van de vezels, mogelijk door een relatief lagere hemicellulose-inhoud (Davies & Bruce, 1998). Het roten verwijdert bovendien een deel van de hemicellulose (Van De Velde & Kiekens, 2002), hetgeen de wateropname verder verlaagt en zorgt voor hogere waarden van de schudmaat. Ondanks de hogere vochtopname van de CV-vezels ten opzichte van de TV-vezels, werd geen slechtere verwerkbaarheid gevonden bij mengsels met gelijke vezelinhoud. Snoeck (2011) vond wel een slechtere verwerkbaarheid bij gebruik van CV-vezels en verklaarde dit door de kleinere vezeldiameters.

# 5.2.2 Verharding

Het toevoegen van natuurlijke vezels aan cementmortel vertraagt de verharding van de cementmatrix. Volgens Bilba et al. (2003) was dit te wijten aan een vertraagde hydratatie door aanwezigheid van hemicellulose. Een andere verklaring is echter dat pectine de vorming van hydratatieproducten tegenwerkt (Sedan et al., 2008). Volgende sequentie geeft de hier bepaalde verhardingssnelheden weer bij gebruik van natuurlijke vezels (bij een gelijke vezelinhoud) in cementcomposieten:  $CV > TV > NH \approx GH$ . De snellere verharding bij gebruik van CV-vezels komt goed overeen met de zopas vermelde fenomenen. CV ondergaat namelijk een behandeling specifiek om hemicellulose en pectine te verwijderen. In de literatuur worden in sommige gevallen (Garcia et al., 1998; Sedan et al., 2008) hogere waarden vermeld voor de pectine-inhoud van hennepvezels (18 – 20,1 m%) ten opzichte van vlasvezels (1,8 – 4 m%) (Batra, 1998; Mwaikambo & Ansell, 2006). Bovendien zijn de vezeldiameters van de hennepvezels beduidend groter dan deze van de vlasvezels, zie ook paragraaf 5.4.1, zodat wellicht grotere hoeveelheden lignine en pectine aanwezig zijn bij hennep, welke de vezels in bundels samenhouden. Deze hogere pectine-inhoud zorgt voor een vertraagde hydratatie.

# 5.2.3 Eerste-scheursterkte

De eerste-scheursterkte van de primaire mengsels bleek onafhankelijk te zijn van de vezelinhoud of de vezellengte. Er waren wel significante verschillen tussen de mengsels met een type vlas als basisvezel en de mengsels met een type hennep als basisvezel. De gemiddelde waarden varieerden voor vlasvezels van 3,3 MPa tot 5,1 MPa en van 2,4 MPa tot 3,8 MPa voor hennepvezels. De verklaring hiervoor ligt waarschijnlijk bij de hogere pectine-inhoud van hennep, welke de hydratatie vertraagt. De minimaal geprehydrateerde mengsels presteerden gemiddeld iets minder goed met waarden van de eerste-scheursterkte tussen 3,0 MPa en 4,4 MPa. De maximale prehydratatie gaf gemiddeld lagere waarden (2,6 – 2,9 MPa) dan de minimale prehydratatie (3,0 – 4,4 MPa). Dit is een gevolg van de hogere waterinhoud, welke een zwakkere cementmatrix levert. Het PVA-mengsel leverde een gemiddelde sterkte van 3,5 MPa, met een bereik van 2,6 MPa tot 4,3 MPa. De invloed van de chemische behandelingen op de vezels werd per vezeltype onderzocht. CV-vezels bekwamen de grootste gemiddelde waarde van 5,4 MPa bij de alkalisatie met 10 m% NaOH. De CV-vezels behaalden ook de laagste gemiddelde eerste-scheursterkte (3,0 MPa) van de onbehandelde vezels.

De eerste-scheursterkte in vierpuntsbuigproeven van mengsels met technisch en gecottoniseerd vlas werd vroeger reeds onderzocht (Snoeck, 2011). Hierbij werden gemiddelde waarden bekomen tussen 4 MPa en 6 MPa voor een vezelinhoud tussen 0,5 vol.% en 1 vol.%. Deze waarden liggen iets hoger dan de waarden bekomen voor de primaire vlasmengsels. Ook na chemische behandeling bleven de waarden van de eerste-scheursterkte gemiddeld iets lager.

Onderzoek bij PVA-mengsels leverde eerste-scheursterkten met gemiddelde waarden in het bereik 4 MPa tot 6 MPa (Snoeck & De Belie, 2012; Snoeck et al., 2012b). Dit is opnieuw iets groter dan de gemiddelde waarde die hier vastgesteld werd bij **PVA 2** (3,5 MPa).

# 5.2.4 Stijfheid

De stijfheid van de primaire mengsels varieerde gemiddeld tussen waarden van 6,6 GPa tot 10,0 GPa. Maximale prehydratatie leverde gemiddeld hoge waarden tussen 8,0 GPa en 9,9 GPa. Minimale prehydratatie (met extra water) gaf een stijfheid vergelijkbaar met die van **PVA 2**, met waarde 5685,4 MPa. De hogere stijfheid bij mengsels met maximale prehydratatie strookt niet met de verwachtingen, aangezien een hogere W/C-factor algemeen een lagere stijfheid in cementmortels teweegbrengt (Boumiz et al., 1996). De primaire mengsels hadden een significant hogere stijfheid dan deze met minimaal geprehydrateerde vezels. Dit komt wel overeen met de verwachtingen, gezien de lagere W/C-factor.

Binnen de mengsels met chemisch behandelde vezels nam het mengsel NH 2 C – h – Z de gemiddeld hoogste stijfheid aan met waarde 8,0 GPa en nam CV 2 C – h – S de laagste gemiddelde waarde aan van 5,2 GPa.

Snoeck (2011) stelde stijfheden vast voor mengsels met vlasvezels. De gemiddelde waarden lagen tussen 5500 MPa en 7000 MPa, hetgeen goed overeenkomt met de hier bepaalde waarden.

## 5.2.5 Maximale buigtreksterkte

De laagste buigtreksterktes werden behaald door de primaire mengsels en de mengsels met maximaal geprehydrateerde vezels. De maximale buigtreksterkte werd behaald door **TV 2 C – h – AH** met een gemiddelde waarde van 6,4 MPa. De laagste buigtreksterkte van een minimaal geprehydrateerd mengsel was 3,2 MPa bij **CV 2 C – h**.

Vierpuntsbuigproeven op vlascomposieten gaven een bereik van ongeveer 4 tot 6 MPa voor de gemiddelde buigtreksterkte (Snoeck, 2011). De sterkte van **CV 2 C – h** is dus lager dan deze ondergrens. Anderzijds is de sterkte van **TV 2 C – h – AH** dan weer hoger dan de bovengrens. Degrauwe (2005) voerde driepunts- en vierpuntsbuigproeven uit op cementmortels met 0,46 vol.% en 0,39 vol.% vlas. De driepuntsbuigproeven leverden gemiddelde buigtreksterkten van 6,4 MPa na 28 dagen. De vierpuntsbuigproeven gaven een buigtreksterkte van 2,1 MPa. Deze waarden zijn beduidend lager dan de hier bekomen waarden, maar dit is waarschijnlijk een gevolg van de compositie van de cementmortel.

# 5.3 Zelfheling

Zelfheling werd enkel visueel opgevolgd door de dichting van de scheuren op te meten. Dit geeft een maat voor de hoeveelheid gevormde zelfhelingsproducten, maar houdt bijvoorbeeld geen rekening met de gevormde kristallen binnenin de scheur. Ook kan via deze methode geen oordeel geveld worden over de herwinning van mechanische eigenschappen of het afnemen van de permeabiliteit van de mengsels na heling.

De microscopische inspectie van de scheuren leverde dat fijne scheuren (< 35 µm) in vele gevallen volledige zelfheling vertoonden en dat wijdere scheuren (> 50 µm) slechts partieel heelden. Dit komt deels overeen met de stelling van E.-H. Yang (2008) welke zegt dat scheuren kleiner dan 50 µm volledig helen en scheuren in het interval 50 – 150 µm partieel helen. Betere overeenkomst is er met Snoeck en De Belie (2012) die volledige heling voor scheuren kleiner dan 30 µm aannemen en partiële heling bij scheuren in het interval 30 – 150 µm. Desondanks is er hier veel variatie merkbaar bij de zelfheling. Zo zijn er zeer fijne scheuren die slechts beperkte zelfheling vertonen, zoals een scheur bij **PVA 2** van 12 µm die slechts 33% scheurdichting bereikt na 14 dagen nat/droog-cycli. Anderzijds zijn er wijde scheuren (> 150 µm) die beduidende zelfheling vertonen, zoals een 193 µm scheur bij een proefstuk van type **NH 2 C - h - N2** die tot 32% heelde na 14 dagen.

Snoeck en De Belie (2012) vonden dat zelfheling niet verschilde naargelang het gebruikte vezeltype in de mengsels, maar dat deze uitsluitend afhankelijk was van de initiële scheurwijdte. Dit komt overeen met de resultaten in deze studie. De beste zelfheling trad op bij **TV 2 C – h – N2**, gevolgd door **GH 2 C – h – N2** en **TV 2 C – h – AH** met respectievelijk gemiddelde waarden van 82%, 73% en 71% relatieve scheurdichting. Dit zijn eveneens de mengels welke de grootste hoeveelheid scheuren per proefstuk verkregen en kleine scheurwijdten vertoonden.

Homma et al. (2009) vond dat de oppervlakken van PVA-vezels een nucleatiekern waren voor de vorming van calciumcarbonaatkristallen. Ook Snoeck (2011) vond aanzienlijke kristalgroei ter plaatse

van PVA-vezels. De natuurlijke vezels blijken ook een hoeveelheid kristalvorming aan te trekken. Dit effect was het meest uitgesproken bij de GH-vezels en het minst bij de NH-vezels. Bij het roten werd het relatieve aandeel aan cellulose in de vezels verhoogd en werd een deel van de degradeerbare pectine en hemicellulose verwijderd. Dit zorgde voor een beter vezeloppervlak voor de aanhechting van calciumcarbonaat.

# 5.4 Eigenschappen van de natuurlijke vezels

# 5.4.1 Dimensies van de vezels

Voor de diameters van vlas- en hennepvezels worden in de literatuur respectievelijk de intervallen  $10 - 60 \ \mu\text{m}$  (Boghossian & Wegner, 2008) en  $17 - 40 \ \mu\text{m}$  (Garcia et al., 1998; Mwaikambo & Ansell, 2006) vermeld. In deze studie werd voor TV-vezels een gemiddelde waarde 103  $\mu$ m gevonden, hetgeen veel groter is dan de vermelde diameters, en voor CV-vezels een waarde 62  $\mu$ m, hetgeen overeenkomt met de bovenwaarde van het vermelde interval. Aangezien voor vlas de elementaire vezels een diameter van 10 - 20  $\mu$ m kennen en technische vezelbundels een diameter 50 – 100  $\mu$ m (Bos et al., 2002), kan besloten worden dat de gebruikte vlasvezels van type TV en CV voornamelijk technische vezels zijn. De gebruikte hennepvezels hadden echter diameters van 174  $\mu$ m (NH) en 149  $\mu$ m (GH), hetgeen veel grotere waarden zijn dan deze vermeld in de literatuur. Deze grote diameters tonen bovendien aan dat het voor vele vezels ging om bundels van technische vlasvezels.

# 5.4.2 Mechanische eigenschappen van de basisvezels

In de literatuur zijn de mechanische eigenschappen van natuurlijke vezels reeds uitvoerig bestudeerd (zie paragrafen 2.6.2.3 en 2.6.3.3). Hierbij is veel variatie in de waarden, enerzijds door de variabele aard van de natuurlijke vezels en anderzijds door de verschillende basisparameters bij het testen, zoals de inklemmingslengte, de belastingssnelheid, de vochtigheidsgraad, e.a. met betrekking tot de literatuur. Om de bekomen mechanische waarden te vergelijken met deze uit de literatuur worden de vezelspanningen omgerekend naar metrische spanningen volgens onderstaande formule:

$$\left[\frac{cN}{tex}\right] \cdot \rho_{vezel} = \left[\frac{cN}{tex}\right] \cdot \left[1500\frac{kg}{m^3}\right] \cdot \frac{1}{100} = \left[\frac{N}{mm^2}\right] = [MPa]$$
(27)

Dit levert onderstaande waarden voor de mechanische eigenschappen van de basisvezels (Tabel 35 tot Tabel 38).

TV-vezels	Treksterkte (MPa)	Stijfheid 0,5%-1% (GPa)	Stijfheid 1%-1,5% (GPa)
Gemiddelde	821	30	31
Stand. afw.	365	10	11
Min.	200	12	11
Max.	1825	53	54

Tabel 35: Mechanische eigenschappen TV-vezels

		•	
CV-vezels	Treksterkte (MPa)	Stijfheid 0,5%-1% (GPa)	Stijfheid 1%-1,5% (GPa)
Gemiddelde	457	19	22
Stand. afw.	130	7,9	6,3
Min.	192	5,3	6,2
Max.	894	40	42

Tabel 36: Mechanische eigenschappen CV-vezels

De literatuurwaarden voor de treksterkte van vlasvezels liggen tussen de 345 MPa en 2000 MPa (Batra, 1988; Bledzki & Gassan, 1999), waarbij de meeste waarden tussen 800 en 1500 MPa gelegen zijn (zie Tabel 3). De bekomen treksterkte voor TV-vezels komt hiermee overeen. De gemeten waarde voor de treksterkte van de vlasvezels is aan de lage kant in vergelijking met de literatuurwaarden. In principe zouden de fijnere CV-vezels bovendien sterker moeten zijn dan de TV-vezels, omwille van het bundeleffect (van der Zwaag, 1989). Bos et al. (2002) vonden dat de technische vezelsterkte slechts 57% bedroeg van de sterkte van de elementaire vezels. Het mechanische verwerkingsproces waarbij de vezels gecottoniseerd worden om elementaire vezels los te maken, kan echter belangrijke schade toebrengen aan de vezelstructuur. Uit de gemeten treksterktes blijkt dit hier het geval te zijn.

Betreffende de elasticiteitsmodulus geven literatuurwaarden een bereik van 12 GPa tot 100 GPa voor vlasvezels (zie Tabel 3) en een bereik voor de breukrek tussen 1% en 4% (Batra, 1988; Boghossian & Wegner, 2008; Davies & Bruce, 1998). Deze waarden komen goed overeen met de gemeten waarden. Baley (2002) toonde aan dat de stijfheid van de vezels toeneemt bij afnemende vezeldiameter. Dit was hier echter niet het geval voor CV ten opzichte van TV. Opnieuw ligt de verklaring bij de schade door mechanische verwerking.

Er is een groot verschil tussen de breukmechanismen bij elementaire vlasvezels en bij vezelbundels. Bij bundels wordt er namelijk meer op de lignopectine getrokken, welke zich plastischer gedraagt dan cellulose (Degrauwe, 2005). Hierdoor is de breukrek groter bij vezelbundels. Inderdaad blijkt voor TV de gemiddelde breukrek (2,9%) groter te zijn dan bij CV (2,3%).

NH-vezels	Treksterkte (MPa)	Stijfheid 0,5%-1% (GPa)	Stijfheid 1%-1,5% (GPa)
Gemiddelde	561	18	20
Stand. afw.	246	8,2	9
Min.	265	8,8	10
Max.	1105	41	45

Tabel 37: Mechanische eigenschappen NH-vezels

GH-vezels	Treksterkte (MPa)	Stijfheid 0,5%-1% (GPa)	Stijfheid 1%-1,5% (GPa)
Gemiddelde	971	20	27
Stand. afw.	451	10	11
Min.	362	5,3	10
Max.	2077	38	47

Tabel 38: Mechanische eigenschappen GH-vezels

Tabel 5 geeft literatuurwaarden voor de treksterkte van hennepvezels, met een totaalbereik van 210 MPa tot 900 MPa (X. Li et al., 2007; Mwaikambo & Ansell, 2002). Voor de NH-vezels komt dit goed overeen met de gemeten waarden. De gerote hennep behaalde echter hogere waarden. Een mogelijke verklaring is dat het rootproces pectine en hemicellulose afbreekt, waardoor individuele (sterkere) vezels loskomen zonder de sterkte aan te tasten. In sommige gevallen levert het roten van hennepvezels echter een verlaging van de treksterkte (Pickering et al., 2007). Volgens Degrauwe (2005) is de treksterkte van gerote vezels kleiner dan deze van niet-gerote vezels, voornamelijk door het oplossen van de lignopectine welke de elementaire vezels samenhoudt. Vezelbundels breken voornamelijk in deze zone, waardoor het roten ze verzwakt. Dit effect is echter voornamelijk uitgesproken bij langdurig roten en bij grotere inklemmingslengtes. Het hier toegepaste rootproces had een positieve invloed op de sterkteontwikkeling, door een relatieve verhoging van de cellulose-inhoud. Bodros en Baley (2008) vonden dat de treksterkte van vezels toenam bij afnemende vezeldiameter. Inderdaad blijkt hier voor de fijnere GH-vezels een grotere treksterkte te bestaan ten opzichte van de NH-vezels.

Kostic et al. (2008) vonden een treksterkte van 24,2 cN/tex voor individuele gerote hennepvezels. Deze waarde is veel lager dan de gemiddelde waarden die hier bekomen werden (64,8 cN/tex). Het betreft echter een ander type hennep en een grotere inklemmingslengte van 100 mm.

Nog volgens Tabel 5 variëren de stijfheden van hennep tussen 30 GPa en 70 GPa (X. Li et al., 2007; Mwaikambo & Ansell, 2006). De hier bekomen stijfheden nemen veel lagere waarden aan. De stijfheid van de GH-vezels is groter dan deze van de NH-vezels, hetgeen overeenkomt met een toename van de stijfheid bij kleinere vezeldiameter (Baley, 2002). Omwille van de lagere spiraalhoek van de microfibrillen zouden hennepvezels een lagere stijfheid moeten hebben dan de vlasvezels (Stamboulis et al., 2001). De technische vlasvezels blijken inderdaad hogere stijfheden te hebben dan beide types hennep. CV behaalt een gelijkaardige stijfheid als de hennepvezels, maar opnieuw wordt verwezen naar de nefaste effecten van de mechanische cottonisatie.

De breukrekken in de literatuur nemen waarden tussen 1,6% en 4% aan (X. Li et al., 2007; Mwaikambo & Ansell, 2006). Dit komt wel overeen met de gemeten waarden voor NH (2,9%) en GH (3,6%). De rotingsgraad heeft ook een effect op de breukrek. Door de verlaging van de hoeveelheid niet-cellulose bestanddelen, zou de breukrek kleiner moeten worden (Degrauwe, 2005). Dit komt echter niet overeen met de bekomen resultaten, mogelijkerwijs door de lage rotingsgraad. Nog omwille van de spiraalhoek zouden de hennepvezels een grotere rekbaarheid moeten kennen ten opzichte van de vlasvezels (Stamboulis et al., 2001). De gemeten breukrek van GH (3,6%) is inderdaad groter dan deze van TV (2,9%) en van CV (2,3%). De breukrek van NH (2,9%) is niet significant groter dan deze van de vlasvezels.

Van de degradatie van de mechanische eigenschappen van natuurlijke vezels in een basische omgeving werden geen concrete waarden gevonden in de huidige literatuur. Algemeen zou het roten van de hennepvezels wel een positieve invloed moeten hebben op de degradatie-eigenschappen, gezien de afname van de degradeerbare componenten (pectine en hemicellulose). Dit weerspiegelde zich echter niet in de resultaten van de vezelproeven na langdurige cementfiltraatblootstelling. De cottonisatie van vlas zorgt ook voor een afname van de degradeerbare pectine en hemicellulose (Snoeck & De Belie, 2012) en zou aldus een betere resistentie tegen degradatie moeten bieden. Dit was inderdaad te zien in de resultaten van de trekproeven, waar zowel treksterkte, stijfheid als breukrek bewaard bleven na langdurige blootstelling aan een alkaline omgeving.

# 5.4.3 Chemische behandelingen

Chemische behandelingen wijzigen de structuur of het oppervlak van de vezels. In de meeste gevallen is er sprake van delignificatie en degradatie van de celluloseketens bij behandeling (Kalia et al., 2009). Dit kan resulteren in een verlaging van de treksterkte van de vezels. De breukrek blijft meestal ongewijzigd. Met gepaste behandelingsmethodiek is het echter mogelijk om verbeteringen in de mechanische vezeleigenschappen te induceren.

#### 5.4.3.1 Silaanbehandeling

De silaanbehandeling van de natuurlijke vezels had een meervoudig doel. Enerzijds kon een gepaste dosering de treksterkte verhogen van de vezels en anderzijds leverde een silaancoating een meer hydrofoob karakter van de vezels. Dit moest een verbeterde vezel-matrix interactie leveren, alsook een manier vormen om de duurzaamheid in een cementomgeving te verhogen.

De toegepaste behandeling leverde beperkt positieve resultaten. De verbeterde vezelmatrixinteractie kwam het best tot uiting in de composieteigenschappen van **GH 2 C – h – S**, welke meervoudig scheurde. Mechanisch leverde de behandeling een significante verlaging van de treksterkte voor de TV-vezels, maar niet voor de GH-vezels. Dit strookt met de resultaten welke door het composiet vertoond werden, namelijk dat de GH-vezels beter reageerden op de silaanbehandeling dan de overige vezels. De rekcapaciteit van de vezels bij treksterkte nam significant af bij technisch vlas, maar nam significant toe voor gerote hennep. De stijfheid nam af voor de TV-vezels, maar verschilde niet bij de GH-vezels, hetgeen opnieuw aantoont dat de GH-vezels beter reageren op de behandeling. De combinatie van silaanbehandeling en degradatie in cementoplossing resulteerde in een significant lagere treksterkte en rekcapaciteit, maar een gelijkblijvende stijfheid.

In de literatuur zijn bovendien waarden terug te vinden voor treksterktes van met silaan behandeld vlas. B. Wang et al. (2003) vonden een waarde van 12,46 cN/tex voor behandelde vlasbundels, ten opzichte van 12,04 cN/tex voor de onbehandelde, bij een vezelinklemming van 40 mm. De hier experimenteel bepaalde gemiddelde treksterkte van silaanbehandelde vlasvezels (23,9 cN/tex) is veel hoger omwille van het testen van individuele vezels, welke grotere sterktes vertonen, en omwille van de kleinere inklemmingslengte van de vezels.

#### 5.4.3.2 Peroxidebehandeling

De peroxidebehandeling heeft vooral een effect op de waterstofgroepen op het oppervlak van de vezels en beïnvloedt zo de binding met de cementmatrix. Een behandeling met 6 m% benzoylperoxide moet de trekeigenschappen verbeteren van de vezels (Joseph et al., 1996) en de hydrofiele eigenschappen ervan doen dalen (Paul et al., 1997).

De peroxidebehandeling bleek geen positief effect te hebben op het gedrag van de vezelcomposieten. In geen enkel geval werd een verbetering waargenomen betreffende de meervoudige scheurvorming. De peroxidebehandelde vezels hadden een significant lagere treksterkte en stijfheid, maar een significant grotere rekcapaciteit. Een verbetering van de eigenschappen van de vezels bleek dus niet van toepassing. De combinatie van peroxide en blootstelling aan een cementmilieu had een verlaagde treksterkte en stijfheid, maar een gelijkaardige rekcapaciteit tot gevolg. Bovendien bleek dat de waarden van de treksterkte en stijfheid significant groter waren dan na loutere peroxidebehandeling.

### 5.4.3.3 Alkalisatie

De alkalisatie heeft tot doel de sterkte van de vezels te verhogen en de hechting met de cementmatrix te verbeteren (Sedan et al., 2008). De behandeling verhoogt bovendien de stijfheid van de vezels en verlaagt de waterretentie. Een behandeling met 6 m% NaOH zou de grootste verbetering van mechanische eigenschappen moeten leveren (Mwaikambo & Ansell, 2002). Een behandeling met 2 m% NaOH gaf de beste trekeigenschappen voor sisalvezels (Sydenstricker et al., 2003). De verwijdering van hemicellulose zou betere resistentie tegen basische milieus moeten leveren.

De behandeling van natuurlijke vezels met 2 m% NaOH leverde de beste composieten inzake meervoudige scheurvorming. Zowel de TV-mengsels, als de GH-mengsels vertoonden uitstekende eigenschappen voor het vormen van meervoudige scheuren bij een buigproef. Bij de alkalisaties met 6 m% en 10 m% NaOH werd nog steeds verbeterde scheurvorming waargenomen, maar in mindere mate dan bij de lagere concentratie. Hoe hoger de concentratie, hoe minder de verbeterde scheurvorming was.

Ondanks de verbeterde eigenschappen in cementcomposieten bleken de vezels zelf geen toename in treksterkte te kennen. Bij 2 m% NaOH was er een significante daling van alle mechanische eigenschappen bij TV-vezels. Bij GH-vezels bleken treksterkte en stijfheid te dalen bij toenemende concentratie NaOH. Dit werd verklaard door de degradatie van de cellulose tot kortere polymeerketens (Pickering et al., 2007). De breukrek daarentegen nam licht toe, waarschijnlijk door het plastisch worden van de cellulose in de celwanden (Mwaikambo & Ansell, 2006).

Blootstelling van de behandelde vezels aan een cementoplossing toonde aan dat de breukrek vrijwel constant bleef bij toenemende alkalisatiegraad en dat de stijfheid licht toenam. Dit toont aan dat de effectiviteit om degradatie tegen te gaan stijgt met toenemende concentratie NaOH. De treksterkte

kende een grote piek bij 2 m% NaOH, met een waarde gelijkwaardig aan deze van onbehandelde, niet-gedegradeerde vezels.

# 5.4.3.4 Zuurbehandeling

De behandeling met azijnzuur levert gewijzigde oppervlakte-eigenschappen van de vezels. Door de afwezigheid van een katalysator gebeurt een beperkte acetylering aan het vezeloppervlak (Rong et al., 2001). Behandelingen met andere zuurtypen hadden weinig invloed op de vezelmorfologie, maar zorgden wel voor een reiniging van de vezels (Sedan et al., 2008).

De verbeterde matrix-vezeleigenschappen na zuurbehandeling werden zichtbaar bij de GH-mengsels, waar meervoudige scheurvorming optrad. De vezels zelf bleken na zuurbehandeling significante lagere treksterkte en rekcapaciteit op. De stijfheid van de GH-vezels bleef grotendeels bewaard. De cementblootstelling leverde geen significante extra degradatie van de mechanische eigenschappen, de rekcapaciteit nam zelfs licht toe ten opzichte van de zuivere behandeling.

# 5.4.3.5 Acetylering

Met behulp van azijnzuuranhydride en een katalysator werd een diepgaandere acetylering van de vezels bekomen. De toevoeging van acetylgroepen zorgt voor een reactie met de hydroxylgroepen van cellulose, waardoor een hydrofoob karakter wordt bekomen. Deze hydrofobe aard zorgt enerzijds voor een verbeterde vezel-matrixinteractie en anderzijds voor een betere resistentie tegen degradatie.

De verbeterde vezel-matrixinteractie kwam het best tot uiting bij de mengsels met TV-vezels en deze met GH-vezels. In beide gevallen werd een hogere graad van meervoudige scheurvorming bekomen dan voorafgaand aan behandeling. De treksterkte en stijfheid van de TV-vezels zelf verminderden na de behandeling; bij de GH-vezels namen deze (niet-significant) toe. De rek bij treksterkte bleef in beide gevallen gelijkaardig aan de waarde bij de onbehandelde vezels. De acetylering bleek een goed effect te hebben op de degradatie in cementmilieu, aangezien enkel de stijfheid een significante verlaging onderging.

# 5.4.4 Biologische degradatie

Stamboulis et al. (2001) vonden dat natuurlijke vezels reeds na drie dagen vochtige omstandigheden biologisch begonnen degraderen. Inderdaad bleken de vezels bij bewaring in onvoldoende droge omstandigheden schimmels en bacteriën te ontwikkelen. De bewaring van natuurlijke vezels in kraantjeswater (gedurende zes maanden) zorgde voor een verregaande biologische degradatie.

# 6 Conclusies

De verwerkbaarheid van de mortelspecie was sterk afhankelijk van de vezelinhoud. Droge inmenging van natuurlijke vezels leverde moeilijk te verwerken mengsels in vergelijking met een mengsel met PVA-vezels. Er werd gestreefd naar een schudmaat van 190 mm door voldoende superplastificeerder toe te voegen. Bij droge inmenging bleek het bovendien zeer moeilijk om een vezelinhoud groter dan 1 vol.% te bekomen. Slechts één mengsel met 1,5 vol.% vezels werd bekomen via droge inmenging, namelijk CV 1,5 A. Bij inmenging van gelijke hoeveelheden vezels en bij gelijke hoeveelheid superplastificeerder gaven vezels van type GH de grootste waarden voor de schudmaat, vervolgens deze van type NH en tenslotte de vlasvezels. Dit is te wijten aan de beperkte vochtopname van de hennepvezels in vergelijking met vlas, waarbij de gerote hennepvezel het minst water opneemt. Via prehydratatie werd het mogelijk om een grotere vezelinhoud (1,5 vol.% of 2 vol.%) in te mengen. Maximale prehydratatie leverde een veel betere verwerkbaarheid, maar tegelijk ook zeer breekbare mengsels door de extra hoeveelheid water. Minimale prehydratatie met een deel van het mengwater gaf slechts een kleine verbetering van de verwerkbaarheid. De minimale prehydratatie met extra mengwater gaf de beste resultaten en werd daarom steeds gebruikt bij het vervaardigen van de overige mengsels met hoge vezelinhoud. Bovendien werd een belangrijk verschil in de eigenlijke verwerkbaarheid vastgesteld tussen mengsels met droge inmenging van vezels en deze met prehydratatie. De prehydratatie gaf namelijk een aanzienlijke verbetering van de verwerkbaarheid, zelfs bij gelijkaardige waarden van de schudmaat.

Verharding van de mengsels met natuurlijke vezels gebeurde trager dan voor mengsels met synthetische vezels. De verhardingssnelheid varieerde met het vezeltype volgens  $CV > TV > NH \approx GH$ . Verhoging van de vezelinhoud zorgde voor een langzamere verharding. Bij 2 vol.% vezels waren de proefstukken slechts na 72 uur voldoende hard om ontkist te worden.

Het referentiemengsel met synthetische vezels, **PVA 2**, leverde voor alle proefstukken meervoudige scheurvorming, met gemiddeld zes scheuren per proefstuk van gemiddeld 35 µm. Meervoudige scheurvorming werd –op één enkele uitzondering na (**TV 1 C**)– niet bekomen voor de primaire mengsels, met vezelinhoud van 0,5 vol.% en 1 vol.%. Het verhogen van de vezelinhoud via minimale prehydratatie leverde de geschikte eigenschappen om meervoudige scheurvorming te bekomen. De mengsels met vezelinhoud 2 vol.% waren hierbij superieur ten opzichte van deze met 1,5 vol.%. De minimale prehydratatie verhoogde de vochtinhoud van de vezels, hetgeen resulteerde in betere interface-eigenschappen tussen vezel en cementmatrix. De bekomen meervoudige scheurvorming was het grootst bij toepassing van 2 vol.% technisch vlas, met gemiddeld 4,7 scheuren per proefstuk. Bij 1,5 vol.% TV werden nog 3,0 scheuren per proefstuk bekomen. Mengsels met gerote hennep vertoonden voor alle vezelinhouden slechts enkelvoudige scheurvorming. Voor de onbehandelde (geprehydrateerde) vezels gold TV > CV > NH > GH op vlak van meervoudige scheurvorming.

Toepassing van chemische behandelingen wijzigde de vezelkarakteristieken en corresponderend het gedrag van de vezels in de cementcomposieten. Verbetering van meervoudige scheurvorming bij mengsels met TV-vezels werd bekomen via alkalisatie met 2 m% NaOH en via acetylering, hetgeen respectievelijk 7,3 en 5 scheuren per proefstuk opleverde. Voor de chemische behandelingen van TV gold algemeen N2 > AH > N6 > Z > S  $\approx$  P  $\approx$  N10. Het behandelen van het gecottoniseerd vlas leverde in geen enkel geval verbetering van de scheurvorming. Het effect van de chemische behandelingen van

CV wordt geschematiseerd door  $Z \approx AH > S > P \approx N2 \approx N6 \approx N10$ . Bij NH-vezels leverde enkel de alkalisatie met 2 m% NaOH een verbetering van de scheurvorming, met gemiddeld 3,0 scheuren per proefstuk. De effecten van de chemische behandelingen op NH waren N2 > P > N6  $\approx$  N10 > S  $\approx$  Z  $\approx$  AH. Alle chemische behandelingen van GH-vezels zorgden voor meervoudige scheuren, met uitzondering van de peroxidebehandeling. De beste resultaten werden bekomen met de alkalisatie met 2 m% NaOH, welke gemiddeld 7,0 scheuren opleverde. De overige behandelingen volgden de sequentie N2 > Z > S > N6 > AH > N10 > P. Algemeen werden de beste resultaten van meervoudige scheuren van de alkalisatie met 2 m% NaOH. Het derde beste resultaat volgde uit de acetylering van TV-vezels.

Bij het uitvoeren van de vierpuntsbuigproeven op de primaire mengsels bleek in alle gevallen een gelijkaardig spanning-rekgedrag op te treden, namelijk een sterke spanningsval na de vorming van de eerste scheur, gevolgd door een langzame verweking van het materiaal. Dit was een gevolg van de lage vezelinhoud, waardoor de vezels onvoldoende brugwerking konden leveren en de gevormde enkelvoudige scheur verder openging. Vezels met maximale prehydratatie braken in vele gevallen reeds bij de contactbelasting of vertoonden een gelijkaardig gedrag als de primaire mengsels bij succesvolle beproeving. Dit was een gevolg van de hoge hoeveelheid toegevoegd water, welke resulteerde in een zwakkere cementmatrix. De mengsels met minimaal geprehydrateerde vezels vertoonden beduidend beter gedrag bij beproeving. De spanningsval na breuk was beperkter en in vele gevallen trad er versteviging op. Dit betekent dat door de hogere vezelinhoud en de prehydratatie voldoende vezelbrugwerking kon optreden om de spanningen te laten toenemen na breuk. Minimale prehydratatie met mengwater leverde een lichte versteviging, maar geen meervoudige scheurvorming. De mengsels met chemisch behandelde mengsels hadden vergelijkbaar gedrag met de mengsels met minimaal (met extra water) geprehydrateerde vezels, namelijk een beperkte spanningsval en een zekere mate van versteviging. Meervoudige scheurvorming trad enkel op bij proefstukken met een sterke verstevigingsfase.

De stijfheden van de primaire mengsels bleken vrijwel onafhankelijk te zijn van vezellengte, vezeltype of vezelinhoud. De prehydratatie van de vezels had een effect op de bekomen stijfheid van het composietmengsel, waarbij maximale prehydratatie grotere stijfheden gaf. De primaire mengsels hadden een significant hogere stijfheid dan deze met minimaal geprehydrateerde vezels. Toepassing van chemische behandeling gaf geen significante verschillen in stijfheid. De eerste-scheursterkte bij de primaire mengsels was groter voor mengsels met vlasvezels dan voor mengsels met hennepvezels. De hoogste gemiddelde eerste-scheursterkte werd bekomen bij het CV-mengsel met een alkalisatie met 10 m% NaOH (5,0 MPa). De hoogste gemiddelde buigtreksterkte werd behaald door het TV-mengsel met acetylering (6,4 MPa). De mengsels met de beste meervoudige scheurvorming vertoonden ook de grootste versteviging.

Zelfheling werd onderzocht door de visuele dichting van de scheur microscopisch op te volgen. Enige mate van zelfheling trad op bij alle scheuren na 14 dagen nat/droog-cycli. Dunne scheuren (<  $35 \mu$ m) heelden meestal volledig. Bredere scheuren (>  $50 \mu$ m) heelden meestal slechts partieel. Zeer dunne scheuren heelden reeds na twee dagen nat/droog-cycli. De zelfheling kende echter veel variatie. Sommige dunne scheuren heelden slechts pover, terwijl bredere scheuren substantiële zelfheling vertoonden. De calcietprecipitatie was ook waarneembaar op de natuurlijke vezels zelf, waarbij de grootste kristalgroei plaatsvond op GH-vezels en de kleinste kristalgroei op NH-vezels. De beste

zelfheling trad globaal gezien op bij de mengsels met de kleinste scheurwijdtes. Proefstukken met een hoog aantal scheuren hadden ook steeds de fijnste scheuren. Er kan dus gesteld worden dat mengsels met een hoge mate van meervoudige scheurvorming ook een hoge mate van zelfheling zullen vertonen.

Trekproeven toonden aan dat de treksterkte en de stijfheid van TV-vezels en GH-vezels significant hoger waren dan bij de overige vezels. De breukrek was het hoogst voor GH-vezels en het laagst voor CV-vezels. Langdurige degradatie van de vezels in cementmilieu leverde in alle gevallen een verlaging van zowel treksterkte, stijfheid als rekcapaciteit. De blootstelling gedurende lange duur aan gedemineraliseerd water was ook bijzonder schadelijk voor de vezeleigenschappen. Chemisch behandelde vezels vertoonden in geen enkel geval een significante verhoging van de treksterkte of de stijfheid. In de meeste gevallen was er zelfs een aanzienlijke verlaging van deze waarden. De rekcapaciteit nam bij sommige behandelingen wel toe. Bij toenemende alkalisatiegraad was er een verlaging van treksterkte en stijfheid en een verhoging van de breukrek. De combinatie van chemische behandeling en blootstelling aan een cementomgeving zorgde algemeen voor een verslechtering van de mechanische eigenschappen. Bij de alkalisatiebehandelingen nam de weerstand tegen degradatie toe bij toenemende concentratie NaOH. In meerdere gevallen werd een positief effect opgemerkt van de behandelingen bij blootstelling aan een cementmilieu, hetgeen zich uitte in betere mechanische eigenschappen dan bij de zuivere behandeling.

Microscopische analyse van de vezels toonde aan dat de hennepvezels de grootste diameter hadden, gevolgd door het technisch vlas en vervolgens het gecottoniseerd vlas. Na langdurige degradatie in cementomgeving bleken enkel de hennepvezels een significante verlaging van de vezeldiameter te ondervinden. De chemische behandelingen, al of niet in combinatie met inwerking van een alkalische cementoplossing, hadden geen aanzienlijk effect op de gemeten vezeldiameters.

Algemeen kan besloten worden dat de primaire doelstelling van deze masterproef werd behaald, namelijk een mengselontwerp te bekomen voor meervoudige scheurvorming in cementcomposieten versterkt met natuurlijke vezels. Dergelijke cementcomposieten kunnen door hun fijne scheurwijdtes en plastisch nascheurgedrag bijzonder duurzame eigenschappen bekomen. De zelfheling van de scheuren zorgt voor een automatisch herstel van het materiaal. Het gebruik van natuurlijke vezels in cementcomposieten is bovendien ecologisch verantwoord, gezien de milieuvriendelijke productie van de vezels. Door het bepalen van een mengselontwerp voor meervoudige scheurvorming werd aldus aangetoond dat natuurlijke vezels een sterk alternatief vormen voor synthetische vezels. Uitgebreider onderzoek van de degradatieverschijnselen is echter aangewezen om de verdere toepassing van cementgebonden composieten versterkt met natuurlijke vezels mogelijk te maken.

# 7 Referenties

- Akkaya, Y., Peled, A., Picka, J. D., & Shah, S. P. (2000). Effect of sand addition on properties of fiberreinforced cement composites. *ACI Materials Journal*, *97*(3), pp. 393-400.
- Aldea, C., Shah, S., & Karr, A. (1999). Effect of Cracking on Water and Chloride Permeability of Concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, *11*(3), 181-187.
- Aldea, C., Song, W., Popovics, J., & Shah, S. (2000). Extent of Healing of Cracked Normal Strength Concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, *12*(1), 92-96.
- Arbelaiz, A., Cantero, G., Fernández, B., Mondragon, I., Gañán, P., & Kenny, J. M. (2005). Flax fiber surface modifications: Effects on fiber physico mechanical and flax/polypropylene interface properties. *Polymer Composites*, 26(3), 324-332.
- Baley, C. (2002). Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 33*(7), 939-948.
- Bang, S. S., Galinat, J. K., & Ramakrishnan, V. (2001). Calcite precipitation induced by polyurethaneimmobilized Bacillus pasteurii. *Enzyme Microb Technol, 28*(4-5), 404-409.
- BASF. (2009). GLENIUM<sup>®</sup> 51 con.35%. In The Chemical Company BASF (Ed.).
- Batra, S. K. (1988). Engineering Aspects of Fibers as Raw-Materials for Nonwovens. *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, 195, 15-Cell.
- Batra, S. K. (1998). Other long vegetable fibers. In E. M. Pearce & M. Lewin (Eds.), *Handbook of fiber science and technology. Fiber Chemistry* (4 ed., pp. 505-575). New York: Marcel Dekker.
- Bentur, A., & Akers, S. A. S. (1989). The microstructure and ageing of cellulose fibre reinforced cement composites cured in a normal environment. *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, 11(2), 99-109.
- Bilba, K., Arsene, M. A., & Ouensanga, A. (2003). Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composite. *Cement & Concrete Composites, 25*(1), 91-96.
- Bismarck, A., Aranberri-Askargorta, I., Springer, J., Lampke, T., Wielage, B., Stamboulis, A., Shenderovich, I., & Limbach, H.-H. (2002). Surface characterization of flax, hemp and cellulose fibers; Surface properties and the water uptake behavior. *Polymer Composites*, 23(5), 872-894.
- Bledzki, A. K., & Gassan, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, 24(2), 221-274.
- Bodros, E., & Baley, C. (2008). Study of the tensile properties of stinging nettle fibres (Urtica dioica). *Materials Letters, 62*(14), 2143-2145.
- Boghossian, E., & Wegner, L. D. (2008). Use of flax fibres to reduce plastic shrinkage cracking in concrete. *Cement and Concrete Composites, 30*(10), 929-937.
- Boret, S. (1989). Fijnheidsmetingen op vlas (pp. 1-11). Gent.
- Bos, H. L., & Donald, A. M. (1999). In situ ESEM study of the deformation of elementary flax fibres. *Journal of Materials Science*, 34(13), 3029-3034.
- Bos, H. L., Van Den Oever, M. J. A., & Peters, O. C. J. J. (2002). Tensile and compressive properties of flax fibres for natural fibre reinforced composites. *Journal of Materials Science*, *37*(8), 1683-1692.
- Boumiz, A., Vernet, C., & Tenoudji, F. C. (1996). Mechanical properties of cement pastes and mortars at early ages: Evolution with time and degree of hydration. *Advanced Cement Based Materials*, *3*(3–4), 94-106.
- Cailleux, E, & Pollet, V. (2009). *Investigations on the development of self-healing properties in protective coatings for concrete and repair mortars.* Paper presented at the 2nd international conference on self healing materials, Chicago, USA, 120.
- Clear, C. A. (1985). The Effect of Autogenous Healing upon Leakage of Water through Cracks in Concrete (Transport Research Laboratory, Trans.) (pp. 31). Wexham Springs: Cement and Concrete Association.

- Davies, G. C., & Bruce, D. M. (1997). A stress analysis model for composite coaxial cylinders. *Journal* of Materials Science, 32(20), 5425-5437.
- Davies, G. C., & Bruce, D. M. (1998). Effect of environmental relative humidity and damage on the tensile properties of flax and nettle fibers. *Textile Research Journal, 68*(9), 623-629.
- De Belie, N., Kratky, J., & Van Vlierberghe, S. (2010). Influence of pozzolans and slag on the microstructure of partially carbonated cement paste by means of water vapour and nitrogen sorption experiments and BET calculations. *Cement and Concrete Research, 40*(12), 1723-1733.
- de Lhoneux, B., Kalbskopf, R., Kim, P., & Li, V. (2002). *Development of High Tenacity Polypropylene Fibers for Cementitious Composites.* Paper presented at the Proceedings of the JCI International Workshop on Ductile Fiber Reinforced Cementitious Composites (DFRCC) -Application and Evaluation, 121-131.
- Degrauwe, F. (2005). *Eigenschappen van cementgebonden materialen bij toevoeging van vlascomponenten.* (Masterproef), Universiteit Gent, 114.
- Edvardsen, C. (1999). Water permeability and autogenous healing of cracks in concrete. ACI Materials Journal, 96(4), 448-454.
- Garcia, C., Jaldon, Dupeyre, D., & Vignon, M. R. (1998). Fibres from semi-retted hemp bundles by steam explosion treatment. *Biomass and Bioenergy*, *14*(3), 251-260.
- Gassan, J., & Bledzki, A. K. (1997). The influence of fiber-surface treatment on the mechanical properties of jute-polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 28(12), 1001-1005.
- Gassan, J., & Bledzki, A. K. (2001). Thermal degradation of flax and jute fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 82(6), 1417-1422.
- Gassan, J., Chate, A., & Bledzki, A. K. (2001). Calculation of elastic properties of natural fibers. *Journal of Materials Science*, *36*(15), 3715-3720.
- Granger, S., Loukili, A., Pijaudier-Cabot, G., & Chanvillard, G. (2007). Experimental characterization of the self-healing of cracks in an ultra high performance cementitious material: Mechanical tests and acoustic emission analysis. *Cement and Concrete Research*, *37*(4), 519-527.
- Harwood, R., Nusenbaum, V., & Harwood, J. (2008). *Cottonisation of Flax*. Paper presented at the International Conference on Flax and Other Bast Plants, Saskatchewan, 118-128.
- Hearle, J. W. S. (1963). The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 7(4), 1207-1223.
- Hearn, N. (1998). Self-sealing, autogenous healing and continued hydration: What is the difference? *Materials and Structures*, 31(8), 563-567.
- Hill, C. A. S., Khalil, H. P. S. A., & Hale, M. D. (1998). A study of the potential of acetylation to improve the properties of plant fibres. *Industrial Crops and Products*, 8(1), 53-63.
- Homma, D., Mihashi, H., & Nishiwaki, T. (2009). Self-Healing Capability of Fibre Reinforced Cementitious Composites. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 7(2), 217-228.
- Hornsby, P. R., Hinrichsen, E., & Tarverdi, K. (1997). Preparation and properties of polypropylene composites reinforced with wheat and flax straw fibres: Part I Fibre characterization. *Journal of Materials Science*, *32*(2), 443-449.
- Jaroenratanapirom, D., & Sahamitmongkol, R. (2010). *Effects of Different Mineral Additives and Cracking Ages on Self-Healing*. Paper presented at the Annual Concrete Conference 6, Petchaburi, Thailand, 551-556.
- John, M. J., & Anandjiwala, R. D. (2008). Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. *Polymer Composites, 29*(2), 187-207.
- Joseph, K., Thomas, S., & Pavithran, C. (1996). Effect of chemical treatment on the tensile properties of short sisal fibre-reinforced polyethylene composites. *Polymer*, *37*(23), 5139-5149.
- Kalia, S., Kaith, B. S., & Kaur, I. (2009). Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—A review. *Polymer Engineering & Science*, 49(7), 1253-1272.

- Kanda, T., & Li, V. C. (2006). Practical Design Criteria for Saturated Pseudo Strain Hardening Behavior in ECC. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 4(1), 59-72.
- Karus, M., & Vogt, D. (2004). European hemp industry: Cultivation, processing and product lines. *Euphytica*, *140*(1-2), 7-12.
- Kessler, R. W., Becker, U., Kohler, R., & Goth, B. (1998). Steam explosion of flax a superior technique for upgrading fibre value. *Biomass and Bioenergy*, 14(3), 237-249.
- Khalil, H. P. S. A., Rozman, H. D., Ahmad, M. N., & Ismail, H. (2000). Acetylated plant-fiber-reinforced polyester composites: a study of mechanical, hygrothermal, and aging characteristics. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 39(4), 757-781.
- Kostic, M., Pejic, B., & Skundric, P. (2008). Quality of chemically modified hemp fibers. *Bioresource Technology*, *99*(1), 94-99.
- Lecluyse, H. (1981). Invloed van bleekmiddelen op vlas (pp. pp. 13-36). Gent.
- Lee, H. X. D., Wong, H. S., & Buenfeld, N. R. (2010). Potential of superabsorbent polymer for selfsealing cracks in concrete. *Advances in Applied Ceramics*, *109*(5), 296-302.
- Lepech, M. D. (2006). A Paradigm for Integrated Structures and Materials Design for Sustainable Infrastructure. (PhD Thesis), The University of Michigan, Ann Arbor, MI, 333.
- Li, M., & Li, V. C. (2011). Cracking and healing of engineered cementitious composites under chloride environment. *ACI Materials Journal, 108*(3), 333-340.
- Li, V. C. (1993). From micromechanics to structural engineering-The design of cementitious composites for civil engineering applications. *Journal of Structural Mechanics Earthquake Engineering*, 10(2), pp. 37-48.
- Li, V. C. (1998). Engineered Cementitious Composites -Tailored Composites Through Micromechanical Modeling. In N. Banthia, A. Bentur & A. Mufti (Eds.), *Fiber Reinforced Concrete: Present and the Future* (pp. 64-97): Canadian Society of Civil Engineers.
- Li, V. C. (2003). On Engineered Cementitious Composites (ECC) A Review of the Material and Its Applications. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 1(3), 215-230.
- Li, V. C. (2008). Engineered Cementitious Composites (ECC) Material, Structural, and Durability Performance. In Ed. E. Nawy (Ed.), *Concrete Construction Engineering Handbook* (pp. 2-35): CRC Press.
- Li, V. C., & Leung, C. (1992). Steady-State and Multiple Cracking of Short Random Fiber Composites. *Journal of Engineering Mechanics, 118*(11), 2246-2264.
- Li, V. C., Lim, Y. M., & Chan, Y.-W. (1998). Feasibility study of a passive smart self-healing cementitious composite. *Composites Part B: Engineering*, 29(6), 819-827.
- Li, V. C., Wang, S., & Wu, C. (2001). Tensile strain-hardening behavior of polyvinyl alcohol engineered cementitious composite (PVA-ECC). *ACI Materials Journal, 98*(6), 483-492.
- Li, V. C., Wu, C., Wang, S., Ogawa, A., & Saito, T. (2002). Interface tailoring for strain-hardening polyvinyl alcohol-engineered cementitious composite (PVA-ECC). ACI Materials Journal-American Concrete Institute, 99(5), 463-472.
- Li, V. C., & Yang, E. H. (2007). Self-Healing in Concrete Materials. In S. van der Zwaag (Ed.), Self Healing Materials: An Alternative Approach to 20 Centuries of Materials Science (pp. 161-193). Dordrecht, The Netherlands: Springer.
- Li, X., Tabil, L. G., & Panigrahi, S. (2007). Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. *Journal of Polymers and the Environment, 15*(1), 25-33.
- Li, Z., Wang, X., & Wang, L. (2006). Properties of hemp fibre reinforced concrete composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *37*(3), 497-505.
- Lilholt, H., Toftegaard, H., Thomsen, A. B., & Schmidt, A. S. (1999). Natural composites based on cellulosic fibres and polypropylene matrix. Their processing and characterization. *Proceedings of ICCM*, *12*, p. 9.
- MacVicar, R., Matuana, L. M., & Balatinecz, J. J. (1999). Aging mechanisms in cellulose fiber reinforced cement composites. *Cement and Concrete Composites, 21*(3), 189-196.

- McGrath, P. F., & Hooton, R. D. (1999). Re-evaluation of the AASHTO T259 90-day salt ponding test. *Cement and Concrete Research*, 29(8), 1239-1248.
- Mwaikambo, L. Y., & Ansell, M. P. (2002). Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. *Journal of Applied Polymer Science*, *84*(12), 2222-2234.
- Mwaikambo, L. Y., & Ansell, M. P. (2006). Mechanical properties of alkali treated plant fibres and their potential as reinforcement materials. I. hemp fibres. *Journal of Materials Science*, *41*(8), 2483-2496.
- Nair, K. C. M., & Thomas, S. (2003). Effect of interface modification on the mechanical properties of polystyrene-sisal fiber composites. *Polymer Composites*, *24*(3), 332-343.
- Nair, K. C. M., Thomas, S., & Groeninckx, G. (2001). Thermal and dynamic mechanical analysis of polystyrene composites reinforced with short sisal fibres. *Composites Science and Technology*, 61(16), 2519-2529.
- Nishiwaki, T., Mihashi, H., Jang, B.-K., & Miura, K. (2006). Development of Self-Healing System for Concrete with Selective Heating around Crack. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 4(2), 267-275.
- Nishiyama, Y., & Okano, T. (1998). Morphological changes of ramie fiber during mercerization. *Journal of Wood Science*, 44(4), 310-313.
- Ouajai, S., & Shanks, R. A. (2005). Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments. *Polymer Degradation and Stability*, *89*(2), 327-335.
- Pacheco-Torgal, F., & Jalali, S. (2011). Cementitious building materials reinforced with vegetable fibres: A review. *Construction and Building Materials*, *25*(2), 575-581.
- Paul, A., Joseph, K., & Thomas, S. (1997). Effect of surface treatments on the electrical properties of low-density polyethylene composites reinforced with short sisal fibers. *Composites Science* and Technology, 57(1), 67-79.
- Pearce, E. M. (1985). Fiber chemistry. *Handbook of fiber science and technology. Volume IV* (pp. 737-746). New York.
- Pickering, K. L., Beckermann, G. W., Alam, S. N., & Foreman, N. J. (2007). Optimising industrial hemp fibre for composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *38*(2), 461-468.
- Prasad, B. M., & Sain, M. M. (2003). Mechanical properties of thermally treated hemp fibers in inert atmosphere for potential composite reinforcement. *Materials Research Innovations*, 7(4), 231-238.
- Qian, S., Zhou, J., de Rooij, M. R., Schlangen, E., Ye, G., & van Breugel, K. (2009). Self-healing behavior of strain hardening cementitious composites incorporating local waste materials. *Cement & Concrete Composites*, 31(9), 613-621.
- Ramm, W., & Biscoping, M. (1998). Autogenous healing and reinforcement corrosion of waterpenetrated separation cracks in reinforced concrete. *Nuclear Engineering and Design*, 179(2), 191-200.
- Reinhardt, H.-W., & Jooss, M. (2003). Permeability and self-healing of cracked concrete as a function of temperature and crack width. *Cement and Concrete Research*, 33(7), 981-985.
- Rong, M. Z., Zhang, M. Q., Liu, Y., Yang, G. C., & Zeng, H. M. (2001). The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. *Composites Science and Technology*, *61*(10), 1437-1447.
- Sahed, D. N., & Jog, J. P. (1999). Natural Fiber Polymer Composites: A Review. Advances in Polymer Technology, 18(4), 351-363.
- Sahmaran, M., Mo, L., & Li, V. C. (2007). Transport Properties of Engineered Cementitious Composites under Chloride Exposure. *ACI Materials journal, 104*(6), 604-611.
- Sawpan, M. A., Pickering, K. L., & Fernyhough, A. (2011). Effect of various chemical treatments on the fibre structure and tensile properties of industrial hemp fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *42*(8), 888-895.
- Schäfer, T., & Honermeier, B. (2006). Effect of sowing date and plant density on the cell morphology of hemp (Cannabis sativa L.). *Industrial Crops and Products, 23*(1), 88-98.

- Schlangen, E., Ter Heide, N., & Van Breugel, K. (2006). Crack healing of early age cracks in concrete. In Marias Konsta-Gdoutos (Ed.), *Measuring, Monitoring and Modeling Concrete Properties* (pp. 273-284): Springer Netherlands.
- Sedan, D., Pagnoux, C., Smith, A., & Chotard, T. (2008). Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction. *Journal of the European Ceramic Society*, 28(1), 183-192.
- Sharma, H. S. S. (1988). Microorganisms in processing of flax. *Biotechnology*, 6(b), 746-755.
- Sibelco. (2010). Kwartszand van Mol M31 M32 M34. In Benelux Sibelco (Ed.).
- Sisomphon, K., Copuroglu, O., & Koenders, E. A. B. (2012). Self-healing of surface cracks in mortars with expansive additive and crystalline additive. *Cement and Concrete Composites, 34*(4), 566-574.
- Snoeck, D. (2011). Zelfhelend beton door combinatie van microvezels met reactieve stoffen. (Masterproef), Universiteit Gent, 181.
- Snoeck, D., & De Belie, N. (2012). Mechanical and self-healing properties of cementitious composites reinforced with flax and cottonised flax, and compared with polyvinyl alcohol fibres. *Biosystems Engineering*, 111(4), 325-335.
- Snoeck, D., Steuperaert, S., Van Tittelboom, K., Dubruel, P., & De Belie, N. (2012a). Visualization of water penetration in cementitious materials with superabsorbent polymers by means of neutron radiography. *Cement and Concrete Research*, *42*(8), 1113-1121.
- Snoeck, D., Van Tittelboom, K., Steuperaert, S., Dubruel, P., & De Belie, N. (2012b). Self-healing cementitious materials by the combination of microfibres and superabsorbent polymers. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 1-12. doi:10.1177/1045389X12438623
- Sreekala, M. S., Kumaran, M. G., Joseph, S., Jacob, M., & Thomas, S. (2000). Oil Palm Fibre Reinforced Phenol Formaldehyde Composites: Influence of Fibre Surface Modifications on the Mechanical Performance. *Applied Composite Materials,* 7(5-6), 295-329.
- Stamboulis, A., Baillie, C. A., & Peijs, T. (2001). Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* 32(8), 1105-1115.
- Sydenstricker, T. H. D., Mochnaz, S., & Amico, S. C. (2003). Pull-out and other evaluations in sisalreinforced polyester biocomposites. *Polymer Testing*, 22(4), 375-380.
- ter Heide, N. (2005). *Crack Healing in Hydrating Concrete*. (MSc Dissertation), TU Delft University of Technology, Delft, The Netherlands, 118.
- Tsukamoto, M., & Woener, J. D. (1991). Permeability of cracked fibre-reinforced concrete. *Darmstadt Concrete, 6*, 123-125.
- Van De Velde, K., & Kiekens, P. (2002). Thermal degradation of flax: The determination of kinetic parameters with thermogravimetric analysis. *Journal of Applied Polymer Science*, *83*(12), 2634-2643.
- Van de Weyenberg, I., Chi Truong, T., Vangrimde, B., & Verpoest, I. (2006). Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *37*(9), 1368-1376.
- van der Zwaag, S. (1989). The concept of filament strength and the Weibull modulus. 17(5), 292-298.
- Van Tittelboom, K., De Belie, N., Van Loo, D., & Jacobs, P. (2011). Self-healing efficiency of cementitious materials containing tubular capsules filled with healing agent. *Cement and Concrete Composites*, 33(4), 497-505.
- Wang, B., Panigrahi, S., Tabil, L. G., Crerar, W., Sokansanj, S., & Braun, L. (2003). *Modification of flax fibers by chemical treatment*. Paper presented at the Proceeding CSAE/SCGR Meeting, July, 6-9.
- Wang, B., Sain, M., & Oksman, K. (2007). Study of Structural Morphology of Hemp Fiber from the Micro to the Nanoscale. *Applied Composite Materials*, *14*(2), 89-103.

- Wang, J., Van Tittelboom, K., De Belie, N., & Verstraete, W. (2012). Use of silica gel or polyurethane immobilized bacteria for self-healing concrete. *Construction and Building Materials*, 26(1), 532-540.
- Wang, K., Jansen, D. C., Shah, S. P., & Karr, A. F. (1997). Permeability study of cracked concrete. *Cement and Concrete Research*, 27(3), 381-393.
- White, S. R., Sottos, N. R., Geubelle, P. H., Moore, J. S., Kessler, M. R., Sriram, S. R., Brown, E. N., & Viswanathan, S. (2001). Autonomic healing of polymer composites. *Nature, 409*(6822), 794-797.
- Yang, E.-H. (2008). *Designing added functions in engineered cementitious composites.* (Ph.D. Dissertation), The University of Michigan, 129-203.
- Yang, E.-H., Wang, S., Yang, Y., & Li, V. C. (2008). Fiber-Bridging Constitutive Law of Engineered Cementitious Composites. *Journal of Advanced Concrete Technology*, *6*(1), 181-193.
- Yang, Y., Lepech, M. D., Yang, E.-H., & Li, V. C. (2009). Autogenous healing of engineered cementitious composites under wet–dry cycles. *Cement and Concrete Research*, 39(5), 382-390.
- Yu, J. H., Chen, W., Yu, M. X., & Hua, Y. E. (2010). The microstructure of self-healed PVA ECC under wet and dry cycles. *Materials Research*, 13(2), 225-231.
- Zeronian, S. H., & Nevell, T. P. (1985). *Cellulose Chemistry and its Application*. Chichester, UK: John Wiley, 290.

# Lijst van de gebruikte figuren

Figuur 1: Breukmechanismen in trek; naar V. C. Li (1998)	2
Figuur 2: Evenwichtsconcentraties bij verzadiging in functie van pH (Edvardsen, 1999)	6
Figuur 3: Condities in watervoerende betonscheur (Edvardsen, 1999)	7
Figuur 4: CT-doorsnede glasbuisjes, doorsnede 2 mm (a) en 3 mm (b) (Van Tittelboom et al., 2011)	11
Figuur 5: Calcietprecipitatie (x100) in silicagel (a) en in polyurethaan (b) (J. Wang et al., 2012)	12
Figuur 6: Uni-axiale trekproef (Kanda & Li, 2006)	16
Figuur 7: Opstelling permeabiliteitstest, dalend verval (a) en constant verval (b); naar EH. Yang (2008)	17
Figuur 8: Spanning-scheuropeningdiagram (Kanda & Li, 2006)	22
Figuur 9: Schematische doorsnede van een vlasstengel; naar Lecluyse (1981)	26
Figuur 10: Microscopische doorsnede van een hennepstengel (Schäfer & Honermeier, 2006)	26
Figuur 11: Schematisch overzicht vezelstructuur; naar Boret (1989)	27
Figuur 12: Schema vezelstructuur vlas (Bos et al., 2002)	29
Figuur 13: Vezelarchitectuur hennep; naar Sedan et al. (2008)	31
Figuur 14: Last-verplaatsingskromme vlasvezel; naar Baley (2002)	33
Figuur 15: Last-verplaatsingskromme cyclisch belaste vlasvezel; naar Baley (2002)	33
Figuur 16: Treksterkte hennepvezels in functie van inklemmingslengte (Kostic et al., 2008)	35
Figuur 17: Chemische interactie tussen silaanbindmiddel en vezeloppervlak (Nair & Thomas, 2003)	40
Figuur 18: Acetylering natuurlijke vezels, met zure katalysator (Mwaikambo & Ansell, 2002)	41
Figuur 19: SEM van hennepvezels voor (a) en na alkaline omgeving (b), (c) (Sedan et al., 2008)	44
Figuur 20: Technische vlasvezel, algemeen (a) en detail (b)	49
Figuur 21: Gecottoniseerde vlasvezel, algemeen (a) en detail (b)	49
Figuur 22: Niet-gerote hennepvezel, algemeen (a) en detail (b)	50
Figuur 23: Gerote hennepvezel, algemeen (a) en detail (b)	50
Figuur 24: PVA-vezel, algemeen (a) en detail (b)	51
Figuur 25: Voorbeeldafkorting mengsels met toelichting	52
Figuur 26: Onverwerkte TV-vezels (a) en verder verwerkte TV-vezels, lengte 2 cm (b)	56
Figuur 27: Weegschaal Mettler-Toledo AG 204 (W15)	57
Figuur 28: Mortelmenger Testing	60
Figuur 29: Schoktafel (a) en kegel (b)	61
Figuur 30: Foto van een lege mal	61
Figuur 31: Schuifmaat DS03b	62
Figuur 32: Schematisering vierpuntsbuigproef (a) en krachtendiagramma (b)	62
Figuur 33: Proefmachine Walter+Bai DB 250/15 (a) en opstelling vierpuntsbuigproef (b)	63
Figuur 34: Geïdealiseerde geometrie tijdens vierpuntsbuigproef	64
Figuur 35: Spanning-rekdiagram met karakteristieke punten	65
Figuur 36: Opstelling nat/droog-cycli	66
Figuur 37: Stereomicroscoop Leica S8 APO en camera DFC 295	67
Figuur 38: Mettler AE 240	69
Figuur 39: TexTechno Favimat (a) en terminologie (b)	70
Figuur 40: Detailbeeld ingeklemde vezel	71
Figuur 41: Spanning-rekdiagram vezel (TV) met karakteristieke punten	71
Figuur 42: Overzicht schudmaten primaire mengsels	74
Figuur 43: Hoeveelheid SP in functie van vezelinhoud	75
Figuur 44: Relatieve schudmaat in functie van vezelinhoud	75
Figuur 45: Schudmaten maximale prehydratatie (a) en gewichtstoename vezels	76
Figuur 46: Relatieve schudmaten bij maximale prehydratatie en bij droge inmenging	77
Figuur 47: Schudmaten mengsels met minimale prehydratatie	77

Figuur 48: Schudmaat per chemische behandeling	78
Figuur 49: Schematische weergave scheuren, proefstuk PVA 2 (d)	79
Figuur 50: Brugvorming vezels bij CV 1,5 A (a) en lokale scheursplitsing bij NH 1 C (b)	80
Figuur 51: Brugvorming bij verhoogde vezelinhoud, CV 1,5 C - h	81
Figuur 52: Gemiddeld aantal scheuren voor mengsels met TV-vezels	84
Figuur 53: Gemiddeld aantal scheuren voor mengsels met CV-vezels	85
Figuur 54: Gemiddeld aantal scheuren voor mengsels met NH-vezels	85
Figuur 55: Gemiddeld aantal scheuren voor mengsels met GH-vezels	86
Figuur 56: Spanning-rekdiagrammen PVA 2, reeks 1	89
Figuur 57: Spanning-rekdiagrammen PVA 2, reeks 2	90
Figuur 58: Spanning-rekdiagrammen TV 0,5 A	90
Figuur 59: Spanning-rekdiagrammen TV 1 A	91
Figuur 60: Spanning-rekdiagrammen TV 0,5 B	91
Figuur 61: Spanning-rekdiagrammen TV 1 B	92
Figuur 62: Spanning-rekdiagrammen TV 0,5 C	92
Figuur 63: Spanning-rekdiagrammen TV 1 C	93
Figuur 64: Spanning-rekdiagrammen CV 0,5 A	93
Figuur 65: Spanning-rekdiagrammen CV 1 A	94
Figuur 66: Spanning-rekdiagrammen CV 1,5 A	94
Figuur 67: Spanning-rekdiagrammen CV 0.5 B	95
Figuur 68: Spanning-rekdiagrammen CV 1 B	95
Figuur 69: Spanning-rekdiagrammen CV 0.5 C	95
Figuur 70: Spanning-rekdiagrammen CV 1 C	96
Figuur 71: Spanning-rekdiagrammen NH 0.5 A	
Figuur 72: Spanning-rekdiagrammen NH 1 A	96
Figuur 73: Spanning-rekdiagrammen NH 0.5 B	97
Figuur 74: Spanning-rekdiagrammen NH 1 B	
Figuur 75: Spanning-rekdiagrammen NH 0.5 C	97
Figuur 76' Spanning-rekdiagrammen NH 1 C	98
Figuur 77' Spanning-rekdiagrammen GH 0.5 A	98
Figuur 78' Spanning-rekdiagrammen GH 1 A	99
Figuur 79' Snanning-rekdiagrammen GH 0.5 B	99
Figuur 80: Spanning-rekdiagrammen GH 1 B	90
Figure 81: Spanning-rekdiagrammen GH $0.5$ C	100
Figuur 82: Spanning-rekdiagrammen GH 1 C	100
Figure 82: Spanning-rekdiagrammen TV $0.5$ C - H	101
Figure 84: Spanning-rekdiagrammen CV $0.5$ C - H	101
Figuur 94: Spanning rekdiagrammon NH 0.5 C H	101
Figuur 65. Spanning rekdiagrammon CH 0.5 C - H	101
Figure 87: Coopping roldingrommon TV 1.5.C. h	101
Figuur 87: Spanning rekdiagrammon TV 2.C. h	102
Figuur 80. Spanning-rekulagrammen CV 1 F.C. h	103
Figuur 89. Spanning-rekulagrammen CV 2,5 C = 1	103
Figuur 90: Spanning-rekulagrammen CV 2 C - II.	104
Figuur 91: Spanning-rekdiagrammen NH 1,5 C - n	. 104
Figuur 92. Spanning-rekulagrammen NH 2 C - N	105
Figuur 95: Spanning-rekulagrammen GH 1,5 C - N	105
Figuur 94: Spanning-rekolagrammen GH 2 C - n	. 105
Figuur 95: Spanning-rekalagrammen IV 2 C - h*	106
Figuur 96: Spanning-rekalagrammen I V 2 C - h - S.	106
Figuur 97: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - S	. 107

Figuur 98: Spanning-rekdiagrammen NH 2 C - h - S	. 107
Figuur 99: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h - S	. 107
Figuur 100: Spanning-rekdiagrammen TV 2 C - h - P	. 108
Figuur 101: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - P	. 108
Figuur 102: Spanning-rekdiagrammen NH 2 C - h - P	. 109
Figuur 103: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h - P	. 109
Figuur 104: Spanning-rekdiagrammen TV 2 C - h - N2	. 110
Figuur 105: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - N2	. 110
Figuur 106: Spanning-rekdiagrammen NH 2 C - h - N2	. 110
Figuur 107: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h - N2	. 111
Figuur 108: Spanning-rekdiagrammen TV 2 C - h - N6	. 111
Figuur 109: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - N6	. 112
Figuur 110: Spanning-rekdiagrammen NH 2 C - h - N6	. 112
Figuur 111: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h - N6	. 112
Figuur 112: Spanning-rekdiagrammen TV 2 C - h - N10	. 113
Figuur 113: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - N10	. 113
Figuur 114: Spanning-rekdiagrammen NH 2 C - h - N10	. 113
Figuur 115: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h - N10	. 114
Figuur 116 <sup>.</sup> Spanning-rekdiagrammen TV 2 C - h - 7	114
Figuur 117: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - 7	115
Figuur 118: Spanning-rekdiagrammen NH 2 C - h - 7	115
Figuur 110: Spanning-rekdiagrammen GH 2 C - h - 7	115
Figuur 120: Spanning-rekdiagrammen TV 2 C - h - $\Delta$	116
Figure 121: Spanning-rekdiagrammen CV 2 C - h - $\Lambda$	116
Figure 121: Spanning rekdiagrammon NH 2 C $h$ A	. 110
Figuur 122: Spanning rekdiagrammon GH 2 C - h - A	. 110
Figuur 123. Spanning-Lekulagi anninen GH 2 C - H - A	. 117
Figuur 124. Elasticiteitsmoduli voor primaire mengsels met geprebudrateerde vezels en DVA	. 110
Figuur 125: Gemiddelde elasticiteitsmoduli voor mengsels met geprenydrateerde vezels en PVA	. 119
Figuur 126: Gemiddelde elasticiteitsmoduli voor mengsels met chemisch behandelde vezels	. 119
Figuur 127: Gemiddelde eerste scheursterkte bij primaire mengsels	. 120
Figuur 128: Gemiddelde eerste-scheursterkte voor mengsels met geprenydrateerde vezels en PVA	. 121
Figuur 129: Gemiddelde eerste-scheursterkte voor mengsels met chemisch behandelde vezels	. 122
Figuur 130: Gemiddelde bulgtreksterkte voor mengsels met geprehydrateerde vezels en PVA	. 123
Figuur 131: Gemiddelde buigtreksterkte bij mengsels met chemisch behandelde vezels	. 123
Figuur 132: Gemiddelde versteviging bij betreffende mengsels	. 124
Figuur 133: Gemiddelde scheurwijdte bij meervoudig gescheurde mengsels	. 125
Figuur 134: Scheursplitsing bij TV 0,5 C (c)	. 126
Figuur 135: Scheurwijdtes bij GH 1 C (a), (a) en TV 0,5 C (c), (b)	. 126
Figuur 136: Scheuren ter plaatse van microporositeiten (a) en ter plaatse van een kleine holte (b)	. 127
Figuur 137: Vezeluittrekking bij TV 0,5 B (c)	. 127
Figuur 138: Scheur bij TV 1 B (a) na breking (a) en na 14 dagen (b)	. 128
Figuur 139: Scheur bij TV 1 A (c) na breking (a) en na heling (b)	. 128
Figuur 140: Scheur bij TV 0,5 B (b) na breking (a) en na zelfheling (b)	. 128
Figuur 141: Scheur bij CV 0,5 A (a) na breking (a) en na zelfheling (b)	. 129
Figuur 142: Scheur bij CV 0,5 C (a) na breking (a) en na zelfheling (b)	. 129
Figuur 143: Scheur bij NH 1 C (b) na breking (a) en na zelfheling (b)	. 129
Figuur 144: Scheur bij NH 0,5 C (c) na breking (a) en na zelfheling (b)	. 130
Figuur 145: Scheur bij GH 0,5 B (c) na breking (a) en na zelfheling (b)	. 130
Figuur 146: Scheur bij GH 0,5 A (b) na breking (a) en na zelfheling (b)	. 131
Figuur 147: Scheuronderzoek om de twee dagen, PVA 2 (c)	. 131

Figuur	148: Scheuronderzoek om de twee dagen, TV 1,5 C – h (b)	132
Figuur	149: Scheuronderzoek om de twee dagen, CV 2 C – h (b)	132
Figuur	150: Scheuronderzoek om de twee dagen en na 14 dagen, PVA 2 (c)	133
Figuur	151: Scheuronderzoek om de twee dagen en na 14 dagen, PVA 2 (a)	133
Figuur	152: Vergelijking van scheur bij CV 2 C - h - P (a), na breking (a) en na 14 dagen nat/droog-cycli (b)	134
Figuur	153: Vergelijking van scheur bij NH 2 C - h - N2 (a), na breking (a) en na 14 dagen nat/droog-cycli (b).	134
Figuur	154: Vergelijking van scheur bij GH 2 C - h - N10 (b), na breking (a) en na 14 dagen nat/droog-cycli (b)	135
Figuur	155: Vergelijking van scheur bij NH 2 C - h - N10 (c), na breking (a) en na 14 dagen nat/droog-cycli (b)	135
Figuur	156: Vorming van calciet op GH-vezel bij GH 2 C – h (a)	136
Figuur	157: Vorming van calciet op GH-vezel bij GH 2 C – h – N2 (a)	136
Figuur	158: Vorming van calciet op TV-vezel bij TV 2 C – h – N2 (c)	136
Figuur	159: Vorming van calciet op TV-vezel bij TV 2 C – h – S (b)	137
Figuur	160: Vorming van calciet op CV-vezel bij CV 1,5 C – h (b)	137
Figuur	161: Beperkte vorming van calciet op NH-vezel bij NH 2 C – h (b)	137
Figuur	162: Relatieve scheurdichting bij primaire GH-mengsels	138
Figuur	163: Relatieve scheurdichting bij primaire mengsels, per vezeltype	139
Figuur	164: Scheurdichting hij prehvdratatie met 1,5 vol % natuurlijke vezels en hij 2 vol % PVA	140
Figuur	165: Scheurdichting hij prehydratatie met 2 vol % natuurlijke vezels en hij PVA-vezels	140
Figuur	166: Effect van chemische behandeling on relatieve scheurdichting hij TV-mengsels	142
Figuur	167: Effect van chemische behandeling op relatieve scheurdichting bij TV mengsels	1/12
Figuur	168: Effect van chemische behandeling op relatieve scheurdichting bij ev mengsels	1//
Figuur	160: Effect van chemische behandeling op relatieve scheurdichting bij Mirmengsels	1/15
Figuur	170: Effect van N2-behandeling op relatieve scheurdichting bij Grimengsels met verschillend vezeltvoe	145
Figuur	170. Effect van N2-behandeling op relatieve schedruchting bij mengsels met verschniend vezeitype.	140
Figuur	171. Gennuderde schedruchting per mengsertype	147
Figuur	172. Spanning-rekulagrannien TV-Vezels	140
Figuur	173. Genilduelde tiekstelktes basisvezels	149
Figuur	174: Gemiddelde elasticiteitsmodulus bij verschillende rekintervallen van de basisvezels	149
Figuur	175: Gemiddelde treksterkten van de basisvezels.	120
Figuur	176: Gemiddelde treksterkten van de basisvezels, voor en na degradatie	151
Figuur	177: Gemiddeide moduli bij 0,5%-1% rek van de basisvezels, voor en na degradatie	151
Figuur	178: Gemiddeide rekken bij treksterkte van de basisvezels, voor en na degradatie	152
Figuur	179: Gemiddelde treksterkte van GH-vezels na bewaring in verschillende omgevingen	152
Figuur	180: Gemiddelde stijfheid van GH-vezels na bewaring in verschillende omgevingen	153
Figuur	181: Gemiddelde rek bij treksterkte van GH-vezels na bewaring in verschillende omgevingen	153
Figuur	182: Gemiddelde treksterkte na silaanbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	155
Figuur	183: Gemiddelde stijfheid na silaanbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (n)	155
Figuur	184: Gemiddelde breukrek na silaanbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	156
Figuur	185: Gemiddelde treksterkte van GH-vezels, met en zonder peroxidebehandeling	157
Figuur	186: Gemiddelde elasticiteitsmodulus (0,5%-1%) van GH-vezels, met en zonder peroxidebehandeling	157
Figuur	187: Gemiddelde rek bij treksterkte van GH-vezels, met en zonder peroxidebehandeling	157
Figuur	188: Treksterkte na N2-behandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	158
Figuur	189: Stijfheid na N2-behandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	159
Figuur	190: Breukrek na N2-behandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	159
Figuur	191: Gemiddelde treksterkte van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (6 m% NaOH)	160
Figuur	192: Gemiddelde stijfheid van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (6 m% NaOH)	160
Figuur	193: Gemiddelde rekcapaciteit van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (6 m% NaOH)	161
Figuur	194: Gemiddelde treksterkte van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (10 m% NaOH)	161
Figuur	195: Gemiddelde stijfheid van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (10 m% NaOH)	162
Figuur	196: Gemiddelde rekcapaciteit van GH-vezels, met en zonder alkalisatiebehandeling (10 m% NaOH).	162
Figuur	197: Treksterkte na zuurbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	163

Figuur 198: Gemiddelde stijfheid na zuurbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	163
Figuur 199: Breukrek na zuurbehandeling van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	164
Figuur 200: Gemiddelde treksterkte na acetylering van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	165
Figuur 201: Gemiddelde stijfheid na acetylering van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	165
Figuur 202: Gemiddelde breukrek na acetylering van TV-vezels (a) en van GH-vezels (b)	165
Figuur 203: Overzicht mechanische eigenschappen GH bij alkalisatie	167
Figuur 204: Overzicht mechanische eigenschappen gealkaliseerde GH bij blootstelling aan cementmilieu	167
Figuur 205: Gemiddelde treksterkte voor de behandelde vezels	168
Figuur 206: Gemiddelde stijfheid voor de behandelde vezels	168
Figuur 207: Gemiddelde breukrek voor de behandelde vezels	168
Figuur 208: Gemiddelde treksterkte voor de behandelde GH-vezels in cementmilieu	169
Figuur 209: Gemiddelde stijfheid voor de behandelde GH-vezels in cementmilieu	169
Figuur 210: Gemiddelde breukrek voor de behandelde GH-vezels in cementmilieu	169
Figuur 211: Gemiddelde vezeldiameters na bewaring in verschillende milieus	170
Figuur 212: Gemiddelde TV-vezeldiameters na behandeling, met of zonder bewaring in cementoplossing	171
Figuur 213: Gemiddelde GH-vezeldiameters na behandeling, met of zonder bewaring in cementoplossing	172
Figuur 214: Vorming van witte draden bij natuurlijke vezels (a); vorming pluisjes op het vezeloppervlak (b)	172

# Lijst van de gebruikte tabellen

Tabel 1: Voordelen en nadelen van natuurlijke vezels (Bismarck et al., 2002; Stamboulis et al., 2001)	. 25
Tabel 2: Samenstelling vlasvezels volgens literatuur	. 30
Tabel 3: Mechanische karakteristieken vlasvezels volgens literatuur	. 30
Tabel 4: Samenstelling hennepvezel volgens literatuur	. 32
Tabel 5: Mechanische karakteristieken hennepvezels volgens literatuur	. 32
Tabel 6: Samenstelling [m%] van het gebruikte cement, vliegas en zand (De Belie et al., 2010; Sibelco, 2010).	. 48
Tabel 7: Vezeloverzicht	. 48
Tabel 8: Gebruikte chemische middelen	. 51
Tabel 9: Samenstelling cementmortel	. 52
Tabel 10: Primaire mengsels natuurlijke vezels	. 53
Tabel 11: Mengsels met onbehandelde, maximaal voorbevochtigde vezels	. 54
Tabel 12: Mengsels met onbehandelde, minmaal voorbevochtigde vezels	. 54
Tabel 13: Mengsels behandelde vezels	. 55
Tabel 14: Mengprocedure	. 60
Tabel 15: Overzicht degradatieproeven op lange duur	. 67
Tabel 16: Degradatieproeven op korte termijn	. 68
Tabel 17: Overzicht scheurkarakteristieken (prehydratatie met extra water)	. 81
Tabel 18: Gemiddelde scheurwijdtes en permanente rek bij meervoudige scheurvorming	. 83
Tabel 19: Significantieniveaus voor combinaties vezelinhoud en vezellengte	118
Tabel 20: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 61 $\mu$ m) bij primaire mengsels .	139
Tabel 21: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 71 μm) bij prehydratatie	141
Tabel 22: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 57 μm) bij TV-mengsels	142
Tabel 23: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 71 μm) bij CV-mengsels	143
Tabel 24: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 122 μm) bij NH-mengsels	145
Tabel 25: Scheurwijdte, scheurdichting en gecorrigeerde scheurdichting (w = 104 μm) bij GH-mengsels	146
Tabel 26: Samenvatting eigenschappen TV-vezels	150
Tabel 27: Samenvatting eigenschappen onbehandelde vezels, cement- en gedemineraliseerde omgeving	154
Tabel 28: Samenvatting eigenschappen TV- en GH vezels na silaanbehandeling	156
Tabel 29: Samenvatting eigenschappen GH-vezels na peroxidebehandeling	158
Tabel 30: Samenvatting eigenschappen TV- en GH-vezels na alkalisatie (2 m%)	159
Tabel 31: Samenvatting eigenschappen GH-vezels na alkalisatiebehandeling (6 m%)	161
Tabel 32: Samenvatting eigenschappen GH-vezels na alkalisatiebehandeling (10 m% NaOH)	162
Tabel 33: Samenvatting eigenschappen TV- en GH-vezels na zuurbehandeling	164
Tabel 34: Samenvatting eigenschappen TV- en GH-vezels na acetylering	166
Tabel 35: Mechanische eigenschappen TV-vezels	178
Tabel 36: Mechanische eigenschappen CV-vezels	179
Tabel 37: Mechanische eigenschappen NH-vezels	179
Tabel 38: Mechanische eigenschappen GH-vezels	180
