

ÉCOLE DOCTORALE ED269

ICube – Equipe MMB

THÈSE présentée par :

Martin LEFEBVRE

soutenue le : **8 décembre 2022**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'université de Strasbourg**

Discipline / Spécialité : **Mécanique**

**Sur une approche multi-échelle de
l'influence de la vitesse sur le
comportement mécanique d'un
composite biosourcé Lin/Elium**

THÈSE dirigée par :

Mme BAHLOULI Nadia

Professeur, Université de Strasbourg

RAPPORTEURS :

M. BALEY Christophe

Professeur, Université de Bretagne Sud

M. BOUVET Christophe

Professeur, ISAE-SUPERO

AUTRES MEMBRES DU JURY :

Mme TOUCHARD Fabienne

Directrice de recherche, ISEA-ENSMA Poitiers

M. KIEFER Renaud

Maître de conférences, INSA Strasbourg (co-encadrant)

M. VEDRINES Marc

Maître de conférences, INSA Strasbourg (co-encadrant)

INVITES :

M. BEHLOULI Karim

Ingénieur, Directeur NatUp fibres, EcoTechnilin

M. GÉRARD Pierre

Dr. Ingénieur R&D Résine Elium, ARKEMA

M. HOARAU Yannick

Professeur, Université de Strasbourg (co-directeur)

Remerciements

Ce projet de thèse a été l'occasion de faire de formidables rencontres sur le plan personnel et professionnel. Les résultats présentés sont le fruit de multiples collaborations avec différentes équipes de l'Université de Strasbourg, différents laboratoires à travers l'Europe et différentes entreprises qui ont soutenu le projet de thèse.

J'exprime ma reconnaissance à Christophe Baley et Christophe Bouvet pour avoir accepté de rapporter mes travaux, ainsi à Fabienne Touchard, d'avoir accepté d'être examinatrice de mes travaux.

Je tiens à remercier Karim Behloul et EcoTechnilin, pour avoir gracieusement fourni les fibres de lin et les rouleaux nécessaires à la fabrication des plaques stratifiées. Je remercie également Pierre Gérard et Arkema, pour avoir gracieusement réalisé les plaques stratifiées avec la résine Elium au Centre technique Arkema de Lacq. Sans ces matériaux, mon travail de thèse n'aurait pas pu autant avancer.

Il me tarde d'échanger avec tous les membres invités le jour de la soutenance. J'espère poursuivre ma carrière professionnelle dans ce domaine et être amené à collaborer sur de nouveaux projets scientifiques et industriels.

A mes encadrants Nadia Bahloul, Yannick Hoarau, Renaud Kiefer et Marc Védrines, qui chacun dans leur domaine m'ont apporté leurs connaissances, leurs remarques afin que je puisse continûment apprendre, progresser et comprendre ce qu'est la recherche scientifique. Je suis certain que nous continuerons à travailler ensemble d'une manière ou d'une autre.

Je tiens ensuite à remercier l'équipe ELCOD (Ana, Loup et Thomas) avec qui toute cette aventure a commencé. Ce fut un réel plaisir de travailler avec vous sur ce projet et j'espère pouvoir voir le nouveau drone voler prochainement. Et bien sûr, je suis confiant pour que l'équipe Cigogne décroche la 1^{ère} place pour l'IMAV 2023 !

Ensuite, merci aux doctorants de l'équipe MMB (Manon, Natacha, Saif, Samuel et Thibault) pour l'ambiance toujours aussi bonne aussi bien au laboratoire qu'en-dehors.

Maintenant, tous ceux qui m'ont gracieusement aidé de par leur expertise et leur disponibilité :

Vincent Vottero, pour sa disponibilité pour les essais et pour sa rigoureuse méthode BPRC.

Dao Lam, expert en histologie, qui nous a permis de préparer et d'obtenir les magnifiques observations microscopiques.

Naji Karouf, pour sa disponibilité et pour l'utilisation du MEB et qui nous a permis d'avoir des observations inédites sur les fibres de lin.

Julien Graff et l'Institut d'Histologie, avec qui nous avons adapté des techniques d'observations des sciences humaines et du vivant pour la science des matériaux composites.

Frederic Addiego, qui nous a gracieusement réalisé les mesures au tomographe.

Merci à Yaël Dematry pour avoir réalisé des essais sur puits de chute.

Merci aux permanents sur les sites de Boussingault et de l'Hôpital civil. En particulier Hamdi et Chrystelle qui ont toujours été d'une aide précieuse.

Merci aux collègues de l'INSA Strasbourg, pour leur confiance et leur organisation pour réaliser mes missions d'enseignements. Ce fut très enrichissant de transmettre mon savoir aux étudiants et de les accompagner durant les séances, les stages ou les projets.

A mes amis de longues dates, avec qui nous avons beaucoup de choses à rattraper et de nouveaux projets à entreprendre.

Evidemment, à ma famille qui m'a toujours encouragé à accomplir le meilleur, quels que soient nos choix et à trouver la passion dans ce qu'on entreprend. Enfin, à ma femme qui m'a encouragé, motivé, aidé, épaulé... Maintenant, c'est à moi de te soutenir pour que tu obtiennes ta spécialité.

Table des matières

Introduction générale	11
Chapitre 1 Étude bibliographique	16
I. Généralités sur les matériaux composites	16
I.1. Définitions et domaines d'applications	16
I.2. Définition d'un matériau composite	18
I.3. Les fibres naturelles	19
I.4. Processus de fabrication des fibres de lin	20
I.5. Comparaison des propriétés mécaniques du lin avec les autres fibres	21
I.6. Impact environnemental des fibres de lin	24
I.7. Étude comparative des résines	25
I.8. Étude comparative des prix	27
I.9. Bilan et perspectives d'études	27
II. Propriétés mécaniques des matrices polymères	28
II.1. Effet de la vitesse sur le comportement mécanique des matrices polymères	28
II.1.1. Propriétés mécaniques en régime quasi-statique	28
II.1.2. Propriétés mécaniques en régime dynamique	30
II.2. Effet de la température sur les propriétés mécaniques	33
III. Comportement des fibres : De la fibre au faisceau	35
III.1. Morphologie d'une fibre de lin	35
III.1.1. Structure multi-échelle de la plante	35
III.1.2. Composition d'une fibre de lin	37
III.1.3. Structure de la fibre élémentaire de lin	40
III.1.4. Diamètre des fibres élémentaire et lumen	43
III.2. Comportement mécanique des fibres élémentaires naturelles	45
III.2.1. Essai de traction quasi-statique sur les fibres élémentaires naturelles	45
III.2.2. Mécanismes de déformation des fibres naturelles en traction	47
III.2.3. Propriétés transverses des fibres naturelles en traction	49
III.2.4. Effet de la vitesse de déformation	50
III.2.5. Essai de compression quasi-statique sur les fibres élémentaires	52
III.3. Essai de traction quasi-statique sur les faisceaux	53
III.4. Modélisation du module longitudinal et transverse de la fibre élémentaire par une approche multi-échelle	54
III.4.1. Module longitudinal et transversal d'une fibre élémentaire	54
III.4.2. Contrainte à rupture d'une fibre élémentaire	54
IV. Du pli au stratifié composite	56
IV.1. Morphologie	56
IV.2. Caractérisations expérimentales	57
IV.2.1. Comportement mécanique des composites Lin/Epoxy en régime quasi-statique	57
IV.2.2. Comportement mécanique du Lin/Elium en régime quasi-statique	58
IV.2.3. Comportement mécanique des composites renforcés de fibres de lin sous chargement dynamique	62
IV.3. Modélisation multi-échelle des composites	65
IV.3.1. Module longitudinal du pli élémentaire	65
IV.3.2. Module transverse du pli élémentaire	66
IV.3.3. Contrainte à rupture	68
Conclusion du chapitre	68
Chapitre 2 Caractérisation expérimentale et modélisation de la fibre au faisceau	70
Introduction	70

Partie 1 : Caractérisation morphologique et effet de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des fibres élémentaires	71
I. Étude morphologique	71
I.1. Méthodes d'observations	71
I.1.1. Microscope optique et coupes histologiques	71
I.1.2. Microscope électronique à balayage (MEB)	71
I.2. Observations multi-échelles	71
I.2.1. Observations à l'échelle de la tige de lin	71
I.2.2. Observations à l'échelle de la fibre élémentaire	72
I.2.3. Étude morphologique des diamètres des fibres et des lumens	74
II. Essais de traction à différentes vitesses de déformation sur fibres élémentaires	77
II.1. Matériaux et méthode	77
II.1.1. Essais de traction	77
II.1.2. Mesure des diamètres des fibres	78
II.2. Résultats	79
II.2.1. Courbes contrainte-déformation	79
II.2.2. Effet de la vitesse de déformation en traction	80
II.2.3. Discussion	81
II.2.4. Observation des faciès de rupture	84
II.2.5. Étude du comportement en traction en régime quasi-statique	86
Partie 2 : Approche multi-échelle : Homogénéisation de l'échelle des biomolécules à l'échelle des fibres élémentaires	92
I. Modélisation probabiliste de la contrainte à rupture de la fibre élémentaire	92
I.1. Effet du diamètre sur la contrainte à rupture à l'échelle de la fibre élémentaire	92
I.2. Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture à l'échelle de la fibre élémentaire	95
II. Modélisation du module longitudinal de la fibre élémentaire par une approche d'homogénéisation multi-échelle	97
II.1. Hypothèses sur le modèle d'une fibre élémentaire	97
II.2. Modèle d'homogénéisation en quasi-statique	98
II.2.1. Matrice de la matrice de la fibre élémentaire	99
II.2.2. Le « composite » fibre élémentaire	100
II.3. Analyse du modèle nano-micro des biomolécules d'une fibre en quasi-statique	102
II.3.1. Définition du plan d'expérience	102
II.3.2. Confrontation essais expérimentaux et modélisation	103
II.3.3. Optimisation des réponses	106
II.3.4. Évaluation du module transverse de la fibre élémentaire	107
II.3.5. Effet du facteur d'élanement L/D sur le module longitudinal de la fibre	109
Conclusion du chapitre	111
Chapitre 3 Caractérisation et modélisation multi-échelle du comportement en vitesse d'un composite Lin/Elium	112
Introduction	112
Partie 1 : Caractérisation morphologique du stratifié lin/Elium	113
I. Préparation des plaques composites	113
II. Analyse morphologique du stratifié Lin/Elium	114
II.1. Détermination de la densité par l'utilisation d'un pycnomètre	114
II.2. Mesure du volume de fibres par analyse de coupes histologiques	115
II.3. Méthode de détermination du volume élémentaire représentatif	117
II.4. Mesure de la porosité par tomographie	119
Partie 2 : Caractérisation expérimentale du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement du stratifié Lin/Elium	123
I. Essais de traction en régime quasi-statique du composite	123
I.1. Méthode de traction en régime quasi-statique	123

I.2.	Résultats des essais de traction en régime quasi-statique	125
I.3.	Analyse de l'endommagement et de la rupture des stratifiés	127
II.	Essais de compression en régime quasi-statique du composite	133
II.1.	Méthode de compression en régime quasi-statique	133
II.2.	Résultat des essais de compression en régime quasi-statique	134
II.3.	Mesure du coefficient de Poisson en régime quasi-statique	136
II.4.	Étude des mécanismes d'endommagement	137
Partie 3 : Caractérisation expérimentale du comportement mécanique du stratifié Lin/Elium sur une large plage de vitesse		
I.	Influence de la vitesse de déformation sur le comportement en compression stratifié Lin/Elium	139
I.1.	Caractérisation expérimentale du comportement en vitesse	139
I.2.	Résultats	144
I.2.1.	Résultats en régimes quasi-statique et intermédiaire en compression	144
I.2.2.	Résultats effet de la vitesse de déformation en régime dynamique	146
I.2.3.	Modélisation du comportement mécanique en compression	149
I.2.4.	Effet de l'orientation et de la vitesse de déformation	152
II.	Effets de la vitesse de déformation en traction	154
II.1.	Matériau et méthode	154
II.2.	Résultats effets de la vitesse de déformation en traction	155
II.2.1.	Régime intermédiaire - Machine hydraulique	155
II.2.2.	Régime intermédiaire - Puits de chute	155
Partie 4 : Approche multi-échelle : Homogénéisation de l'échelle du stratifié à l'échelle des composants du pli.		
I.	Identification des composantes du tenseur de rigidité par la théorie des stratifiés	159
I.1.	Détermination des coefficients élastiques	162
I.2.	Validation des calculs de la matrice de rigidité	163
I.3.	Modélisation de la contrainte à rupture du pli élémentaire	165
II.	Approche micro-méso pour le calcul des coefficients d'élasticité du pli élémentaire à partir des composants élémentaires	167
II.1.	Définition des modèles d'homogénéisation	167
II.1.1.	Modèles de Voigt et Reuss	167
II.1.2.	Homogénéisation par les formules de Halpin-Tsai	168
II.1.3.	Modèle de Hirsch	169
II.1.4.	Modèle d'Ekvall	169
II.1.5.	Modèle de Tsai avec contiguïté	169
II.2.	Comparaison des modèles avec les données expérimentales	170
II.3.	Présentation du coefficient de contiguïté	174
II.4.	Analyse du modèle micro-méso pour décrire les propriétés mécaniques du composite	176
II.4.1.	Définition du plan d'expériences	176
II.4.2.	Optimisation des réponses et obtention du coefficient de contiguïté	181
Conclusion du chapitre		
		182
Chapitre 4 Approche multi-échelle pour la simulation numérique du drone		
		183
Introduction		
		183
I.	Étude de la portance	183
I.1.	Calcul de la corde moyenne (ou longueur critique)	183
I.2.	Soufflerie numérique - STAR CCM	185
II.	Simulations sur ABAQUS CAE	186
II.1.	Géométrie et conditions limites	186
II.2.	Définition des plis composites	188
II.3.	Critères de rupture	189
II.4.	Résultats	190

Conclusion du chapitre _____	193
Conclusion générale _____	195
I. Réponses apportées par cette étude _____	195
II. Perspectives de futures études _____	196
II.1. Caractérisations expérimentales des constituants du composite selon d'autres directions de chargement _____	196
II.2. Simulations numériques _____	197
II.3. Extension de l'étude à d'autres fibres naturelles _____	198
Liste des figures _____	200
Liste des tableaux _____	204
Bibliographie _____	206
Annexes _____	215
I. Fabrication des moules et des pièces du Stork Mk. II _____	215
I.1. Fabrication des moules _____	215
I.2. Moulage composite – Fabrication des pièces structurales _____	215
II. Plan du drone Stork Mk. II _____	216
III. Equation du plan d'expériences – Fibre élémentaire _____	217
III.1. Equation de régression module longitudinal initial _____	217
III.2. Equation de régression module longitudinal final _____	217
III.3. Equation de régression module transversal initial _____	217
III.4. Equation de régression module transversal final _____	218
IV. Effet de la température sur les propriétés mécaniques en compression quasi-statique et en dynamique _____	218
V. Programme Matlab : Traitement des signaux barre Hopkinson _____	220
VI. Equation du plan d'expérience – Composite _____	222
VI.1. Equation de régression module longitudinal du pli _____	222
VI.2. Equation de régression module transverse du pli _____	223
VI.3. Equation de régression module de cisaillement du pli _____	223
VI.4. Equation de régression coefficient de Poisson du pli _____	223
VII. Essai de flexion en régime quasi-statique _____	224
VII.1. Matériaux et méthode _____	224
VII.2. Résultats en quasi-statique _____	225
VIII. Propriétés des plis renforcés de fibres de lin et des plis renforcés de fibres de verre _____	227

« L'esprit humain, aux diverses périodes de son évolution, a passé successivement par le sentiment, la raison et l'expérience. D'abord le sentiment, seul s'imposant à la raison, créa des vérités de foi, c'est-à-dire la théologie. La raison ou la philosophie, devenant ensuite la maîtresse, enfanta la scolastique. Enfin, l'expérience, c'est à dire l'étude des phénomènes naturels, apprit à l'homme que les vérités du monde extérieur ne se trouvent formulées de prime abord, ni dans les sentiments ni dans la raison. Ce sont seulement nos guides indispensables ; mais pour obtenir ces vérités, il faut nécessairement descendre dans la réalité objective des choses. »

Claude Bernard

Citation tirée de Science et Vie, Août-Septembre 1944

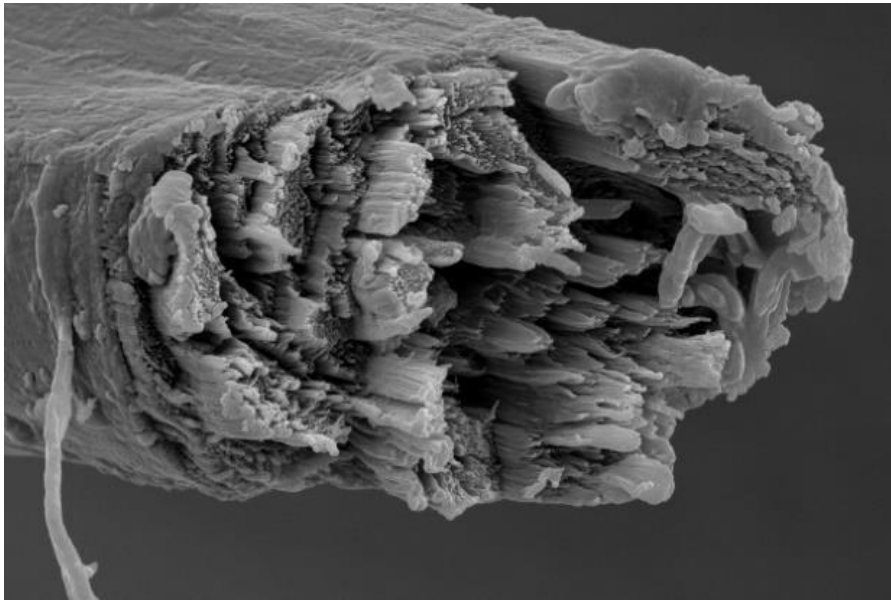


Image d'un faciès de rupture d'une fibre de lin au MEB

Introduction générale

Mon projet de thèse a fait suite au projet ELCOD (2017-19 ; Endurance Low-Cost Drone) qui portait sur la réalisation d'un drone longue endurance en composites conventionnels Epoxy/Verre et Epoxy/Carbone. Ce drone de 5 m d'envergure et d'une masse maximale de 25kg est propulsé par une pile à hydrogène. Il a été conçu pour embarquer des capteurs météo et de pollution pour mesurer différents polluants en altitude lors de vols autonomes. Le boîtier embarquant les différents capteurs a été conçu et réalisé par l'équipe du laboratoire ICPEES de l'Université de Strasbourg. À l'issue de ce projet de recherche, le drone prototype a réussi à faire une dizaine d'heures de vol cumulées avec des batteries Lithium-ion polymère (LiPo). Il a permis de faire des premières campagnes de mesures de pollution en altitude (Figure 1). Le premier prototype de drone (Stork Mk.I) a été conçu avec un fuselage moulé en fibre de verre/carbone et avec les ailes en polystyrène extrudé coffré de bois et stratifié à l'aide de fibres de verre et de carbone avec résine Epoxy. La conception et réalisation des moules d'une deuxième version tout composite de ce drone (Stork Mk.II) est en cours de finalisation à l'INSA de Strasbourg (Annexe I). Cela permettra de fabriquer ce drone en petite série pour différents types d'applications comme la mesure de polluants atmosphériques, la surveillance de larges zones, etc.



Figure 1 : a) Drone prototype Stork en vol ; b) Intégration des capteurs météo et de pollution dans le fuselage

Les dimensions et spécificités du drone final sont présentes en Annexe II à ce manuscrit. À noter que les dimensions entre le drone final et le prototype sont similaires concernant l'envergure, la masse maximale autorisée. À l'issue de ce projet, une deuxième thèse a débuté en 2020. Elle porte sur l'hybridation et la gestion d'énergie du système de propulsion du drone à base de pile à hydrogène, batteries LiPo (Lithium Polymère) et supercondensateurs.

La problématique initiale de mon doctorat était de savoir si les composites renforcés de fibres de lin ou FFRC (*Flax Fiber Reinforced Composite*) pouvaient être utilisés dans ce type de structure afin de concevoir un drone avec un plus faible impact carbone.

Un composite renforcé de fibres de lin est considéré comme biosourcé quand les fibres sont issues de la matière végétale à l'inverse des composites pétrosourcés composés de fibres synthétiques et dont la résine provient de produits issus de la pétrochimie. Les composites biosourcés présentent des propriétés spécifiques intéressantes de par la faible masse volumique des fibres naturelles et présentent l'avantage d'avoir un impact environnemental moindre par rapport aux composites pétrosourcés. De ce fait, les FFRC sont déjà utilisés dans l'industrie automobile pour de l'habillage intérieur et sur certains projets démonstrateurs pour des pièces de carrosserie où les sollicitations mécaniques sont plus sévères et où les caractéristiques mécaniques doivent être rigoureusement établies. Cependant, des verrous persistent pour utiliser les FFRC dans des pièces de structure dans l'aéronautique où les normes sont plus restrictives et la variabilité des propriétés mécaniques doit être connue avec précision et maîtrisée. Une étape transitoire est d'étudier la faisabilité de ces structures à une échelle inférieure à celle des avions, c'est à dire l'échelle des drones ou UAV (*Unmanned Aerial Vehicle*). Dans notre cas d'étude, la masse maximale du drone a été fixée à 25 kg avec une envergure de 5 m. Même à ces échelles plus réduites de l'aéronautique, des problématiques communes aux grandes structures existent. Parmi elles, celle des différentes vitesses de sollicitation sur la structure. En effet, durant un vol, la structure peut être sollicitée de manière très différente. En vol pseudo-rectiligne et pseudo-uniforme, des efforts de portance et de traînée vont s'appliquer sur la structure. En cas de rafale de vent ou de manœuvres aériennes cette portance peut varier brutalement et impliquer un gradient de vitesse de déformation sur la structure. Enfin, en plein vol, il est possible que la structure subisse des impacts d'oiseaux ou de grêles ou dans le pire des cas, un atterrissage brutal ou un crash pouvant induire un chargement dynamique sur la structure. Ces observations nous ont conduit à proposer une étude de l'effet de la vitesse sur le comportement mécanique du composite. Les différentes vitesses de déformation et les sollicitations associées sont illustrées dans la Figure 2. Les essais de caractérisation réalisés durant la thèse couvrent une large gamme de vitesses de déformation et débutent aux vitesses quasi-statiques (0.0002 s^{-1}) jusqu'aux vitesses dynamiques (2400 s^{-1}). Les essais en régime quasi-statique sont réalisés sur des machines universelles. Les essais à vitesses intermédiaires sont réalisés sur tour de chute, machine hydraulique ou pendule avec traction instrumentée. Enfin, les essais en dynamique sont réalisés sur un montage de barre de Hopkinson développé au laboratoire ICube [1].

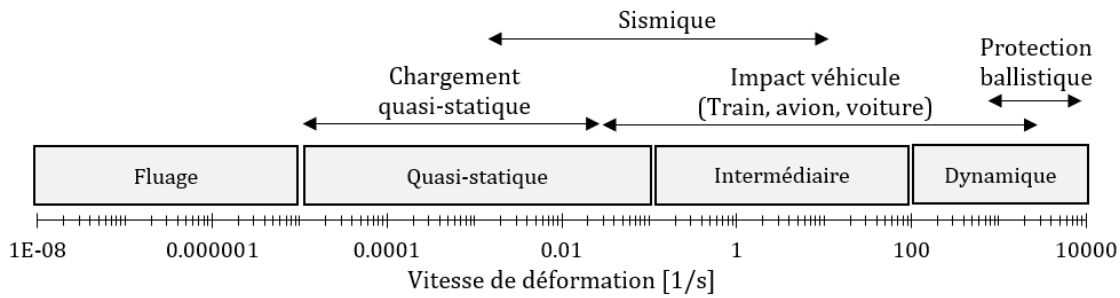


Figure 2 : Gammes des vitesses de déformation [2]

L'étude bibliographique a mis en évidence qu'il y avait un manque de données important sur l'étude des effets de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des composites biosourcés. De plus, en approfondissant les recherches, il y a également un manque de données sur l'effet de la vitesse des constituants pris indépendamment, à savoir les fibres de lin seules et la résine seule. Ces données sont manquantes car d'une part, l'utilisation de ces matériaux est récente et d'autre part, les moyens de caractérisations sont complexes à mettre en œuvre. Une approche multi-échelle du composite est donc proposée pour étudier les effets de la vitesse de chargement sur le comportement des constituants à différentes échelles du composite. Il a été montré que les fibres de lin subissent des variabilités de propriétés mécaniques importantes et la question était de savoir si ces variabilités à l'échelle de la microstructure se répercutent à l'échelle du composite. Pour cela, il est important de comprendre d'où viennent ces variabilités de propriétés. Ainsi, leur modélisation permettra d'identifier les facteurs influents permettant de limiter ces variabilités.

Dans le premier chapitre, une étude bibliographique nous permet d'identifier les différentes échelles des constituants du composite. La première sous-partie concerne la caractérisation mécanique des matrices et notamment celle de la matrice Elium utilisée. Ensuite, l'analyse de la littérature est orientée vers l'échelle de la fibre élémentaire de lin pour comprendre la microstructure complexe et identifier les études dédiées aux effets de vitesse de déformation sur ses propriétés mécaniques. Par la suite, nous analysons les nombreux essais mécaniques en traction, compression et flexion réalisés sur différents composites biosourcés. Nous retrouvons dans la littérature les effets de vitesses de déformation du quasi-statique au dynamique à l'échelle des composites. Par contre, à l'échelle des fibres élémentaires, les essais de traction et de compression sont peu nombreux et se réduisent à des plages de vitesses très faibles.

Le deuxième chapitre de ce manuscrit concerne l'étude de la fibre élémentaire en analysant et caractérisant sa morphologie, de l'échelle nanoscopique des biomolécules et à l'échelle microscopique de la fibre élémentaire. L'objectif est d'étudier la nanostructure d'une fibre élémentaire pour pouvoir ensuite remonter au comportement des fibres élémentaires de lin par l'utilisation des méthodes d'homogénéisation. L'étude commence par des observations

morphologiques à l'aide de coupes histologiques et d'observations au microscope électronique à balayage (MEB). Ces observations donnent des informations importantes sur la microstructure d'une fibre élémentaire et permettent de donner des images inédites sur la structure interne d'une fibre élémentaire. L'étude porte ensuite sur l'effet de la vitesse de déformation en traction à l'échelle de la fibre élémentaire. La grande variabilité des propriétés en traction de la fibre nous a poussé à l'étudier par une approche probabiliste de Weibull. Ensuite, un modèle d'homogénéisation est proposé, permettant de décrire les modules d'élasticité de la fibre en fonction de ses composants et de sa morphologie intégrant plusieurs facteurs. Nous avons réalisé une analyse paramétrique permettant d'identifier les paramètres influents du modèle. Le résultat de cette analyse nous permettra d'identifier les facteurs les plus influents ce qui nous permet d'améliorer les propriétés mécaniques des fibres de lin et à terme, améliorer les propriétés des composites.

La troisième partie se focalise sur l'échelle mésoscopique du composite, c'est-à-dire, au niveau du pli composé des fibres de lin, mélangées avec de la résine Elium. À ce niveau d'échelle, de nombreux moyens de caractérisation sont mis en œuvre : Tout d'abord, une étude morphologique permet de mieux comprendre comment les fibres sont organisées dans le composite et permet également de caractériser la porosité et de déterminer le volume de fibres du composite. Dans la suite de l'étude à l'échelle du composite, les essais conventionnels de traction et compression permettent d'obtenir les propriétés en quasi-statique. Les résultats des essais en quasi-statique permettent également de construire un modèle d'homogénéisation à l'échelle de la fibre élémentaire. Le modèle d'homogénéisation paramétrique permet également d'étudier les facteurs prépondérants qui influent sur les propriétés mécaniques du composite. Les données en quasi-statique peuvent être insuffisantes suivant l'application industrielle. En effet, certains domaines nécessitent de connaître le comportement du matériau quand il est soumis à une grande vitesse de déformation ou à l'impact (crash test automobile ou impacts aviaires sur les avions). Ainsi, des essais spécifiques sont utilisés pour caractériser le composite à plus haute vitesse de déformation et notamment en dynamique. Pour cela, le montage maison de compression dynamique avec barre d'Hopkinson est utilisé. Ainsi, le matériau composite Lin/Elium sera caractérisé de la vitesse quasi-statique (0.008 s^{-1}) jusqu'à la vitesse dynamique (2318 s^{-1}).

La dernière partie est une application directe des travaux de thèse. En effet, un nouveau drone est en cours de développement dont la géométrie se base sur celle déjà existante du prototype (Figure 1 et Annexe I). Cependant, cette nouvelle version est intégralement fabriquée à partir de moules composites. Ainsi, il est étudié la faisabilité d'utiliser une structure biosourcé en composite Lin/Elium pour réaliser la structure. Pour cela, des simulations numériques sont

menées sur ABAQUS et une comparaison avec une structure conventionnelle Verre/Epoxy sera présentée. L'objectif est de pouvoir justifier le choix du composite le plus adapté pour cette application et d'illustrer les avantages et limites des différentes structures composites.

Le manuscrit s'achève par une conclusion et des perspectives qu'offrent notre étude multi-échelle du nanoscopique à l'échelle de la structure macroscopique.

Chapitre 1

Étude bibliographique

I. Généralités sur les matériaux composites

I.1. Définitions et domaines d'applications

Un matériau composite est différent d'un matériau conventionnel macroscopiquement homogène. Actuellement, les matériaux composites font référence à des matériaux contenant des fibres ou charges - continues ou non - appelées également renforts, intégrées dans un matériau servant de liant appelé matrice. La matrice conserve l'organisation géométrique des fibres et transmet à ces dernières la charge agissant sur le matériau composite. Le matériau composite résultant est capable de performances mécaniques intermédiaires, c'est-à-dire supérieures à celles de la matrice seule mais inférieures à celles des renforts fibreux seuls.

Les matériaux composites sont utilisés depuis l'antiquité. Le bois, la paille et la boue ont été des matériaux composites courants pour les constructions architecturales. Les composites ont également été utilisés pour optimiser les performances de certaines armes conventionnelles. Par exemple, dans les arcs mongols (aussi appelés arc composites), les parties comprimées sont faites de corne, et les parties étirées sont faites de bois et de tendons de vache collés ensemble [3].

L'aéronautique est un bon exemple de la justification des matériaux composites pour leurs qualités et leurs avantages comparé aux métaux et alliages. Dans le domaine de l'industrie du transport aérien commercial, les constructeurs ont des préoccupations majeures de performance et d'économie. Les caractéristiques des pièces en matériaux composites permettent notamment :

- La réduction de poids qui entraîne une économie de carburant, une augmentation de la charge utile ou une augmentation de l'autonomie qui améliore les performances.
- La bonne résistance à la fatigue conduit à une durée de vie accrue, ce qui implique une économie sur le coût à long terme du produit.
- La bonne résistance à la corrosion entraîne une diminution des exigences en matière d'inspection, ce qui se traduit par une économie sur le coût de la maintenance.

De plus, en prenant en compte le coût de la solution composite par rapport à la solution conventionnelle, on peut affirmer que les composites répondent à la demande des

avionneurs [3], [4]. C'est pour toutes ces bonnes raisons que la part de matériaux composites est en constante augmentation dans l'aéronautique comme l'atteste la Figure 3.

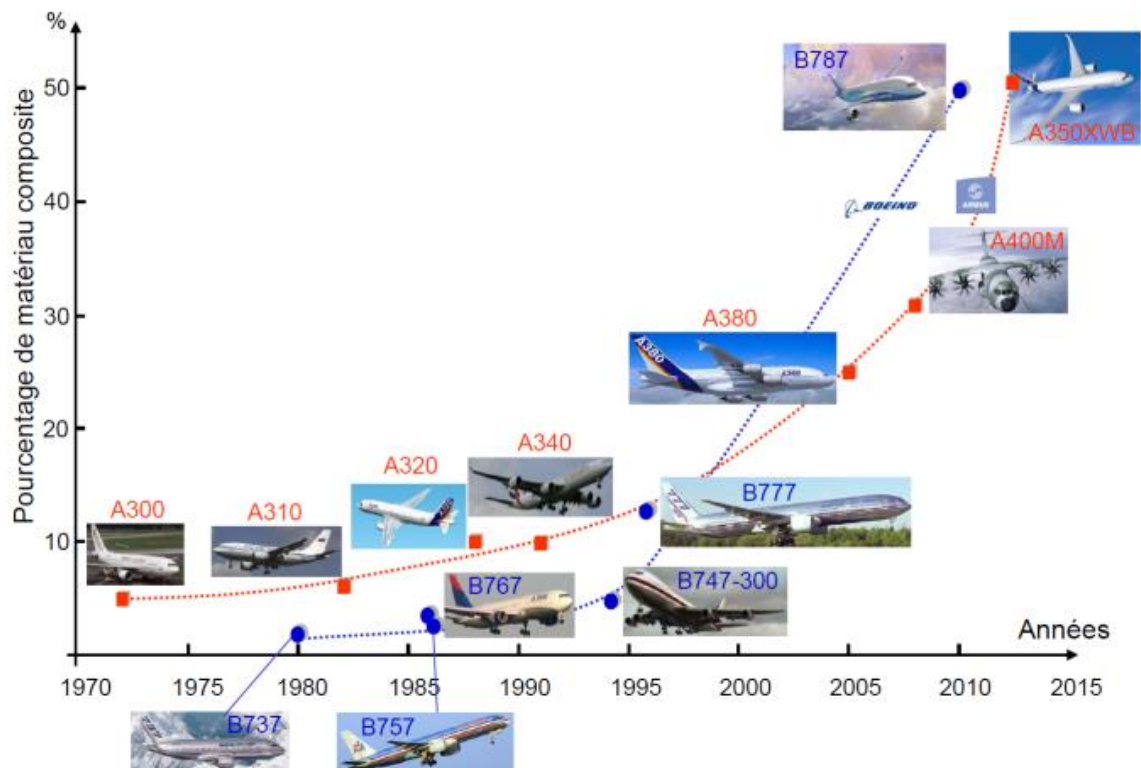


Figure 3 : Pourcentage de matériaux composites pour les deux principaux constructeurs aéronautiques [3], [4]

Il y a eu une grande augmentation à la fin des années 90 avec notamment des innovations de rupture pour Boeing. À l'heure actuelle, la part de matériaux composites dans les avions commerciaux est d'environ 50 %, mais avec toujours la motivation d'augmenter ce pourcentage [4], [5].

Si la fibre de verre est déjà utilisée depuis plusieurs décennies dans la construction maritime les récentes recherches sur les composites permettent également d'aboutir à des technologies de rupture [6]. Par exemple, les hydrofoils en composites permettent aux navires de se sustenter et ainsi limiter des frottements sur la coque [7]–[9]. Les récentes courses au large montrent l'intérêt des hydrofoils et plus généralement des structures composites pour le gain important de performances.



Figure 4 : Hydrofoils permettant la sustentation du navire (Mini 6.50 Arkema) [10]

Plus généralement l'usage des matériaux composites dans les structures navales permet des économies de poids qui se traduisent par une baisse de la consommation en énergie. L'allègement des structures peut être un levier d'action si l'objectif est de réduire les émissions du transport maritime de 80 % d'ici 2050 pour limiter le réchauffement global à 2 °C [11].

I.2. Définition d'un matériau composite

Un composite est constitué de renforts et d'une matrice. Les renforts peuvent être des fibres continues longues, des fibres discontinues courtes ou bien des particules [12]–[15]. On distingue quatre types différents de composites (Figure 5):

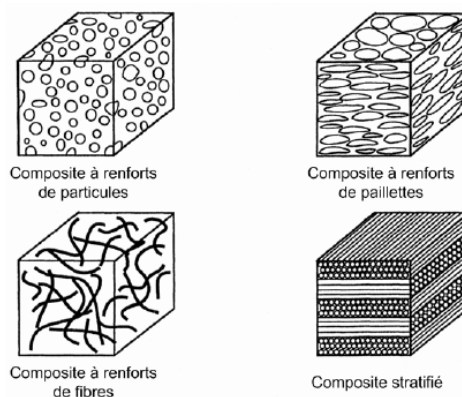


Figure 5 : Type de composites [13], [14]

- Composites à renforts de particules : Le renfort est considéré comme une particule si toutes ses dimensions sont approximativement égales et petites devant les autres dimensions du matériau. Les particules dures sont dispersées aléatoirement dans la matrice moins rigide.
- Composites à renforts de paillettes : Les paillettes ont une dimension très faible par rapport aux autres dimensions du matériau. La dispersion de ces « particules minces » est généralement aléatoire. Cependant, les paillettes peuvent être rangées parallèlement afin de privilégier une direction.

- Composites à renforts de fibres : Une fibre a une longueur bien supérieure aux dimensions de la section transversale. Ce type de composite peut être divisé selon les renforts : en fibres discontinues (courtes) ou fibres continues (longues).
- Composites stratifiés : Un stratifié se compose d'au moins deux couches minces de matériau. Les couches peuvent être constituées de différents matériaux monolithiques comme dans les métaux plaqués ou du même matériau composite empilé selon différentes orientations comme pour des stratifiés composites à renforts de fibres longues. Ce dernier devient une classe hybride du composite comportant à la fois le composite à renfort de fibres et la technique de stratification.

I.3. Les fibres naturelles

Si nous venons de voir que les matériaux composites offrent d'excellents avantages dans de nombreux domaines de l'industrie, il persiste cependant l'inconvénient de la non-recyclabilité des matériaux composites en fin de vie. En effet, les composites à résine Epoxy ou Polyester à fibres de verre ou carbone (les plus utilisées dans l'industrie) ne sont pas recyclables [16], et il devient important de trouver des alternatives au niveau des résines utilisées et des fibres utilisées. Une des pistes pour résoudre en partie ce problème serait d'utiliser des résines recyclables et des fibres issues de matières naturelles au lieu de fibres synthétiques (verre ou carbone). Les fibres ou charges utilisées dans les composites peuvent être de différentes origines et être issues de matières naturelles ou synthétiques [16]–[18]. Il existe différentes fibres naturelles dont certaines sont issues de matières végétales et composées de chaînes de cellulose. D'autres sont issues de minerais comme les fibres de basalte ou les fibres d'amiante. Enfin, il y a les fibres naturelles issues de matières animales comme la laine ou la soie. Les fibres issues de matières végétales se divisent encore en différentes catégories : Les fibres végétales issues de tiges de lin, chanvre, jute, ramie ou encore kénaf (appelées également fibres libérienne [19]) ; celles issues de feuilles (abaca, banane, agave, sisal) ; et celles issues du bois (feuillus et résineux). D'autres sont issues de fruits, comme les fibres de coco. Enfin, le coton est issu de graines [18], [20]. Il est à noter que dans le contexte actuel de limitation d'accès aux ressources naturelles, il est préférable de privilégier des plantes à croissance annuelle (lin, chanvre, etc.) que des fibres issues d'arbres à croissance lente et qui plus est, si une gestion non durable des ressources en bois est de mise [21].

Dans cette présente étude, l'attention se focalisera sur la fibre de lin. Cette fibre végétale est la plus utilisée dans l'industrie car elle présente d'excellentes propriétés mécaniques [20] et de plus, toute la chaîne de transformation en partant de la plante du champ jusqu'au produit transformé est mature industriellement et présente localement à l'échelle du territoire Français [6], [22], [23].

I.4. Processus de fabrication des fibres de lin

La plante pousse annuellement et atteint 90 – 120 cm à maturation. Elle possède une seule tige mince, dépourvue de branches latérales autres que celles qui portent les fleurs. Lorsque les plantes ont fleuri et que les graines commencent à mûrir, la récolte est arrachée par les racines par des arracheurs mécaniques. Environ un quart de la tige est constitué de fibres. Les fibres élémentaires sont maintenues ensemble dans les tiges par des matières ligneuses et des tissus cellulaires, et le « rouissage » est un processus de fermentation qui libère les fibres de ces matières. Le rouissage peut s'effectuer de plusieurs façons. La façon majoritaire est le rouissage dans le champ (*dew-retting*) : La récolte est étalée sur le sol après l'arrachage et laissée pendant plusieurs semaines. L'humidification par la rosée et la pluie favorise la fermentation par les moisissures. Le rouissage à la rosée donne généralement une fibre de couleur foncée. Il est également nécessaire de retourner le lin étendu pour avoir un rouissage homogène. C'est la méthode utilisée pour traiter environ 85 % de la récolte d'Europe occidentale. Elle demande beaucoup moins de travail que le rouissage à l'eau et est donc moins coûteuse.

L'étape suivante de la production de fibres est le cassage. La paille est passée entre les rouleaux cannelés d'une machine de broyage, de sorte que le noyau ligneux est brisé en fragments sans endommager les fibres qui traversent les tiges. La paille brisée est ensuite soumise à un processus appelé « teillage », qui sépare la matière ligneuse indésirable de la fibre. Pour ce faire, on bat la paille avec des lames en bois ou en métal sur une machine à teiller. La matière ligneuse est éliminée sous forme d'anas, laissant le lin sous la forme de longs brins formés de faisceaux de fibres individuelles adhérant les unes aux autres.

Après le teillage, les fibres sont généralement peignées ou « hackées » en les faisant passer par des séries d'épingles, chaque série successive étant plus fine que la précédente. Les faisceaux de la fibre sont ainsi séparés en faisceaux plus fins, et les fibres sont également disposées parallèlement les unes aux autres. L'étope est soumise à un peignage supplémentaire, qui aligne les fibres plus précisément les unes à côté des autres et à les présenter sous forme de rubans doux et lustrés prêts à être filés [15], [24], [25].

Toutes ces étapes se font localement, proche des sites de culture du lin. Le dernier point en faveur des fibres de lin est leur présence importante en Europe. En Effet, la France, la Belgique et les Pays-Bas sont les leaders mondiaux comme producteurs de fibres de lin (Figure 6).

La France produit environ 80 % de la production mondiale de lin. Le chanvre est également présent en très grande quantité sur le territoire Européen et notamment en France dans la région Grand-Est. [26], [27].

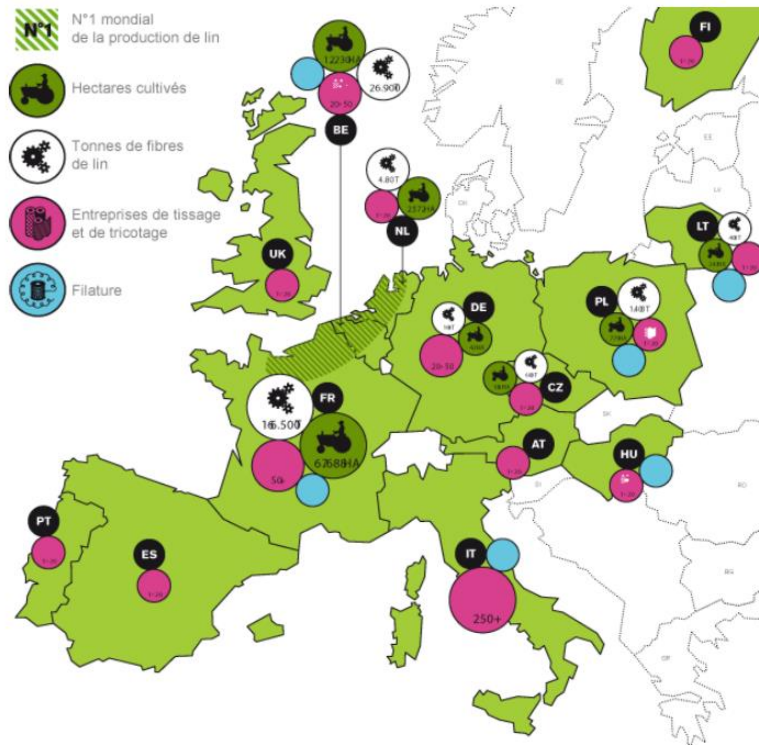


Figure 6 : Disponibilité de la ressource en fibres de lin en Europe – Baromètre du lin Européen 2015 [27]

I.5. Comparaison des propriétés mécaniques du lin avec les autres fibres

Pour établir un choix justifié sur les fibres naturelles, la première étape peut se focaliser sur les propriétés mécaniques des fibres utilisées. Le diagramme d'Ashby conçu avec CES EduPack (Figure 7) classe les fibres naturelles et les fibres synthétiques en fonction de leur module spécifique et de leur résistance spécifique. Les propriétés spécifiques sont utilisées quand on veut prendre en compte la masse volumique des matériaux considérés. Ainsi, les propriétés spécifiques sont couramment utilisées dans les applications aéronautiques ou automobiles où les économies de poids sont de mise.

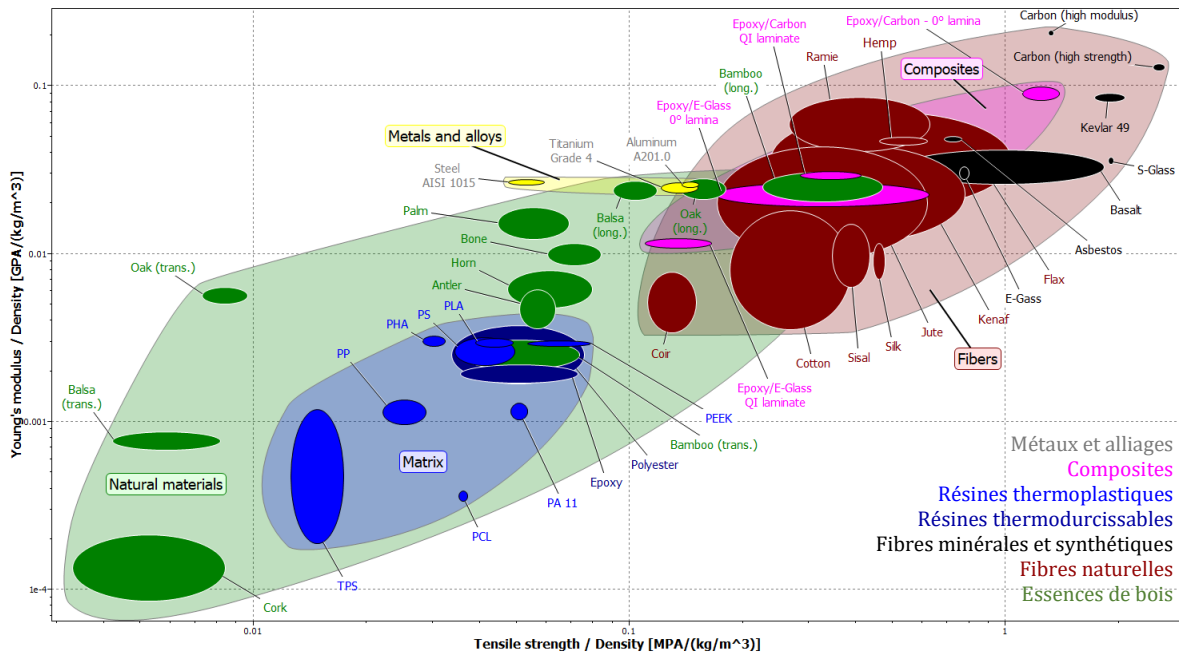


Figure 7 : Diagramme d'Ashby (CES EduPack) : Module spécifique en fonction de la résistance spécifique de fibres naturelles, fibres synthétiques, résines et métaux

Sur le diagramme d'Ashby (Figure 7), le nuage vert, correspond à la classe des fibres issues des différentes essences de bois. Le nuage bordeaux, correspond aux fibres libériennes (fibres extraites de l'écorce interne des tiges) issues de plantes herbacées. Le bambou est dans la classe du bois, mais ses propriétés font qu'il peut être comparé avec les fibres libériennes herbacées. Le nuage noir, correspond aux fibres synthétiques et minérales (amiante et basalte). Le nuage bleu foncé correspond aux résines thermodurcissables et en bleu clair, les résines thermoplastiques. Le nuage en fuchsia correspond aux matériaux composites Carbone/Epoxy et Verre/Epoxy. Enfin, pour comparaison, la classe des métaux et alliages est représentée avec une nuance d'acier de construction et une nuance d'aluminium et de titane pour applications aéronautiques. Cette classe est représentée par le nuage jaune. De ce diagramme d'Ashby, il est observé que naturellement, les fibres de carbone ont des propriétés mécaniques spécifiques bien au-delà des fibres de verre, aramide ou naturelles. Cependant, le diagramme montre également que les fibres de lin (*flax*) peuvent avoir des propriétés spécifiques équivalentes, voire meilleures que les fibres de verre-E (*E-Glass*). C'est pour cette principale raison que les fibres de lin ont une grande portée pour les applications industrielles et tendent à rivaliser avec les fibres de verre-E. Le verre-S est un grade de haute qualité utilisé principalement dans les industries de l'aérospatiale et de l'armement. Concernant les autres fibres libériennes, les fibres de ramie et de chanvre sont également très intéressantes de par leur module spécifique très haut. L'autre observation importante illustrée par le diagramme d'Ashby est la variabilité des résultats pour les fibres naturelles (végétales et minérales comme le basalte). En effet, les nuages

correspondant à ces matériaux sont plus grands que les nuages correspondant aux fibres synthétiques de verre, kevlar ou carbone. Les propriétés mécaniques spécifiques des fibres végétales, notamment pour le lin peuvent certes être meilleures que le verre-E, mais il faut alors être rigoureux sur la sélection des fibres et des variétés car certaines variétés ont des meilleures propriétés mécaniques que d'autres [28].

Le tableau suivant résume les propriétés mécaniques des différentes fibres naturelles et synthétiques. La densité est donnée à titre indicatif.

Tableau 1 : Propriétés morphologiques et mécaniques de différentes fibres naturelles et synthétiques [3], [16], [17], [20], [29]-[34]

Fibre	Densité [g/cm ³]	Module longitudinal [GPa]	Elongation à rupture [%]	Contrainte à rupture [MPa]
Abaca	1.4 – 1.6	7.7 – 41	0.25 – 1.0	500 – 980
Bambou	0.9	19.7 – 35.9	1.4 – 1.7	341 – 503
Bois	1.3	2.3 – 5	4.4 – 6.9	50 – 315
Chanvre	1.5	58 – 74	1.5 – 1.8	550 – 1110
Coton	1.5 – 1.6	5.5 – 12.6	7 – 8	287 – 597
Jute	1.3 – 1.5	10 – 55	1.2 – 1.8	230 – 860
Lin	1.4 – 1.5	27.6 – 80	1.3 – 4	345 – 2000
Ramie	1.5	61 – 128	1.2 – 3.8	400 – 938
Sisal	1.3 – 1.5	9 – 70	2 – 4.3	460 – 635
Basalte	2.8	85 – 110	3.1 – 3.2	1800 – 4800
Carbone	1.4	230 – 240	1.4 – 1.8	4500 – 4800
Kevlar	1.4	63 – 80	3.3 – 3.7	3000 – 3600
Verre-E	2.5	70 – 85	2.6 – 2.8	2000 – 3500
Verre-S	2.5	86 – 93	2.8 – 5.3	4500 – 4800

Nous venons ainsi de voir que les propriétés mécaniques spécifiques des fibres naturelles sont très intéressantes. De plus, différents auteurs dans leur articles de synthèse citent les avantages et inconvénients des composites biosourcés [17], [35] :

- Prix compétitif des fibres biosourcées (Figure 10)
- Fibres moins abrasives, facilitant ainsi le recyclage
- Bonne absorption des vibrations
- Bonne isolation thermique et acoustique
- Ressources naturelles
- Impact environnemental plus faible

Cependant, les fibres naturelles présentent des inconvénients :

- Absorption importante d'humidité et peut causer une décohésion fibre/matrice

- Une température maximale d'utilisation limitée (comparé aux fibres synthétiques)
- Faible résistance au feu
- Les prix des fibres peuvent varier selon les conditions météorologiques ou crises politiques.

Sur ce dernier point, l'utilisation de fibres de lin permet de s'affranchir du risque des crises politiques dans la mesure où la majorité de la production mondiale provient de France (Figure 6).

I.6. Impact environnemental des fibres de lin

Grâce à leurs propriétés mécaniques spécifiques compétitives par rapport aux fibres de verre, les fibres de lin offrent le grand avantage d'avoir un impact environnemental global plus faible comparé à la fibre de verre [36]. Le Duigou et al. [37] ont montré que la production de fibres de lin peigné comparée à celle de fibres de verre, présente une réduction significative des impacts environnementaux :

- – 98 % de toxicité pour l'homme
- – 90 % pour l'épuisement des ressources abiotiques
- – 88 % pour l'oxydation photochimique

On remarque que l'indicateur de réchauffement global est négatif pour la production de lin. Ce résultat s'explique par la prise en compte de la séquestration du CO₂ par la photosynthèse.

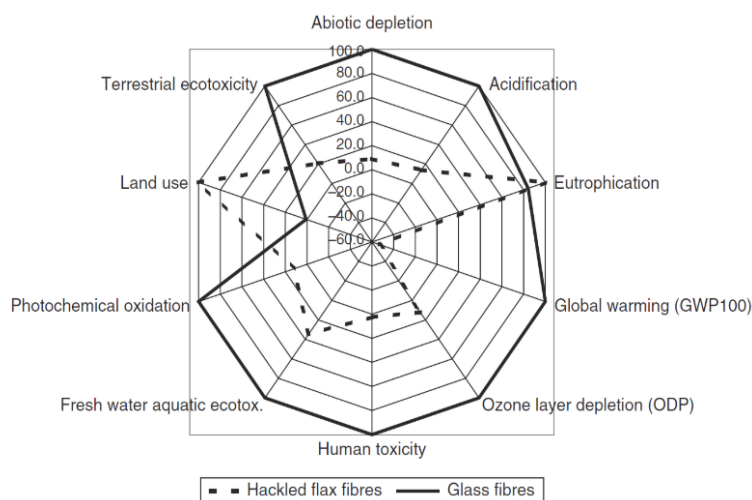


Figure 8 : Comparaison de l'impact environnemental des fibres de lin comparé aux fibres de verre [37]

Plus globalement, tous les matériaux présents dans le diagramme d'Ashby sont représentés dans la Figure 9. Cette figure représente la production de CO₂ émise pour produire 1 kg de matière en fonction de l'énergie nécessaire pour produire cette même quantité de matière. Nous pouvons constater que globalement, les fibres biosourcées (libériennes et issues d'essences de bois)

nécessitent beaucoup moins d'énergie pour leur production que pour les fibres de verre, kevlar et carbone. Ici, la séquestration de CO₂ n'est pas prise en compte. Il est important de noter que les valeurs proposées pour le basalte et d'amiante (*asbestos*) sont celles pour la fabrication de poudre et non de fibres.

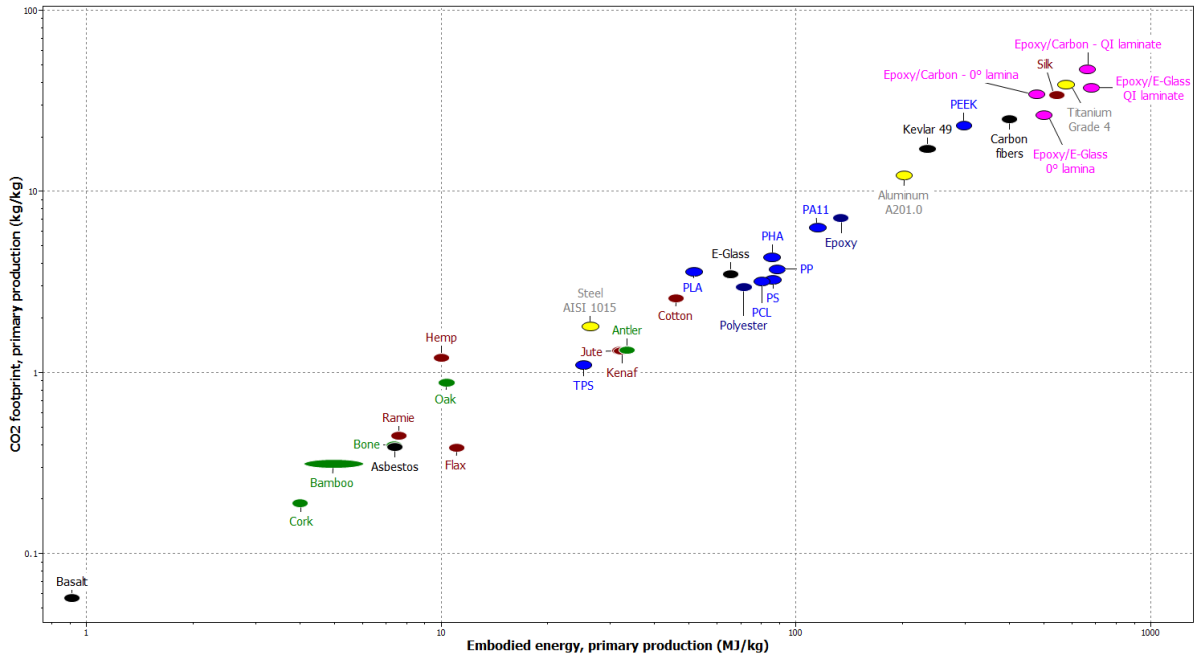


Figure 9 : Impact environnemental et énergie nécessaire pour produire 1 kg de matière (CES EduPack)

En conclusion, les très bonnes propriétés mécaniques spécifiques et la disponibilité en matière première des fibres naturelles [26], [27], [38] justifient le fait que l'utilisation de composites biosourcés se démocratise dans les applications industrielles et prouvent leur sérieux par rapport au composite conventionnel [17], [23], [26], [35], [39].

1.7. Étude comparative des résines

Les résines Epoxy et les résines polyester sont des résines thermodurcissables et issues de la pétrochimie et sont ainsi qualifiées de pétrosourcés. Cependant, la non recyclabilité de ces matrices nous a poussé à étudier des alternatives à ces résines thermodurcissables. Parmi les alternatives, il existe des résines pétrosourcés recyclables qui sont des résines thermoplastiques. Dans la catégorie des résines thermoplastiques, il existe également des résines issues de matières végétales, s'appelant résines biosourcés. Un composite porte la caractéristique de biosourcé si au moins un des composants (fibre ou résine) est biosourcé [6]. Il est nécessaire de préciser que si un composite est biosourcé, alors il n'est pas forcément recyclable. Le Tableau 2 donne une liste des résines couramment utilisées dans l'industrie.

Cependant, elles ont de moins bonnes propriétés et stabilités mécaniques que les résines thermodurcissables comme l'Epoxy ou le Polyester [3], [16]. La résine thermoplastique PEEK semble être une alternative sérieuse, mais son prix en fait une matrice essentiellement utilisée dans les secteurs de pointes [40], [41]. Une des alternatives sérieuses semble être la récente résine Elium produite par Arkema qui présente des propriétés mécaniques équivalentes à l'Epoxy, qui de plus, peut s'utiliser avec les mêmes procédés de fabrication (infusion, moulage au contact, enroulement filamentaire), mais avec l'avantage d'être recyclable en fin de vie [42], [43]. La résine Elium est une résine thermoplastique à base acrylique se déclinant en plusieurs grades : Les résines Elium 188 O et 188 XO disposent d'une faible viscosité (100 mPa.s) et d'un temps de polymérisation long (60 – 90 min). De plus, la 188 XO est conçue pour atteindre une faible température exothermique pendant la polymérisation ce qui la rend utilisable pour la confection de stratifiés épais par infusion [43]. La résine Elium C445 se prête au moulage composite et les grades Elium C195 ou 190 se prêtent au procédé de moulage par transfert de résine (RTM pour *Resin Transfer Molding*). Le grade Elium 591 à plus grande viscosité (500 mPa.s) se prête au procédé de pultrusion, enroulement filamentaire ou en préimprégné en feuille (SMC pour *Sheet Molding Compound*) [44].

Tableau 2 : Résines utilisées dans l'industrie [16], [42], [43]

Thermodurcissable	Thermoplastique	
	Biosourcé	Pétrosourcé
Polyester (PE)	Acide polylactique (PLA)*	Elium®
Epoxy (EP)	Polyhydroxyalcanoates (PHA)*	Polypropylène (PP)
Vinylester (VE)	Polyamide 11 (PA11)*	Polyéthylène (PE)
	Acétate de cellulose (AC)*	Polychlorure de vinyle (PVC)
		Polystyrène (PS)
		Polyétheréthercétone (PEEK)
		Polycaprolactone (PCL)*
		Polybutylène succinate (PBS)*
		Polyamide (PA6)
		Acrylonitrile butadiène styrène (ABS)

Les résines notées * sont biodégradables. Il est important de noter que le PLA ne se dégrade que dans des conditions de composites industriels [45].

I.8. Étude comparative des prix

Si nous regardons les prix des matières premières, les fibres de lin, chanvre et coton sont compétitives par rapport aux fibres de verre-E, ce qui justifie leur usage dans l'industrie. De même, il existe également de nombreuses fibres naturelles dont le prix est inférieur à 1 €/kg comme le jute, le sisal, le kénaf ou la fibre de coco (*coir*). Concernant les résines, l'Epoxy et le Polyester restent compétitives par rapport aux résines thermoplastiques. Le PA11 ou le PCL qui sont des résines biodégradables sont encore moins compétitives que les résines Polypropylène ou Polystyrène. La résine thermoplastique PEEK a des propriétés spécifiques mécaniques similaire à l'Epoxy ou au Polyester. Cependant, l'inconvénient du PEEK est son prix : Le prix au kilo de l'Epoxy est de 2.7 €/kg, le prix au kilo de Polyester environ 2 €/kg, mais le prix au kilo de PEEK est 82 €/kg [16] (prix de 2015) (Figure 10). Cette résine est essentiellement utilisée dans l'aéronautique et dans la confection d'aubes [46]. Le prix de l'Elium est d'environ 22 % plus cher que la résine Epoxy [47], ce qui reste nettement plus faible que la résine PEEK.

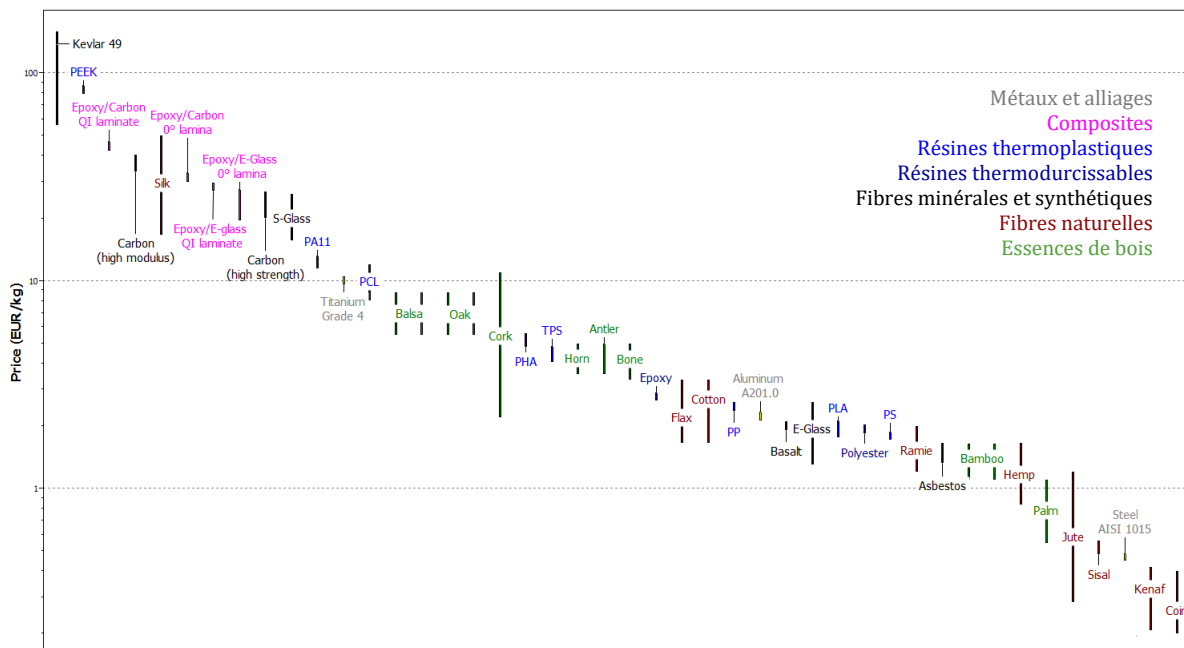


Figure 10 : Diagramme de comparaison des prix des matériaux [€/kg] - Prix de 2015

I.9. Bilan et perspectives d'études

Ces points précédemment illustrés motivent ainsi notre étude sur le composite à matrice recyclable Elium et renforcé de fibres de lin. Ce composite présente les avantages d'être recyclable selon le fabricant, de provenir de sources locales, d'être compétitif par rapport aux composites conventionnels et d'avoir de bonnes propriétés mécaniques spécifiques. Mais pour ouvrir de nouveaux champs d'applications à ce composite innovant dans des domaines de

l'industrie où les propriétés mécaniques d'usages doivent satisfaire un cahier des charges de plus en plus exigeant, il est nécessaire de débloquent des verrous qui seront présentés dans les parties suivantes du premier chapitre.

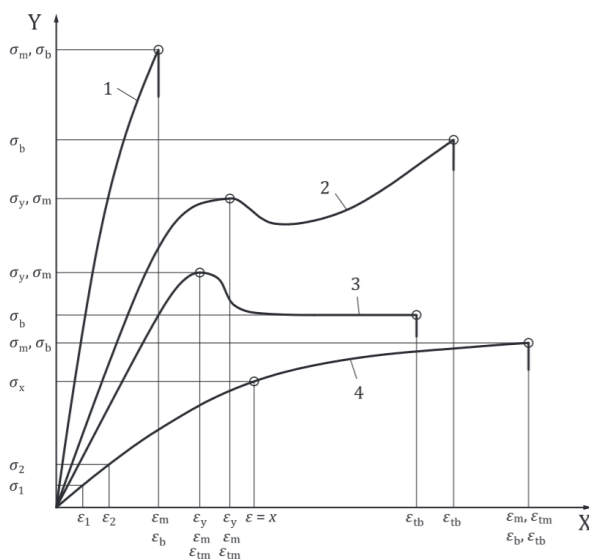
II. Propriétés mécaniques des matrices polymères

Dans cette partie, nous comparons dans un premier temps l'effet de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques des différentes résines couramment utilisées dans l'industrie en quasi-statique, puis en dynamique. Une étude particulière sera dédiée à la résine Elium, résine utilisée dans notre étude. La deuxième partie se focalise sur l'effet de la température sur les propriétés mécaniques des résines.

II.1. Effet de la vitesse sur le comportement mécanique des matrices polymères

II.1.1. Propriétés mécaniques en régime quasi-statique

Les essais de caractérisation sur machines universelles permettent d'obtenir les propriétés mécaniques des résines polymères. Les courbes contrainte-déformation obtenues pour les matrices polymères peuvent être de types différents. Dans la norme NF EN ISO 527-1, on retrouve le graphe (Figure 11) reproduisant différents comportements mécaniques en traction pour différents polymères :



X : Déformation et/ou déformation nominale
 Y : Contrainte

- Type 1 : Matériau fragile se rompant aux faibles déformations.
- Type 4 : Matériau souple de type caoutchouc, qui se rompt à des déformations plus élevées (>50 %).
- Type 2 et 3 : Matériaux avec ou sans augmentation de contrainte après le seuil d'écoulement.

Le module d'élasticité est calculé par la formule : $E = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\epsilon_2 - \epsilon_1}$.

Généralement, $\epsilon_1 = 0.05\%$ et $\epsilon_2 = 0.25\%$
 σ_b est la contrainte à rupture
 σ_m est la contrainte au premier maximum

Figure 11 : Courbes contrainte-déformation types issues de la norme NF EN ISO 527-1

Par exemple, pour l'Elium, Monti a réalisé des essais de traction quasi-statique [42]. Il a observé que la matrice Elium a un comportement de type 1 d'après les essais de traction sa déformation maximale étant inférieure à 2.5 % :

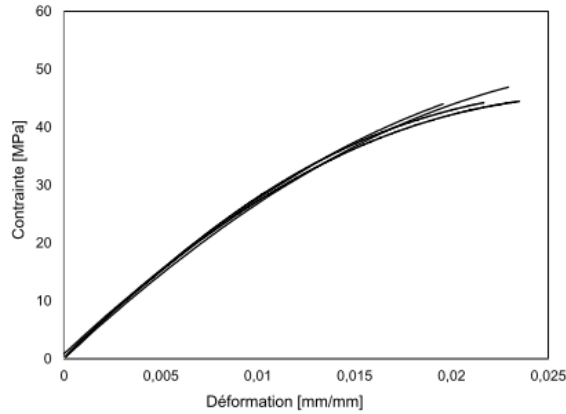


Figure 12 : Essais de traction sur résine Elium 150 [42]

Les travaux de thèse de Monti permettent d’obtenir les propriétés élastiques de la résine Elium seule sous chargement quasi-statique. Les essais ont été réalisés à 1 mm/min. Ces données servent aussi comme outils comparatifs pour justifier le choix de la résine à utiliser. Le Tableau 3 ci-dessous résume les propriétés mécaniques en quasi-statique des résines couramment utilisées. La densité est présente à titre indicatif. Dans nos travaux, la résine fournie est la résine Elium XO 188 et les données matériaux proviennent de la documentation technique de Arkema.

Tableau 3 : Propriétés mécaniques de résines thermoplastiques et thermodurcissables [16], [42], [43]

Résine	Densité [g/cm ³]	Module d’Young [GPa]	Elongation à rupture [%]	Contrainte à rupture [MPa]
Epoxy	1.1 – 1.4	2.4 – 2.5	3 – 6	45 – 90
Polyester	1.0 – 1.4	2.1 – 4.4	2 – 3	41 – 90
<i>Elium 188 XO</i>	1.0	2.6	3.4	56
<i>Elium 150</i>	1.2	3.3	2.0	44
PLA	1.2 – 1.3	3.5 – 3.8	2 – 6	48 – 60
PHA	1.2 – 1.3	3.5 – 4	6 – 25	35 – 40
PA11	1.0	1.1 – 1.3	8 – 15	50 – 55
PP	1.5 – 1.8	1.0 – 1.6	8 – 13	20 – 32
PCL	1.1 – 1.2	0.4 – 0.5	413 – 948	20 – 42
PEEK	1.3	3.8 – 4	30 – 150	70 – 103
PE	0.9 – 1.2	0.2 – 1.1	100 – 650	13 – 28
PVC	1.3 – 1.5	2.2 – 3.1	40 – 80	38 – 44

II.1.2. Propriétés mécaniques en régime dynamique

Les résines thermodurcissables Epoxy et Polyester ont déjà été étudiées par de nombreux auteurs pour différentes vitesses de déformation. Les conclusions apportées sont principalement le fait que la contrainte maximale de la résine Epoxy est très sensible à la vitesse de déformation [48]. La contrainte maximale augmente avec la vitesse de déformation. Pour les essais sur Epoxy, à vitesse de déformation élevée, la contrainte maximale est presque le double de la contrainte maximale des essais en quasi-statique. De la même manière, les résines thermoplastiques conventionnelles ont déjà été testées en dynamique. Siviour et al. [49] résumant dans leur revue de la littérature l'effet de la vitesse de déformation sur différents polymères (PTFE, PC, PP, PVC et Epoxy) (Figure 13). Pour tous les polymères testés, il est observé une augmentation du module et de la contrainte à rupture avec l'augmentation de la vitesse de déformation. La plupart du temps, il est observé une évolution bi-pente telle observées sur la Figure 13.

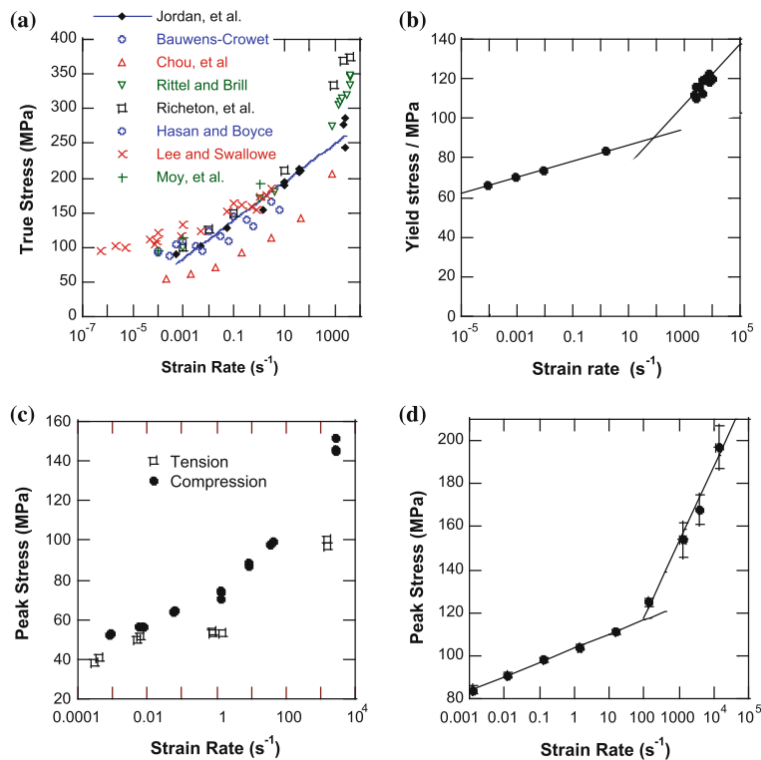


Figure 13 : Contrainte maximale en fonction de la vitesse de déformation – Essais de compression quasi-statique et barre d’Hopkinson : a) PMMA ; b) PC ; c) PVC ; d) Epoxy [49]

Cette figure illustre également le manque de données à des vitesses intermédiaires entre 50 et 500 s⁻¹. En effet, peu de machines (notamment en compression) ne peuvent atteindre ces vitesses de déformation. En général, les vitesses quasi-statiques sont testées sur machines universelles, les vitesses intermédiaires sur machines hydrauliques et impact traction/Charpy et les vitesses dynamiques sur barres d’Hopkinson.

Concernant les résines biosourcées, très peu de publications étudient l'effet de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques. Le PLA est ainsi le polymère 100 % biosourcé le plus produit industriellement et est la résine qui concentre la majeure partie des études. Le PLA est un polyester aliphatique dérivé indirectement de la polymérisation de monomères issus de ressources végétales (maïs, betterave, pomme de terre, canne à sucre, etc.). Le PLA est un matériau « cassant » fragile qui n'est pas bien adapté aux structures soumises à des impacts. En comparaison, le PCL est quant à lui un polymère ductile, bio-résorbable et biodégradable. Le PCL a donc été largement combiné avec des plastifiants comme avec du PLA dans de nombreux types de mélanges de polymères PLA/PCL afin d'améliorer la rigidité du matériau et sa résistance aux impacts. Nishida et al [50] ont étudié le PLA seul et le PLA/PCL pour des applications biomédicales. Ils ont effectué des tests de compression dynamique sur des barres d'impact Hopkinson. Ils ont mesuré une augmentation du module et de la contrainte à rupture avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Ils ont noté en parallèle que le module et la limite d'élasticité ont diminué avec l'augmentation de la teneur en PCL. En revanche, la diminution de la limite d'élasticité n'était pas proportionnelle à la teneur en PCL. Plus récemment, Nishida et al. [51] ont analysé le mécanisme sous-jacent aux propriétés de traction des polyhydroxyalcanoates (PHA) plastifiés, et le poly (butylène succinate) (PBS) sur une large gamme de vitesse de déformation allant d'un chargement quasi-statique 0.00055 s^{-1} à une vitesse de déformation moyenne de 50 s^{-1} considérée par l'auteur comme une charge de traction dynamique. Pour cela, ils ont étudié ces matériaux en les mélangeant avec du PCL et en ajoutant des agents comptabilisant afin d'améliorer la déformation à la rupture. Notta-Cuvier et al. [52] ont consacré une étude aux polymères à base de PLA pour des structures soumises à des vitesses de déformation et des conditions de température élevées. Afin d'améliorer la résistance pour une application dans des pièces techniques soumises à des charges sévères, ils ont conçu une composition à base de PLA durci. Sa composition optimale pour cette application était la suivante : 58 % en poids de PLA ; 25 % en poids PMMA ; 17 % en poids de modificateur d'impact (Biostrong - BS) [52]. Les auteurs ont mis en évidence que les propriétés de traction à une vitesse de déformation supérieure à 50 s^{-1} étaient largement compétitives avec l'ABS-PC (Figure 14).

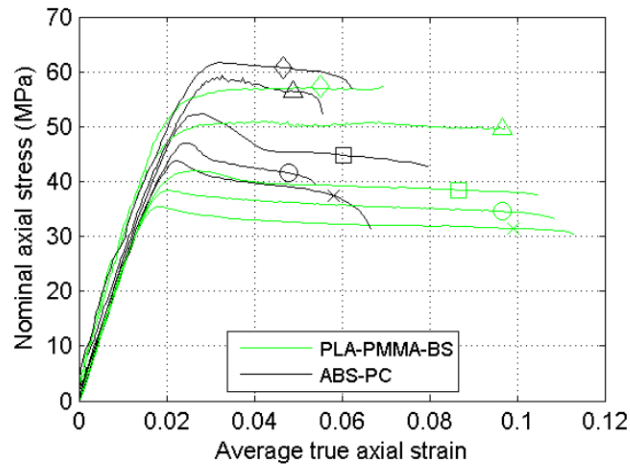


Figure 14 : Comparaison du PLA-PMMA-BS avec un ABS-PC industriel (\times : $\dot{\epsilon} = 5.55 \times 10^{-4} s^{-1}$; \circ : $\dot{\epsilon} = 5.55 \times 10^{-3} s^{-1}$; \square : $\dot{\epsilon} = 5.55 \times 10^{-2} s^{-1}$; \triangle : $\dot{\epsilon} = 5 s^{-1}$; \diamond : $\dot{\epsilon} = 50 s^{-1}$) [52]

Tableau 4 : Résines testées en dynamiques dans la littérature

Résine	Vitesses de déformation	Références
Epoxy	$0.00005 s^{-1} - 2 s^{-1} - 400 s^{-1} - 700 s^{-1}$	Gilat et al. [48]
Epoxy	$0.0013 s^{-1} - 0.013 s^{-1} - 0.13 s^{-1} - 1.4 s^{-1} - 15 s^{-1} - 134 s^{-1} - 1300 s^{-1} - 3900 s^{-1} - 14000 s^{-1}$	Jordan et al. [53]
Polyester	$424 s^{-1} - 683 s^{-1} - 1002 s^{-1}$	Sassi et al. [54]
PP	$0.00033 s^{-1} - 0.017 s^{-1} - [590 s^{-1} - 3300 s^{-1}]$	Bahlouli et al. [55]
PC	$0.000082 s^{-1} - 0.00082 s^{-1} - 0.0082 s^{-1} - 1.4 s^{-1} - [1000 s^{-1} - 10000 s^{-1}]$	Siviour et al. [56]
PVC	$0.0009 s^{-1} - 0.006 s^{-1} - 0.06 s^{-1} - 1 s^{-1} - 8 s^{-1} - 41 s^{-1} - 2800 s^{-1}$	Jordan et al. [57]
Epoxy, Epon 828 / T-403 / PMMA	$0.00246 s^{-1} - 0.226 s^{-1} - 800 s^{-1} - 1200 s^{-1}$	Chen et al. [58]
Elium / Elium impact	-	Pini et al. [59]
PLA PLA / PCL	$0.00018 s^{-1} - 430 s^{-1} - 720 s^{-1} - 1300 s^{-1}$	Nishida et al. [50]
PLA/BS PLA/PMMA/BS ABS/PC	$0.000555 s^{-1} - 0.00555 s^{-1} - 0.055 s^{-1} - 5 s^{-1} - 50 s^{-1}$	Notta-Cuvier et al. [52]
PLA (impression 3D)	200 m/s - 1000 m/s	Agu et al. [60]
PA11	Test de fissuration	Kopp et al. [61]

La majeure partie des études en dynamique sur les thermoplastiques (et plus précisément sur les matrices recyclables) étudient des matériaux issus de fabrication additive (impression 3D). Il existe ainsi des grandes opportunités de recherche sur l'étude de la sensibilité à la vitesse de déformation des différentes résines biosourcées utilisées pour les composites. La résine Elium seule également pourra faire l'objet d'une étude approfondie sur barre d'Hopkinson.

II.2. Effet de la température sur les propriétés mécaniques

D'autres travaux étudient les propriétés mécaniques des résines en fonction de la température. Bajpai et al. [62] testent des résines Epoxy de 23 °C à 80 °C et observent une importante sensibilité à la température avec une baisse de la contrainte à rupture, une baisse du module d'Young et principalement un changement de comportement vers un comportement plus souple (Figure 15 a). En comparaison, Pini [59] a réalisé des essais à 1 mm/min sur le composite Elium de 0 °C à 60 °C et montre également que la résine Elium est très sensible à la température comme l'atteste la Figure 15 b). Le comportement sera plus fragile à 0 °C qu'à température ambiante et est plus souple à plus haute température.

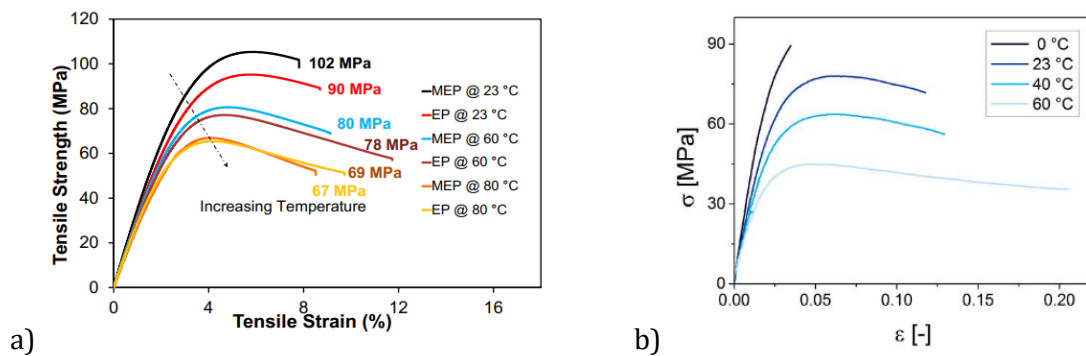


Figure 15 : Essais de traction sur : a) Epoxy (EP) et Araldite 10MY0610 (MEP) à 2 mm/min en fonction de la température [62] ; b) Elium à 1 mm/min en fonction de la température [59]

La résine PEEK est également sensible à la température comme l'atteste les travaux de Rae et al. [63]. Ces travaux complets testent en compression et en traction la sensibilité à la température et à la vitesse de déformations sur les propriétés mécaniques de la résine PEEK.

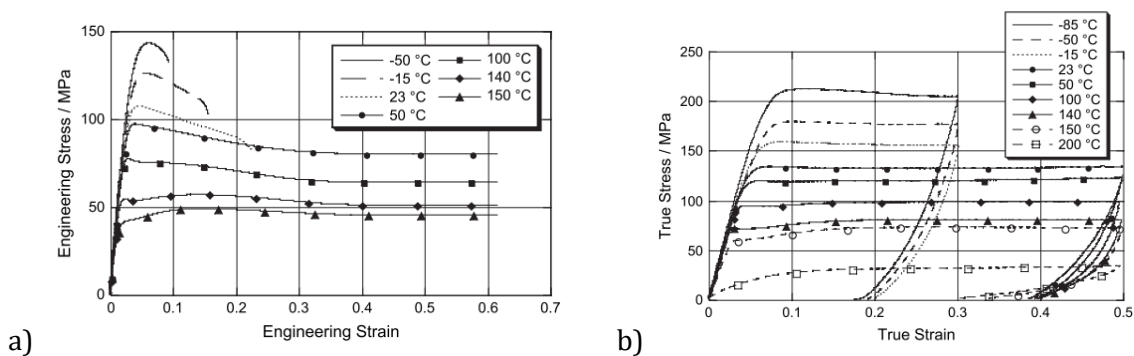


Figure 16 : a) Effet de la température en traction à 0.00017 s^{-1} ; b) en compression sur à 0.001 s^{-1} - Résine PEEK [63]

Enfin, des autres travaux [64] étudient en DMA (*Dynamic Mechanical Analysis*) des composites à résine Epoxy renforcés de fibres de lin et de fibres de sisal. Une forte réduction de la rigidité, due à la température de transition vitreuse (T_g) de la matrice époxy, est clairement visible entre 70 °C et 90 °C. On peut constater sur l'ensemble de la plage de température, que le module d'Young diminue lorsque l'angle de chargement hors axe augmente. Il est également intéressant de noter que la rigidité transversale de certains des composites chargés à des angles hors axe plus élevés (Flax 90, Sisal 50 et Sisal 90) est inférieure à la rigidité de la résine Epoxy seule à des températures inférieures à la T_g de la matrice. Ceci est une indication de la probable très faible rigidité transversale des fibres de lin et de sisal et de leur effet anti-renforcement dans la direction transverse des fibres.

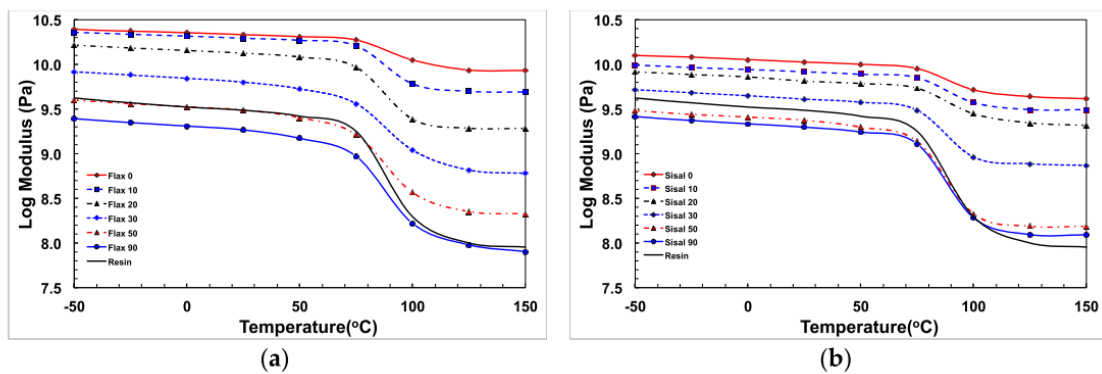


Figure 17 : Résultats des tests DMA à différents angles d'orientation sur des composites Epoxy : a) renforcés de fibres de lin ; b) renforcés de fibres de sisal [64]

Sur les Figure 15, Figure 16 et Figure 17 et nous pouvons observer que le module d'Young et la contrainte à rupture diminue avec l'augmentation de la température sur une plage classiquement supportée par des pièces de structures de voitures par exemple.

III. Comportement des fibres : De la fibre au faisceau

III.1. Morphologie d'une fibre de lin

III.1.1. Structure multi-échelle de la plante

Les fibres naturelles ont une structure complexe à différentes échelles. De la plante dans le champ, il est possible d'en extraire la tige qui fait entre 2 et 4 mm de diamètre [28], [30], [65]. Au centre de la tige se trouve une lacune et en périphérie de la tige se trouvent les fibres regroupées en faisceaux (Figure 48). Un faisceau est composé de plusieurs dizaines de fibres (entre 10 et 40 unités) [66], [67]. Un faisceau de plusieurs fibres se nomme fibre technique. À l'échelle de la fibre technique, un ciment naturel appelé pectine va assurer la cohésion des fibres entre elles [67]. Une fibre technique a un diamètre apparent compris entre 100 et 200 μm et une fibre élémentaire a un diamètre compris entre 10 et 40 μm [28], [30], [68]. Dans la majeure partie des études bibliographiques, les essais de caractérisation du lin se font à l'échelle de la fibre élémentaire. Dans une fibre technique soumise à un effort, si une fibre rompt, alors les efforts seront transmis aux autres fibres élémentaires par la pectine [31] (Figure 26 et Figure 18). Dans un composite pétrosourcé, la cohésion entre les fibres est assurée par la matrice. Dans un composite avec des fibres biosourcées, normalement la pectine a été éliminée lors du procédé de peignage (durant cette étape, les faisceaux sont séparés en faisceaux plus fins). Ainsi, la cohésion des fibres dans le composite sera assurée par la matrice et l'objectif est d'améliorer l'interface fibre élémentaire/matrice pour obtenir un composite de qualité [69]. Certains auteurs étudient également des procédés pour nettoyer des fibres techniques de leur pectine [70]–[72]. S'il peut rester des traces de pectine dans la fibre élémentaire (notamment en périphérie de la fibre élémentaire et dans la paroi primaire), des traitements chimiques permettent d'en enlever une grande partie dans la fibre. Ce traitement permettrait également de rendre la surface de la fibre plus homogène et de gommer des irrégularités [71].

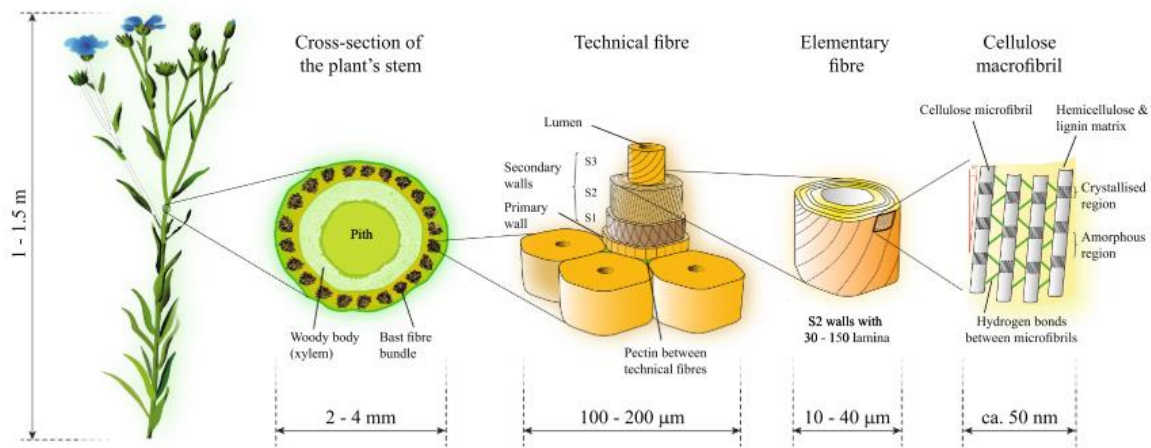


Figure 18 : Echelles de la fibre de lin - De la microstructure cellulosique à la tige macroscopique dans le champ. De la tige dans le champ sont extraits des faisceaux de fibre (fibres techniques). Les fibres techniques sont composées de fibres élémentaires. Enfin, la fibre élémentaire est une microstructure composite avec des fibrilles de cellulose dans une matrice d'hémicellulose et de lignine pour la région S2 [73]

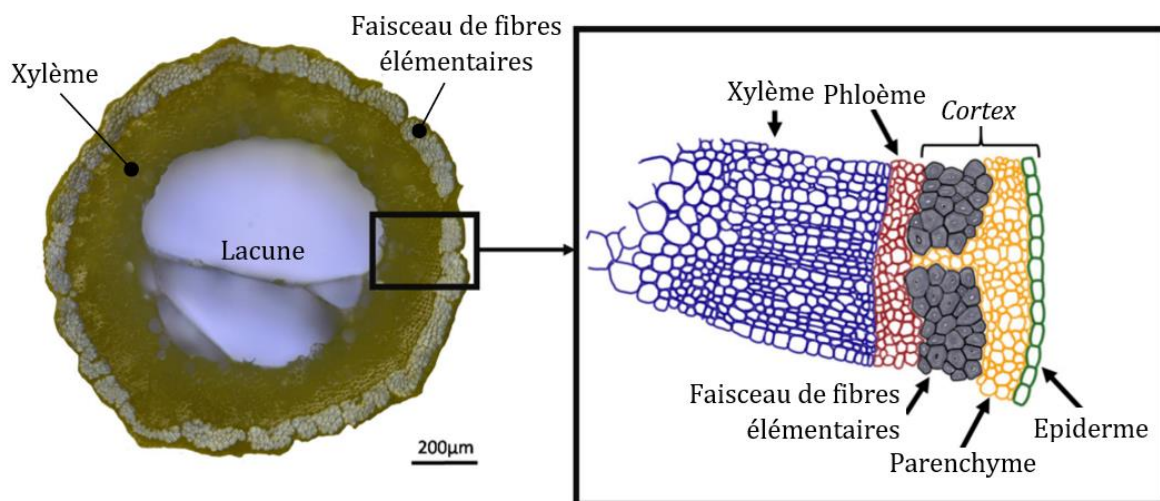


Figure 19 : Section d'une tige et lin, localisation des fibres élémentaires en faisceaux [65]

La tige de lin est principalement composée d'une moelle (ou lacune) et de xylème au centre [65]. Le xylème est important pour la plante car il garantit le transport de l'eau le long de la tige. Le cambium entre le xylème et le phloème est appelé écorce intérieure et permet la croissance radiale de la plante [74]. Le phloème a un rôle conducteur de la sève et a également un rôle de soutien. Les cellules parenchymes du cortex permettent des communications intercellulaires. Elles assurent surtout les processus métaboliques tels que la respiration, la photosynthèse, le stockage et la conduction. Les fibres élémentaires sont prélevées en périphérie de la tige et sont organisées sous forme de faisceaux de dizaines d'unités. La tige est enfin protégée par un épiderme sur le contour [30], [65], [73] (Figure 19 et Figure 48).

III.1.2. Composition d'une fibre de lin

Cellulose

La cellulose est l'élément le plus important dans la fibre de lin. La cellulose est essentiellement composée de chaînes de glucose et elle est présente sous une forme cristalline ou sous une forme amorphe [75] (Figure 20). La cellulose présente un très haut degré de polymérisation (DP) dans la seconde paroi cellulaire (S) (entre 10000 et 15000) [76], mais plus faible dans la première paroi cellulaire (P) (entre 250 et 2500). Les molécules de cellulose ont la capacité de former des liens intermoléculaires les menant à s'agréger en liasses plus ou moins cristallines, désignées sous le nom de microfibrilles. Le long des microfibrilles, la cellulose est assemblée alternativement avec des domaines ordonnés cristallins d'un taux de cristallinité de 40 – 80 % et des régions désordonnées amorphes, qui sont connectées par des liaisons hydrogène complexes intra- et intermoléculaires [77], [78]. Les microfibrilles de cellulose sont fortement rigides et confèrent une grande résistance mécanique aux fibres dans leur direction longitudinale. Plus la cellulose est cristalline et plus la résistance et la raideur est importante [79]. Pour la fibre de lin, le pourcentage de cellulose est très majoritaire et se situe entre 60 et 80 % en fonction des variétés et des conditions de pousse [80], [81].

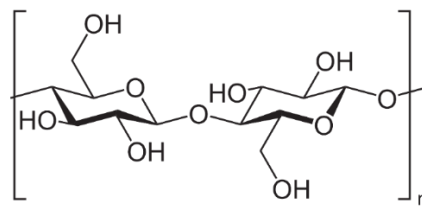


Figure 20 : n-chaînes de glucose [76]

Hémicellulose

L'hémicellulose est un polymère amorphe constituée de chaînes de glucose à faible degré de polymérisation qui dépasse rarement 200 (Figure 21). L'hémicellulose est considérée comme un médiateur entre la cellulose et la matrice amorphe de la fibre élémentaire (lignine et pectine). Elle est présente à hauteur de 10 – 15 % pour la fibre de lin. Il est généralement considéré que l'hémicellulose apporte la viscoélasticité aux plantes [31]. Parmi les principaux types d'hémicellulose on retrouve : les xylanes, xyloglucanes et les glucomannes [82], [83]. Les nombreuses terminaisons -OH libres rendent les hémicelluloses particulièrement hydrophiles et contribuent au gonflement de la paroi cellulaire en présence d'humidité [84].

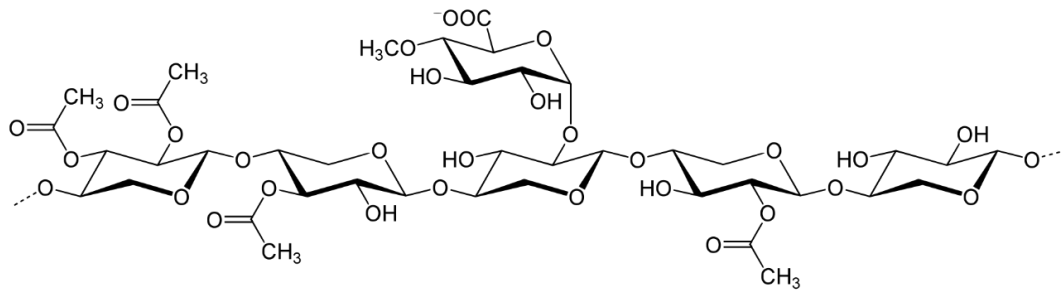


Figure 21 : Représentation de l'hémicellulose [76]

Lignine

La lignine complètement amorphe est considérée comme une structure polymère complexe isotrope [84], [85] (Figure 22). Sa composition est de l'ordre de 2 – 5 % de la fibre élémentaire. Elle joue le rôle de ciment dans la fibre élémentaire. Elle permet principalement la cohésion de la plante en liant la cellulose et l'hémicellulose ensemble par des liaisons covalentes. Les propriétés mécaniques en traction de la lignine sont très faibles comparées à celles de la cellulose et de l'hémicellulose, mais la lignine apporte la résistance en compression à la fibre [86]. C'est aussi la lignine qui participe à la protection contre les agents microbiologiques [31].

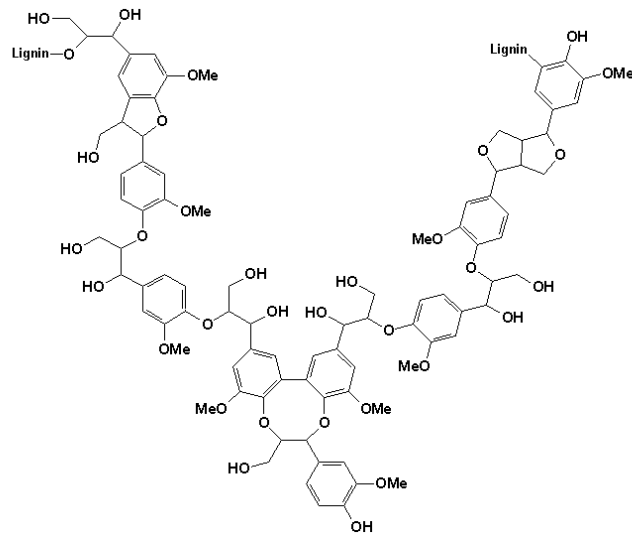


Figure 22 : Représentation de la lignine [76]

Pectine

La pectine est présente principalement dans la lamelle mitoyenne des faisceaux des fibres élémentaires (frontière entre les fibres). Elle permet de lier les fibres élémentaires entre elles en leur périphérie à l'échelle du faisceau [31], [71]. Elle est également présente en faible quantité dans la fibre élémentaire. La pectine confère la flexibilité à la fibre et est soluble dans l'eau. À l'échelle du faisceau on parlera de structure pectique. Ainsi, des traitements chimiques ou lavages permettent de retirer les pectines dans la fibre [71], [87], [88].

Cire, eau et porosités

Des éléments comme la cire, l'eau et des porosités résiduelles sont aussi présentes. Ces dernières tendent à diminuer les propriétés mécaniques à l'échelle de la fibre.

Le Tableau 5 montre que les fibres naturelles sont majoritairement composées de cellulose, puis hémicellulose et lignine. Mise à part dans les fibres de sisal, on trouve des traces de pectine à l'échelle des fibres élémentaires. En effet, à l'échelle de la fibre élémentaire, la pectine est peu présente et sert principalement de liant à l'échelle du faisceau et de la tige. Cette observation est présente dans les travaux de Richely et al. [89] où ils font la distinction entre composition d'un faisceau de lin et composition d'une fibre élémentaire de lin. À l'échelle du faisceau, on aura donc tendance à trouver une plus grande proportion de pectine.

Tableau 5 : Propriétés des fibres élémentaires et compositions en bio-molécules [17], [20], [32], [33], [65], [90]-[95]. %C; %HC; %L; %P, respectivement les proportions de cellulose, hémicellulose, lignine et pectine dans les fibres élémentaires

Fibre	L [mm]	D [μ m]	%C	%HC	%L	%P	%résiduel cire, eau
Abaca	5 – 50	10 – 30	56 – 63	20 – 25	7 – 12	0.8 – 1	3 – 4
Bambou	1 – 4	25 – 400	26 – 74	13 – 30	10 – 31	0.4	3.2
Bois	3 – 152	20 – 125	30 – 64	20 – 40	14 – 37	0 – 2	0.1 – 8.5
Chanvre	5 – 55	5 – 60	74 – 81	18 – 20	4 – 6	1	1 – 10
Coton	10 – 60	11 – 38	82 – 90	4 – 6	1	1	1 – 10
Jute	2 – 10	5 – 30	63 – 67	12 – 16	1 – 13	0.2 – 0.4	0.2 – 10
Lin	5 – 50	10 – 40	60 – 80	17 – 21	2 – 3	1 – 2	1 – 10
Ramie	160	32	69 – 90	13 – 14	0.6 – 0.8	2	1.9 – 8
Sisal	50 – 300	21 – 500	60 – 77	10 – 12	8 – 10	0.8 – 10	0.8 – 1.2
Basalte	7 – 18	10 – 13	-	-	-	-	-
Carbone	continue	7	-	-	-	-	-
Kevlar	continue	12	-	-	-	-	-
Verre-E	continue	16	-	-	-	-	-
Verre-S	continue	10	-	-	-	-	-

Les données concernant la cellulose sont présentées et résumées dans les travaux de Cintrón et al. [96], Salmén et al. [97], Tashiro et al. [98]. Pour l'hémicellulose, les valeurs proviennent également de Cousins et al. [84]. Le rapport L/D a été documenté dans les travaux de Ali et al. [99], Salmén et al. [97] et Siró et al. [100]. Engelund et al. [101] présentent des résultats complets sur les propriétés longitudinales, transverses et de cisaillement de la cellulose, lignine et

l'hémicellulose. De même, Persson [102] dans son étude présente de façon exhaustive les propriétés mécaniques des biomolécules cellulose, hémicellulose et lignine.

III.1.3. Structure de la fibre élémentaire de lin

Dans la suite de l'étude, une description précise de la structure d'une fibre élémentaire est proposée. Chaque fibre élémentaire est composée d'une fine couche externe de 0.2 μm [103], appelée paroi cellulaire primaire (P), d'une paroi cellulaire secondaire épaisse, divisée en trois couches (S1, S2 et S3) et d'un creux au centre appelé lumen (Figure 25) [90], [104]. Les parois cellulaires sont naturellement composées de microfibrilles de cellulose disposées en spirale avec diverses structures autour de l'axe des fibres et noyées dans un polymère non cellulosique (pectine et lignine) avec des liaisons hémicellulosiques. Le mélange hémicellulose/lignine est souvent appelé lignocellulose [105]. Ces composants seront appelés bio-molécules. Les microfibrilles de cellulose jouent un rôle prépondérant dans la fibre élémentaire. En effet, ils apportent résistance et rigidité à la fibre de lin.

La paroi primaire P est souvent confondue avec la lamelle moyenne (Figure 26). Cette zone est constituée d'une structure cellulosique fibrillaire enrobée dans un mélange de lignine, pectine et d'hémicellulose. Dans la paroi primaire, la pectine peut être prépondérante par rapport à la lignine [99], [103] alors que dans la région S2, la lignine est prépondérante par rapport à la pectine. La région S2 représente la section la plus épaisse de la fibre et la rigidité de la fibre dépend principalement de l'épaisseur de cette paroi [106]. La structure de la cellulose cristalline dans la région S2 se présente en spirales parallèles ayant généralement un angle compris entre 6 et 12 ° avec l'axe longitudinal pour la fibre de lin [107]–[109] (Figure 25 et Figure 23). Cet angle est appelé angle des microfibrilles AMF ou MFA (*Micro-Fibril Angle*). La Figure 23 regroupe des valeurs d'AMF pour les différentes fibres naturelles. Komuraiah et al. [31] ont également mis en évidence dans leur étude, une interaction au sein de la fibre élémentaire entre la valeur d'AMF et les propriétés en traction : Ce sont les fibres élémentaires à plus grandes valeurs d'AMF qui auront la résistance mécanique et le module le plus faible. Par exemple, le coton est la fibre naturelle qui a l'angle microfibrillaire le plus important, et de fait, ses propriétés en traction sont assez faibles comparées aux autres fibres naturelles (Tableau 5).

Fibre	Angle microfibrillaire [°]
Abaca	5 – 50
Bambou	6 – 25
Bois	5 – 26
Chanvre	2 – 6
Coton	20 – 30
Jute	7 – 10
Lin	5 – 12
Ramie	7.5 – 12
Sisal	18

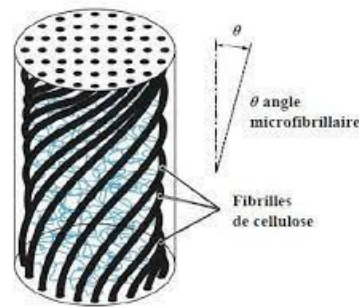


Figure 23 : Angles microfibrillaires de fibres naturelles [30], [68], [95], [107], [108], [110], [111]

En considérant la disposition microstructurale de la fibre élémentaire, les microfibrilles de cellulose agissent comme le renforcement de la matrice polymère et la région S2 est responsable de la résistance de la fibre car prépondérante [104]. Plus en détail, dans la paroi cellulaire S2, les microfibrilles de cellulose (*microfibrillated cellulose (MFC)*) sont constituées de chaînes de glucose. La structure des microfibrilles est une alternance de structures cristallines puis amorphes [112], [113]. Ces microfibrilles sont liées à la matrice polymère amorphe (lignine et traces de pectine) par l'hémicellulose et des liaisons covalentes et hydrogènes. Une attention particulière sera portée sur le vocabulaire employé, car certains travaux présentent les microfibrilles comme des fibrilles élémentaires et d'autres travaux présentent les microfibrilles comme des faisceaux de fibrilles élémentaires. En toute rigueur et suivant les échelles, la nanofibrille est composée de plusieurs chaînes de cellulose. La microfibrille est composée de plusieurs nanofibrilles. La fibre élémentaire est composée de plusieurs microfibrilles et la fibre technique est composée de plusieurs fibres élémentaires [75], [113]. Les microfibrilles faisant entre 5 et 40 nm de diamètre sont des faisceaux de fibrilles élémentaires ayant un diamètre entre 1 et 20 nm de diamètre [77], [99], [100], [114], [115]. Le terme de macrofibrilles peut être également rencontré pour caractériser les microfibrilles. Siró et al. recensent les différentes appellations apportées par différents auteurs [100]. Il est courant de voir le préfixe *-micro* pour caractériser les fibrilles élémentaires de celluloses. Le terme nanofibrille y est alors préférable si on se réfère à l'échelle de ces éléments [115]. Nastase résume les échelles des éléments (Figure 24) [113], et ce sera la notation utilisée dans la suite de notre étude : La fibre de cellulose (ou fibre élémentaire) fait plusieurs dizaines de micromètre de diamètre et est composée de fibrilles de cellulose (ou microfibrilles) ayant un diamètre entre 5 et 40 nm [100]. Ces microfibrilles sont ensuite composés de nanofibrilles faisant entre 1 et 30 nm. Nastase précise également que

des nanofibrilles peuvent être extraits des cristaux de cellulose de 2 – 20 nm de diamètre et long de 100 – 600 nm. Ce qui fait que le rapport d'aspect des cristaux de cellulose à un ordre de grandeur de 10.

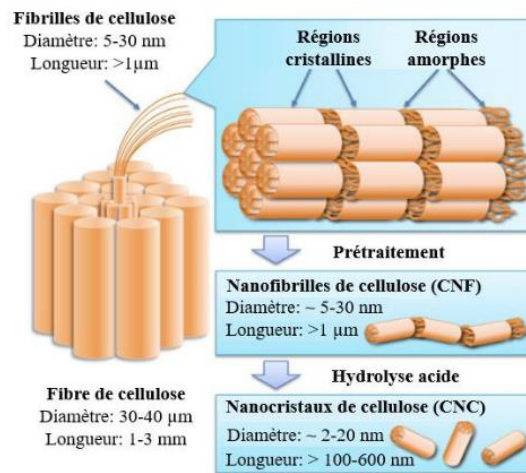


Figure 24 : Echelles composites des fibres de cellulose [113]

Siró et al. résument également le rapport d'aspect L/D des constituants cellulosiques : Les nanofibrilles ont un rapport d'aspect supérieur à 1000 et les microfibrilles ont un rapport d'aspect qui se situe entre 100 et 150. Ces récents résultats apportent des réponses aux travaux de Salmén et al. [97] (1984) qui estiment un rapport d'aspect de 50000 pour les microfibrilles. Cependant, cette valeur est déjà questionnée dans leurs travaux et l'hypothèse est discutable si on considère la structure amorphe des microfibrilles. Ainsi, la question sera de savoir s'il faut prendre un rapport d'aspect d'ordre de grandeur 10, 100, 1000 ou bien 50000 ?

Komuraiah et al. [31], [87] ont montré que la résistance de la fibre était principalement gouvernée par la cellulose, le module d'Young est gouverné par la cellulose et l'hémicellulose. La lignine et la pectine ont un impact négatif sur la contrainte à rupture et sur le module d'Young. Enfin, la déformation à rupture est gouvernée par la pectine et la lignine. Il est noté que ce sont les fibres à plus haut pourcentage de cellulose qui ont la meilleure contrainte à rupture. La rupture de la fibre se produit quand les liaisons entre la matrice de lignine et les microfibrilles se rompent et que les liaisons hydrogènes se cassent [31]. Les graphiques ci-dessous illustrent la structure des fibres élémentaires où nous pouvons apercevoir les structures multicouches et notamment la couche principale S2 où sont présents les microfibrilles de cellulose. La Figure 26 représente un faisceau de fibres élémentaires dans laquelle nous pouvons identifier la lamelle moyenne qui est une structure pectique qui va permettre de lier les fibres élémentaires entre elles.

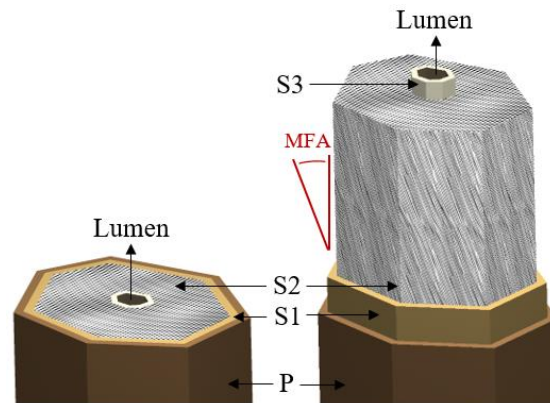


Figure 25 : Représentation d'une fibre élémentaire de lin et de sa structure multi-couches (diamètre apparent d'une fibre entre 10 et 40 μm) – Mise en évidence de l'angle microfibrillaire (AMF) ; P : Paroi primaire ; S1 : Première paroi cellulaire ; S2 : Deuxième paroi cellulaire (Paroi principale dans la fibre de lin) ; S3 : Troisième paroi cellulaire

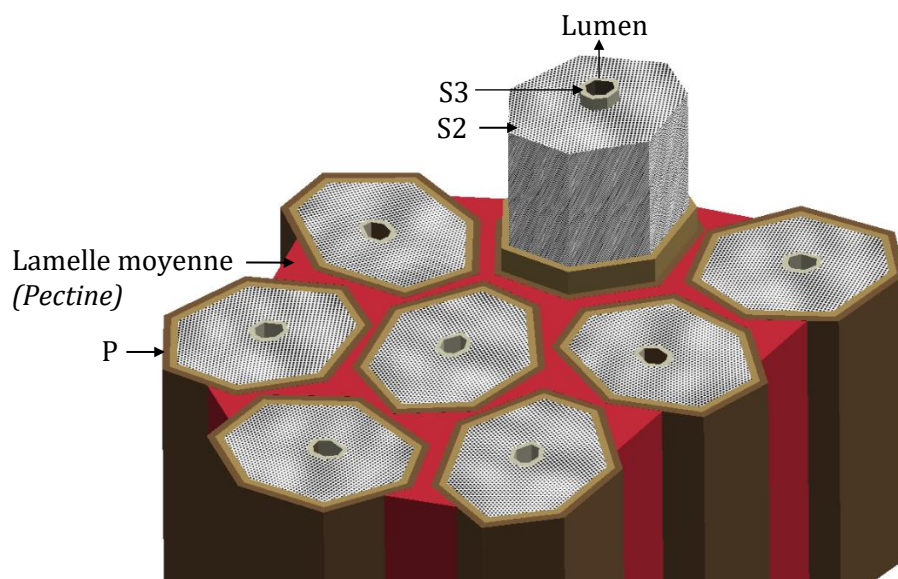


Figure 26 : Représentation d'un faisceau de lin (diamètre apparent d'un faisceau entre 100 et 200 μm) – Mise en évidence de la lamelle moyenne (en rouge) ou ciment pectique : Composée de pectine qui va lier les parois cellulaires (P) des fibres élémentaires entre elles

III.1.4. Diamètre des fibres élémentaire et lumen

A la différence avec les fibres synthétiques (verre ou carbone), les fibres de lin ont un diamètre variable le long de la longueur élémentaire. Cette question est importante à soulever si on effectue des essais des caractérisations à l'échelle de la fibre. En effet, il est observé une grande variabilité des diamètres de fibre au sein d'un même faisceau (Figure 27) [80]. De plus, Charlet et al. ont mis en évidence les disparités des diamètres suivant la position de fibre le long de la tige [27]. Sur une même fibre, il peut également y avoir d'importantes variabilités du diamètre local comme l'atteste la Figure 28 [116].

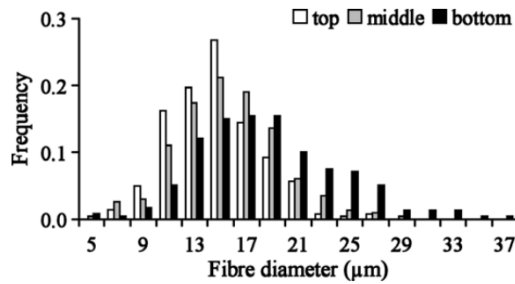


Figure 27 : Distribution des diamètres : Top (haut de la tige) ; Middle (mi-hauteur de la tige) ; bottom (proche racine) [116]

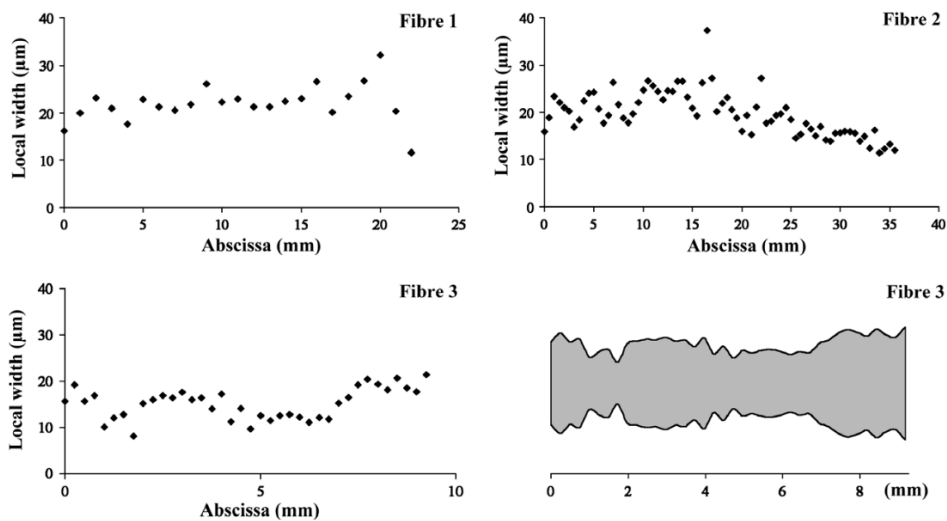


Figure 28 : Projection des épaisseurs par observation MEB de 3 fibres. Le diamètre moyen vaut $21.9 \pm 4.0 \mu\text{m}$ (fibre 1) ; $19.7 \pm 4.7 \mu\text{m}$ (fibre 2) et $15.1 \pm 3.4 \mu\text{m}$ (fibre 3) [116]

Il a été montré que le diamètre moyen d'une fibre élémentaire se situe entre 10 et 40 μm . Le diamètre dépendra de la variété, de la position sur la tige et également de la position le long de la longueur élémentaire. Ensuite, la fibre élémentaire n'a pas un aspect parfaitement circulaire comme une fibre de verre. En effet, les fibres ont un aspect hexagonal, pentagonal ou elliptique. De plus, au centre de la fibre se trouve un lumen qui est un vide central dans la structure. L'observation et la mesure du lumen ne peuvent se faire que par des observations post-rupture ou par des coupes histologiques. Le fait de prendre en compte sa présence peut changer la mesure de la section vraie de la fibre. Lors d'un essai de traction, il va être nécessaire de connaître la section de la fibre, or il n'y a pas de moyen simple pour mesurer précisément la section avant l'essai. Signalons que la majorité des études en traction du comportement mécanique des fibres est réalisée à une seule vitesse en quasi-statique. Mais au vu des composants de la fibre, certains éléments proches des polymères pourraient être sensibles à la vitesse de chargement. Ce point fera l'objet du prochain paragraphe.

III.2. Comportement mécanique des fibres élémentaires naturelles

La précédente partie portait sur l'étude morphologique et la composition des fibres élémentaires de lin. Le développement suivant porte sur les différentes caractérisations mécaniques à l'échelle de la fibre élémentaire. Il sera notamment abordé l'effet de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques à l'échelle de la fibre élémentaire et les mécanismes d'endommagement des fibres en traction et en compression.

III.2.1. Essai de traction quasi-statique sur les fibres élémentaires naturelles

Les travaux référencés sont des études expérimentales principalement en traction quasi-statique dans la direction longitudinale de la fibre. Ces études se basent sur la norme NF T-25-501-2 qui présente le protocole pour caractériser une fibre élémentaire de lin. Dans le protocole décrit, les auteurs mettent en évidence que la plus grande difficulté lors d'un essai de traction est l'estimation du diamètre de la fibre et donc de la section. Une première solution est de faire une moyenne sur plusieurs points (3 ou 5) le long de la longueur de référence. Cependant, d'autres auteurs proposent de mesurer le diamètre au niveau de la section de rupture (Figure 30). En effet, il a été prouvé que la fibre ne rompt pas nécessairement à la section la plus faible de la fibre, mais est hautement dépendant de la présence de défauts le long de la fibre. En effet, une fibre peut avoir des porosités importantes ou des *kink bands* (nom donné aux coudes) (Figure 29) qui correspondent à de possibles amorces de ruptures.

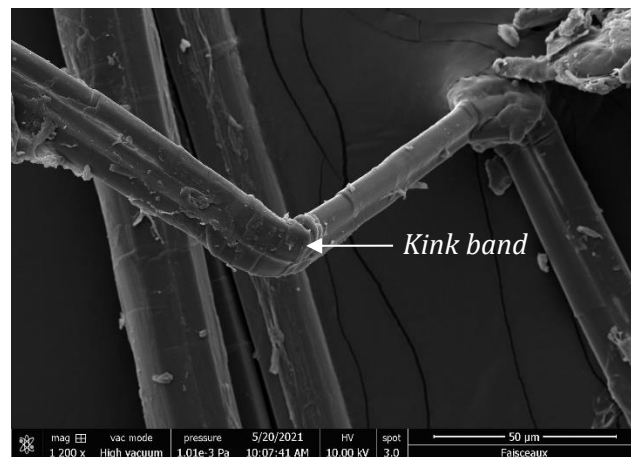


Figure 29 : Kink band (ou coude) le long d'une fibre élémentaire de lin

Ainsi, le résultat régulièrement reporté dans la littérature est que ce sont les fibres les plus fines qui ont le plus haut module d'Young et la plus haute contrainte à rupture. Ce résultat peut s'expliquer par le fait que les fibres les plus fines sont exemptes de défauts et par le fait qu'elles ont un lumen plus fin [104], [117]. De façon probabiliste une fibre à plus grand diamètre a une probabilité plus grande d'avoir des défauts et donc de présenter des amorces de rupture. La

Figure 30 reprend les précédentes observations et montrent d'une part la différence de mesure de section entre la méthode multipoints et le fait que les fibres à plus grands diamètres ont une contrainte à rupture plus faible que les fibres les plus fines.

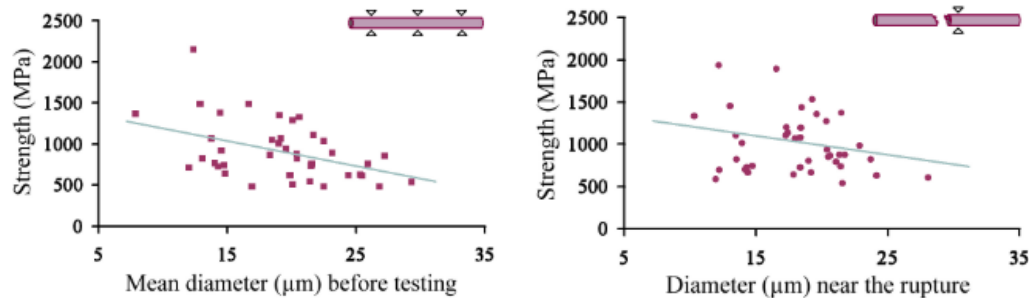


Figure 30 : Comparaison mesure de diamètre par multipoints ou proche de la rupture. Mise en évidence de la baisse de la contrainte à rupture avec l'augmentation des diamètres des fibres [81]

Un autre résultat propre aux fibres naturelles en traction est l'augmentation de la raideur de la fibre lors de l'essai de traction. Cette augmentation de la raideur lors de l'essai de traction a été richement documentée et provient de la réorientation microfibrillaire lors de la traction de la fibre [80], [104], [116]. Avant d'appliquer l'effort les microfibrilles de la fibre sont orientés avec un angle microfibrillaire (noté θ ou AMF) variable selon le type de fibre (Figure 23). Quand la fibre est sollicitée en traction, alors les microfibrilles vont se réorienter dans l'axe de traction. Des mesures d'angle microfibrillaire ont été réalisées sans chargement : Meelli et al. (2020) utilise la technologie de microscopie harmonique polarisée de seconde génération [108]. Enfin, Martinschitz et al. (2008) étudient sous AFM l'évolution de l'angle microfibrillaire d'une fibre de coco [118] et observent une décroissance de l'angle en fonction de la déformation de la fibre. Cette microstructure complexe va entraîner un comportement en traction particulier qui est expliqué dans les travaux de Placet et al. [119] sur l'étude en traction d'une fibre élémentaire de chanvre (Figure 31) :

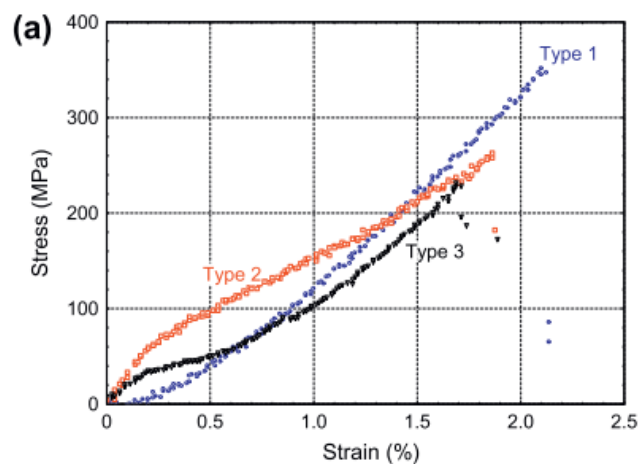


Figure 31 : Catégorisation des comportements en traction des fibres naturelles [119]

Le premier comportement (Type 1) présente une légère augmentation du module en fonction de la déformation ; le second (Type 2) non linéaire, avec une diminution de la rigidité au-delà d'une limite d'élasticité initiale ; et le dernier comportement (Type 3) peut présenter une ou plusieurs non-linéarités. Pour le chanvre, la première partie de cette courbe de Type 3 (Zone I) est apparemment linéaire jusqu'à limite élastique (noté par le point d'inflexion i_1), au-delà duquel on observe une forte diminution de la rigidité (Zone II). Un second point d'inflexion (noté i_2) apparaît à un niveau de déformation plus élevé, et est suivi d'une augmentation quasi-parabolique de rigidité jusqu'à la rupture finale (Zone III). L'origine de ces trois comportements différents n'est pas clairement établie [119]. Dans le cas du chanvre, l'hypothèse de la maturité, ou de la position de chaque fibre dans la tige, pourrait être envisagée. En effet, deux types distincts de fibres ont été trouvées dans le chanvre. Ceci induit des types de développement différents et indépendants, des compositions morphologiques et biochimiques différentes, ce qui pourrait expliquer leurs comportements mécaniques distincts.

L'origine du comportement non linéaire révélé par la plupart des courbes de contrainte-déformation, comme celle de la Figure 31 (type 3), a été décrit par plusieurs auteurs comme étant une caractéristique des fibres naturelles. En effet, ce comportement non linéaire a été observé par de nombreux auteurs dans le bois [120], [121] ainsi que dans des fibres libériennes telles que le lin et le chanvre [119], [122]. D'autres auteurs attribuent ce comportement non linéaire à des déformations de cisaillement dans la région non cristalline, qui peuvent endommager partiellement la paroi cellulaire, ou à un phénomène de *stick-slip* [123]. Le comportement non linéaire en traction des fibres de chanvre a été modélisé par Nilsson et Gustafsson [22], en introduisant des défauts dans la structure hélicoïdale des microfibrilles de cellulose, et par Navi et Sedighi-Gilani [120] pour les fibres de bois.

III.2.2. Mécanismes de déformation des fibres naturelles en traction

Plusieurs scénarios sont proposés pour décrire les phénomènes observés lors des essais de traction. Placet et al. [119], proposent de décomposer le comportement observé en traction uniaxiale le long de l'axe de la fibre en plusieurs étapes en prenant soin de distinguer la partie cristalline et la partie amorphe de la fibre. Le réalignement des microfibrilles va se coupler à une cristallisation de la cellulose amorphe lors de la traction de la fibre (Figure 32). Ce modèle est à mettre en parallèle avec la courbe de traction de la Figure 31 (type 1 & 3). Avant le premier point d'inflexion de la courbe contrainte-déformation (i_1), le comportement linéaire est souvent attribué à la déformation élastique des constituants semi-cristallins et amorphes des fibres. Cette déformation irréversible, est déjà accompagnée d'un réalignement microfibrillaire. Au-

delà du point (i1), la contrainte de cisaillement dans la paroi de la fibre pourrait provoquer un écoulement visqueux dans la matrice, avec un *lock-in* se produisant à la nouvelle position, ce qui pourrait fournir une explication pour la déformation irréversible. Ce réarrangement des liaisons entre les macromolécules amorphes ne détériore pas les propriétés mécaniques de la matrice amorphe. La combinaison d'une déformation de cisaillement induite par la torsion de la fibre, avec une déformation de traction, abaisse nettement le seuil d'écoulement de la matrice. La cellulose amorphe pourrait partiellement cristalliser au-delà de la limite d'élasticité, et jusqu'au deuxième point d'inflexion, qui correspond peut-être au point de saturation de la cristallisation. Cette cristallisation induite par la déformation conduit à un raidissement irréversible de la fibre dans la direction axiale. Dans la dernière partie de la courbe de traction (III), les mécanismes d'endommagement sont associés à un réalignement significatif et irréversible des microfibrilles de cellulose dans les zones de dislocation.

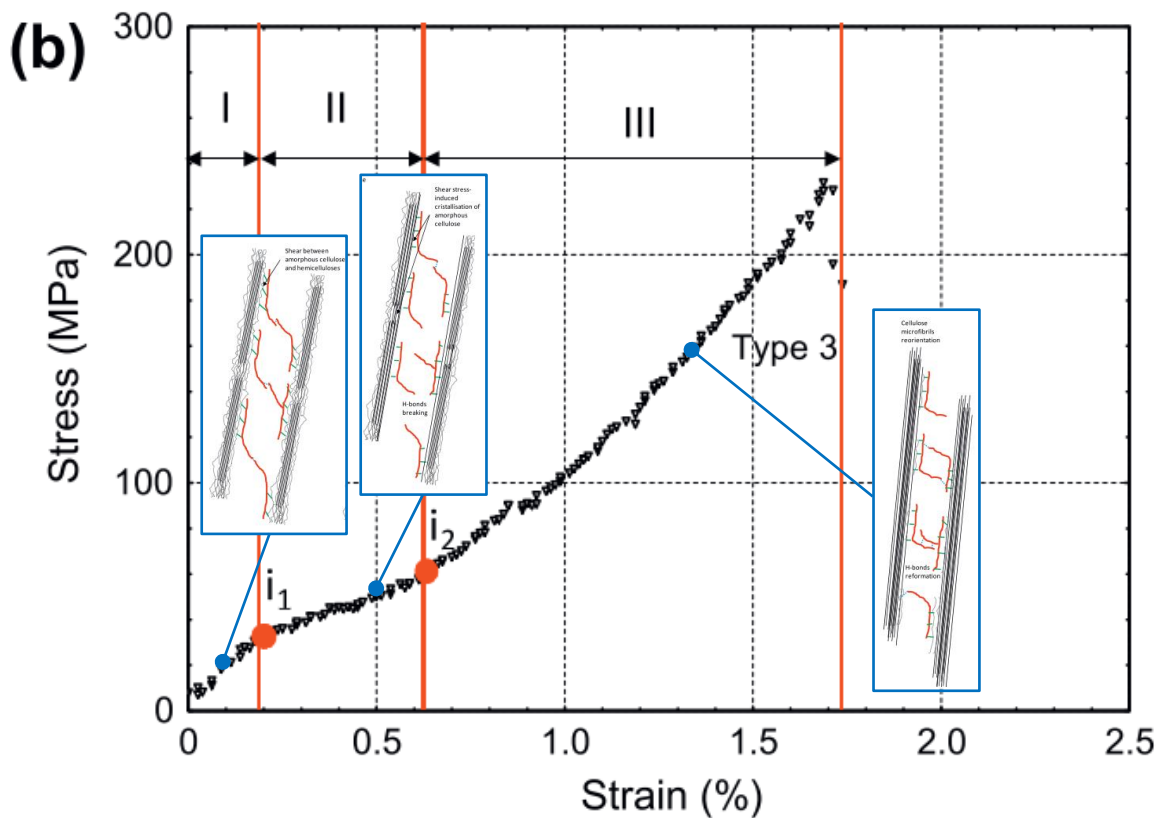


Figure 32 : Modèle proposé par Placet et al., étapes d'endommagement [119]

La Figure 33 ci-dessous illustre la non réversibilité de la déformation avant la dernière partie de la courbe contrainte-déformation. L'hypothèse est que la cristallisation de la cellulose amorphe provoque cette non-réversibilité.

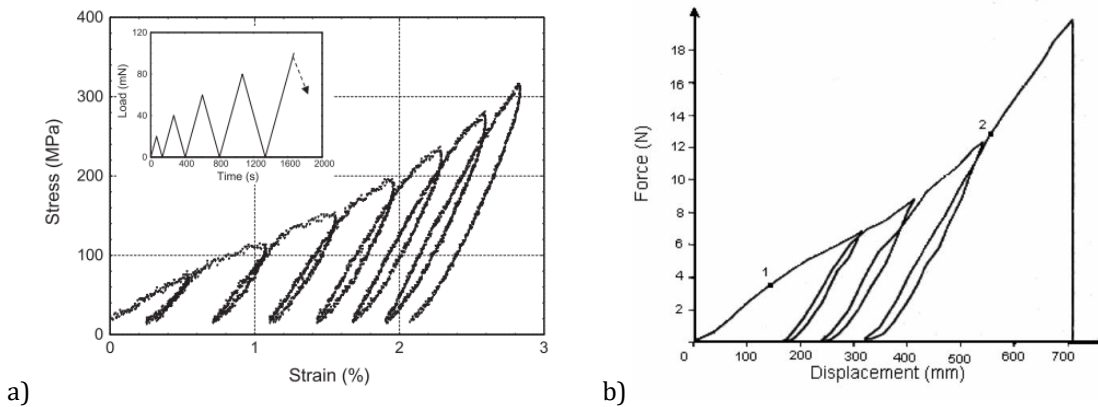


Figure 33 : Courbes contrainte-déformation a) D'une fibre de chanvre [119] ; b) D'une fibre de bois [120]

III.2.3. Propriétés transverses des fibres naturelles en traction

L'organisation de la microstructure de la fibre présentée précédemment induit une anisotropie du comportement mécanique. En effet, il a été montré que la structure en spirale des microfibrilles autour de l'axe de la fibre induit de plus grandes propriétés mécaniques dans l'axe longitudinale de la fibre (Figure 23). Une fibre élémentaire peut ainsi être assimilée à un composite avec des propriétés longitudinales et transversales [104]. Nous pouvons donc à juste titre, prédire des propriétés mécaniques moins bonnes dans la direction transverse par rapport à la direction longitudinale. En comparaison, le comportement mécanique de la fibre de verre est supposé isotrope [124], [125]. Tous les travaux étudient les fibres dans leur direction longitudinale et peu d'informations existent concernant les propriétés transverses des fibres. En effet, l'étude précédente a montré qu'une fibre élémentaire pouvait être assimilée à un composite avec des propriétés longitudinales et transversales. De plus, les fibrilles de cellulose ont une orientation préférentielle dans la fibre élémentaire. On peut donc à juste titre, prédire des propriétés mécaniques moins bonnes dans la direction transverse que dans la direction longitudinale. En comparaison, une fibre de verre sera considérée comme ayant des propriétés isotropes [124], [125]. Certains auteurs se sont attachés à déterminer le comportement transverse des fibres par modélisations. Cichocki et al. [126] ont déterminé les propriétés élastiques des fibres de jute par une combinaison de mesures directes et de modélisation micromécanique. Ils concluent que le module transverse des fibres de jute est entre 5 et 10 fois inférieur au module longitudinal. De même, Cichocki et al. et Bergander et al. [126], [127] ont montré pour les fibres de bois que le module transverse était entre 0.7 et 3 GPa alors que le module longitudinal se situe entre 9 et 15 GPa. Ils ont pour cela utilisé un microscope électronique à balayage environnemental (ESEM) équipé d'un dispositif de chargement pour mesurer le module d'Young. De même, pour une paroi cellulaire de fibre de bois, Gilani [120] a proposé une valeur théorique de 72.6 GPa pour le module longitudinal et une valeur théorique

de 9.7 GPa pour le module transverse. Baley et al. [128] ont estimé pour une fibre de lin à l'aide d'un modèle de Halpin-Tsai un module transverse de 7 GPa et à l'aide d'un modèle de Hopkins-Chamis un module transverse de 9.5 GPa, contre 59 GPa en module longitudinal, montrant le caractère hautement anisotrope des fibres de lin. Enfin, Thomason et al. [64] ont déduit à partir d'essais de traction sur des composites à matrice Epoxy et de l'utilisation des modèles d'homogénéisation de Voigt et de Reuss, le module longitudinal et le module transversal des fibres élémentaires de lin et de sisal. Ils concluent alors à la haute anisotropie des fibres végétales et notamment des fibres de lin. Le module transverse des fibres de lin serait entre 55 et 80 fois plus faible que le module longitudinal en fonction de la température. Ils notent également l'isotropie des fibres de verre, mais également l'anisotropie des fibres de carbone et de Kevlar [129] (Figure 34).

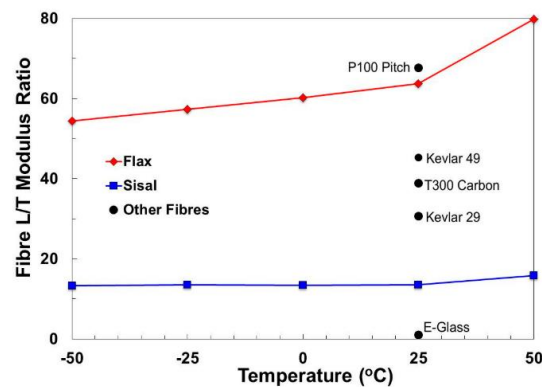


Figure 34 : Mesure de l'anisotropie des fibres de lin et de sisal en comparaison à des fibres synthétiques conventionnelles [129]

Si des estimations du module transverse ont été proposées dans la littérature, aucune valeur n'a pu être trouvée concernant une valeur de contrainte à rupture dans la direction transverse. Dans notre étude, la modélisation multi-échelle permettra de donner une valeur théorique au module transverse et à la contrainte à rupture dans la direction transverse à défaut de pouvoir les mesurer expérimentalement.

III.2.4. Effet de la vitesse de déformation

Très peu de travaux étudient l'effet de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques des fibres élémentaires. De plus, les seules études qui existent n'étudient que de faibles plages de vitesses de déformation et restent en vitesses quasi-statiques. Charlet et al. [30] étudient l'effet de la vitesse de déformation sur des fibres élémentaires de lin avec une faible gamme de vitesses de déformation (0.00083 s^{-1} , 0.0017 s^{-1} et 0.0033 s^{-1}) et concluent que les propriétés de déformation (résistance à la traction et module) semblent diminuer lorsque la vitesse de déformation augmente malgré la plage étroite des vitesses étudiée et concluent à un possible comportement viscoélastique de la fibre de lin. Cependant, les barres d'erreurs associées aux

résultats et à la faible plage de vitesse font que cette conclusion est hypothétique. Kulkarni et al. (1983) [130] ont observé l'effet de différentes vitesses de déformation sur la résistance à la traction de la fibre de banane et ont souligné que la valeur de la résistance à la traction diminue après avoir atteint le niveau limite de vitesse de déformation en quasi-statique. Récemment, Chokshi et al. (2020) [131] ont étudié l'effet de la vitesse de déformation sur différentes fibres naturelles et ont conclu que les propriétés mécaniques augmentent pour une vitesse de déformation très faible : 0.000017 s^{-1} à 0.000125 s^{-1} , mais diminuent ensuite pour une valeur plus élevée de la vitesse de déformation : 0.000125 s^{-1} à 0.0033 s^{-1} . Enfin, Ahmed et al. [132], [133] ont étudié la sensibilité à la vitesse de déformation de fibres de lin à 0.00016 s^{-1} , 0.0005 s^{-1} et 0.0013 s^{-1} . Ils ont observé que la vitesse de déformation la plus élevée correspond à la résistance à la traction la plus faible de la fibre de lin. Ils concluent que, en raison de la microstructure complexe de la fibre de lin, on ne s'attend pas à ce que la sensibilité à la vitesse de déformation suive la même tendance que celle de la fibre de verre [134] ou du kevlar [135].

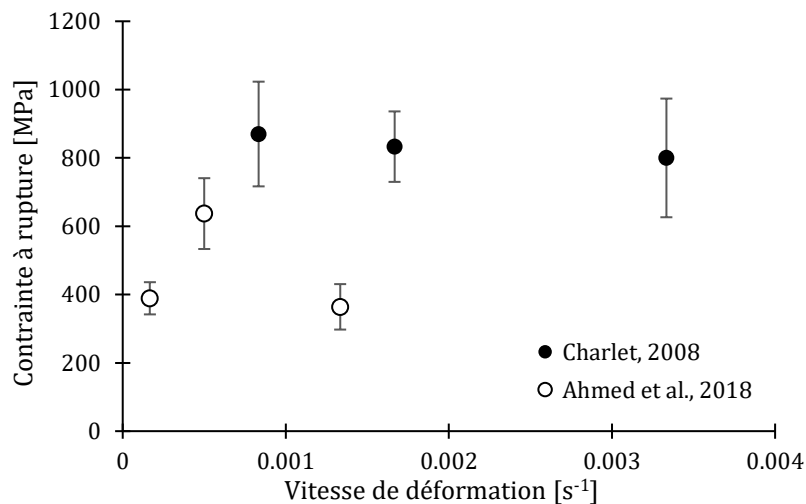


Figure 35 : Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture des fibres élémentaires de lin. Points retracés de [30], [132]

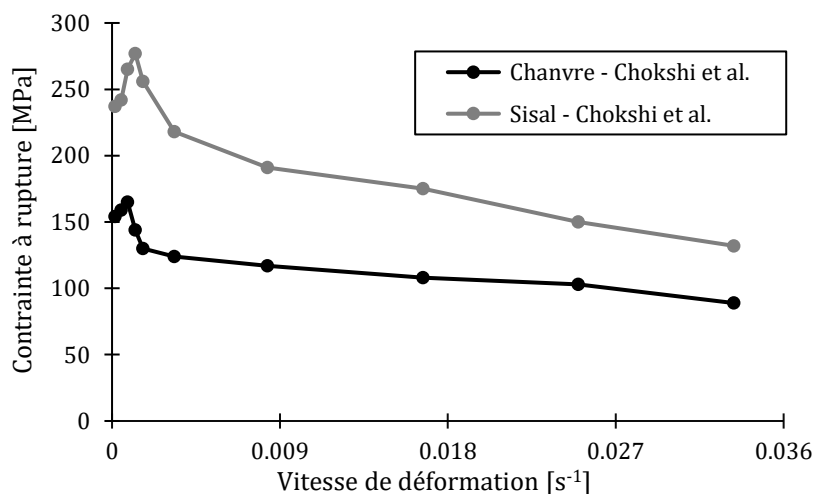


Figure 36 : Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture sur différentes fibre naturelles. Points retracés de [131]

La gamme de vitesse de déformation discutée dans la littérature est très faible et ne couvre qu'une décade. Nous proposons dans notre étude de couvrir l'analyse de la sensibilité aux vitesses de déformation des fibres sous contrainte de traction sur trois décades : 0.0017 s^{-1} , 0.017 s^{-1} et 0.17 s^{-1} . De plus, un lien entre la rupture de la microstructure et la sensibilité à la vitesse de déformation sera étudié à l'aide d'observations MEB, comme dans les travaux d'Ahmed et al. [132], [133].

III.2.5. Essai de compression quasi-statique sur les fibres élémentaires

En traction quasi-statique, de nombreuses publications existent sur la caractérisation des fibres naturelles. Cependant, peu de publications abordent les essais de compression à l'échelle d'une fibre élémentaire. Il est très difficile de tester une fibre élémentaire sans flambement, car la fibre est très souple. L'une des solutions est le test de la boucle pour tester en compression les fibres naturelles ou synthétiques [136], [137]. Ce test consiste à faire une boucle avec une fibre de lin, à tirer sur ses extrémités et à suivre l'évolution de la taille de la boucle.

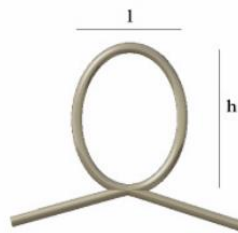


Figure 37: Principe du test de la boucle [30]

Lors du serrage de la boucle, les dimensions relatives de la boucle (h/l) restent constantes, autour de 1.34, jusqu'à ce qu'une déformation non linéaire se produise au sommet de la boucle (le rapport h/l reste constant quelque soit le type de fibre, durant la partie élastique de l'essai). A un moment donné lors de l'essai, ce rapport ne sera plus constant et la contrainte critique en traction sera ainsi calculée par la formule :

$$\sigma_{\text{crit}} = \frac{1.34E_{f_c}d}{h_{\text{crit}}} \quad (1.1)$$

E_{f_c} est le module critique de la fibre en compression. d est le diamètre de la fibre et h_{crit} est la hauteur principale de la boucle lorsque le rapport n'est plus constant à 1.34. Dès que le rapport hauteur/largeur de la boucle n'est plus constant, des endommagements apparaissent en haut de la boucle et entraînent la rupture de la fibre [136]. Une importante limitation de cette méthode est le choix de la valeur du module critique de la fibre en compression E_{f_c} . Bos et al. [138] utilisent pour cette valeur de module la valeur du module de la fibre élémentaire en traction. Ce choix est discutable dans la mesure où la fibre de lin est hautement anisotrope et rien ne garantit que les modules critiques de traction et de compression soient les mêmes. Selon Salmén, la lignine, moins résistante que la cellulose va participer à la résistance de la fibre en compression

[86]. Bos et al. ont montré que les propriétés en compression pour la fibre de lin était environ 20 % plus faibles qu'en traction grâce au test de la boucle.

III.3. Essai de traction quasi-statique sur les faisceaux

A l'échelle du faisceau, certains travaux étudient leur comportement en traction. Une norme est également associée pour caractériser le faisceau en traction (NF T-25-501-3) et peu de publications testent en traction un faisceau de fibres. Comme énoncé précédemment, la pectine va jouer le rôle de transfert d'effort entre les fibres élémentaires dans un faisceau. Or dans un composite, ce transfert d'efforts est assuré par la matrice. Cependant, le faible nombre d'études à l'échelle du faisceau montre que les propriétés vont dépendre de façon importante de la longueur entre les mors. En effet, d'après Bos [136], [138], en testant un faisceau avec une grande longueur de référence (supérieure à 25 mm), alors, c'est surtout la structure pectique que l'on va tester avec une résistance en traction moindre : Les fibres élémentaires vont rester intactes et vont glisser les unes par rapport aux autres. À l'inverse, avec une longueur de référence plus faible (inférieure à 25 mm), alors on testera des fibres élémentaires complètes du faisceau prisent entièrement dans les mors.

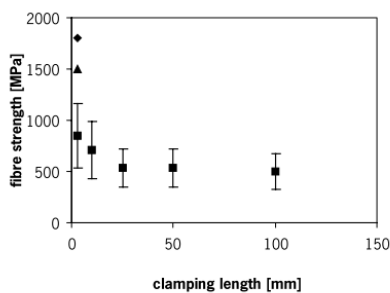


Figure 3.6. Fibre tensile strength versus clamping length. ■ Technical fibres, ▲ elementary fibres, standard decortication, ◆ elementary fibres, hand decortication.

a)

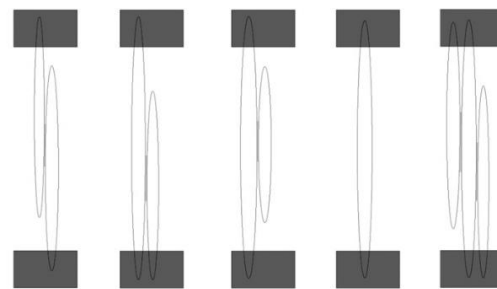


Fig. 2. The different configurations of selected flax fibres; only the left case allows the measurements of the mechanical properties of the fibre/fibre interface.

b)

Figure 38 : a) Effet de la longueur entre les mors et les propriétés en traction pour un faisceau de fibres ; b) Différentes configurations d'essais. Seul le cas de gauche permet de tester l'interface pectique fibre/fibre [131]

Charlet et al. [67] et Romhany et al. [139] ont également réalisé des essais de traction sur faisceaux et montrent que la liaison pectique joue un rôle important entre l'interface fibre/fibre. Cependant, la pectine amorphe n'a pas de bonnes propriétés mécaniques comparée à la cellulose cristalline. De plus, à l'échelle du composite il est important d'avoir une bonne interface fibre/matrice en éliminant la pectine des faisceaux par différents traitements [71]. Peu de publications étudient le comportement en traction ou compression des faisceaux de fibres. D'une part, l'évaluation du diamètre est plus difficile que pour une fibre élémentaire et d'autre part dans un composite, la pectine de la lamelle moyenne sera remplacée par la résine dans le composite.

III.4. Modélisation du module longitudinal et transverse de la fibre élémentaire par une approche multi-échelle

III.4.1. Module longitudinal et transversal d'une fibre élémentaire

Plusieurs études bibliographiques concernent l'étude du comportement hyper élastique des fibres avec l'augmentation de la raideur de la fibre avec la déformation. Baley [104] présente la modélisation la plus complète du comportement complexe de la fibre. En effet, Il propose une approche multi-échelle qui couvre plusieurs échelles à partir des propriétés des biomolécules (hémicellulose, cellulose et lignine) pour décrire le comportement mécanique d'une fibre élémentaire en couplant un modèle de Halpin-Tsai à l'échelle de la fibre élémentaire avec une loi des mélanges à l'échelle nanoscopique. Les propriétés des biomolécules sont issues d'une publication de Salmén et al. (1985) [97].

III.4.2. Contrainte à rupture d'une fibre élémentaire

Pour expliquer la décroissance des propriétés mécaniques avec l'augmentation du diamètre des fibres, beaucoup de publications font intervenir une notion probabiliste de Weibull. L'analyse de Weibull est un outil statistique largement utilisé pour décrire le comportement de résistance des matériaux fragiles, qui est basé sur l'hypothèse que la rupture au niveau du défaut le plus critique entraîne la rupture totale de l'échantillon. En raison de la gravité variable des défauts le long du volume des fibres, la résistance des fibres se trouve être statistiquement distribuée. Par conséquent, la distribution de la résistance des fibres, σ_{Rf} en traction est généralement décrite au moyen du modèle standard de Weibull.

$$P(\sigma_{Rf}) = 1 - \exp\left(-\frac{V}{V_0}\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (1.2)$$

P est la probabilité de rupture de la fibre, m est le module de Weibull. Un module petit correspond à une large distribution de la contrainte à la rupture et un module grand correspond à une distribution étroite. σ_0 est la contrainte caractéristique de Weibull correspondant au volume de référence V_0 entre les mors.

Les d'études considèrent une augmentation de la probabilité de défaut avec l'augmentation de la longueur de référence lors de l'essai de traction [140]-[143]. Selon les différents auteurs ayant abordé le sujet, plus le diamètre de la fibre élémentaire est important et plus la probabilité de présence de défauts dans la fibre augmente, ce qui risque de fragiliser la fibre. Pour les fibres naturelles et plus particulièrement pour les fibres de lin, les équations probabilistes de Weibull permettent de modéliser la rupture probabiliste. Les auteurs complètent cette formule en prenant en compte la variation de diamètre de la fibre et de la longueur de référence.

En supposant la fibre cylindrique, on peut calculer son volume selon la formule : $V = \frac{1}{4}\pi D^2 \times L$

Ainsi, l'équation de Weibull modifiée devient [144] :

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left(-\frac{L}{L_0}\left(\frac{D}{D_0}\right)^2\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (1.3)$$

La figure suivante illustre la probabilité de rupture cumulative mesurée en fonction de la contrainte à rupture après des essais de traction sur fibres élémentaires de lin :

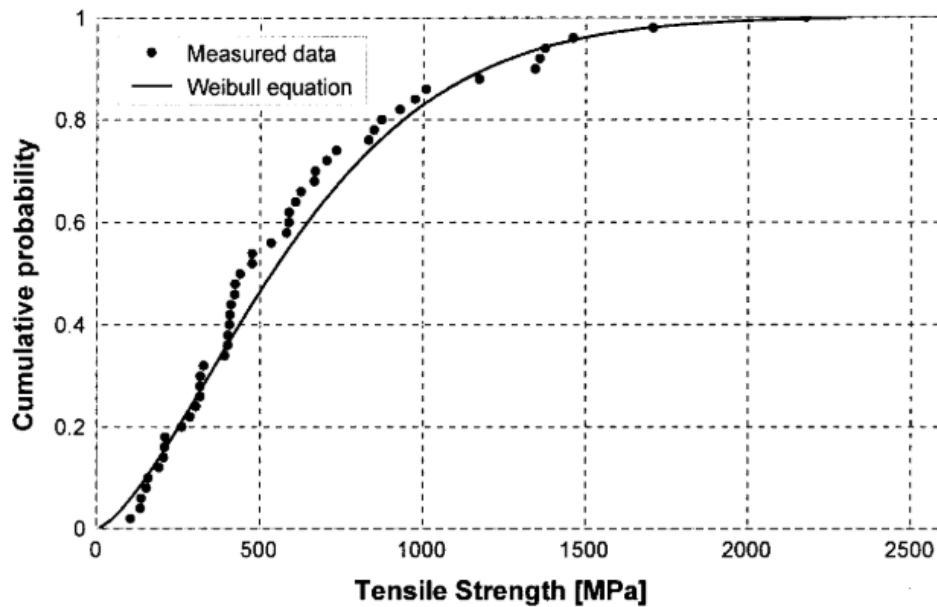


Figure 39 : Probabilité cumulative de rupture sur des essais du fibres de lin [139]

Dans cette étude, la probabilité de présence de défauts est induite par l'augmentation de la longueur de référence lors de l'essai de traction.

Cette partie de l'étude bibliographique était restreinte à l'échelle nanoscopique des biomolécules et à l'échelle microscopique des fibres élémentaires. Nous avons vu que les conclusions des études portant sur la caractérisation des effets de la vitesse de déformation sur les fibres n'étaient pas concluantes. Nous développerons donc cette partie dans nos travaux de thèse. En effet, les composites que nous souhaitons étudier seront soumis à des gradients de vitesse. Il est important d'identifier la contribution de chacun des constituants du composite sur sa sensibilité à la vitesse. L'étude bibliographique se poursuit à l'échelle mésoscopique du pli et à l'échelle du composite. L'étude bibliographique portera d'abord sur la morphologie des composites puis portera sur les différentes caractérisations expérimentales à ces échelles en se focalisant sur l'analyse bibliographique du comportement en vitesse des composites biosourcés.

IV. Du pli au stratifié composite

IV.1. Morphologie

Un pli composite est composé de fibres unidirectionnelles noyées dans la résine. Un empilement stratifié est ensuite composé de plusieurs plis successifs avec différentes orientations, comme illustré sur la Figure 40 [145].

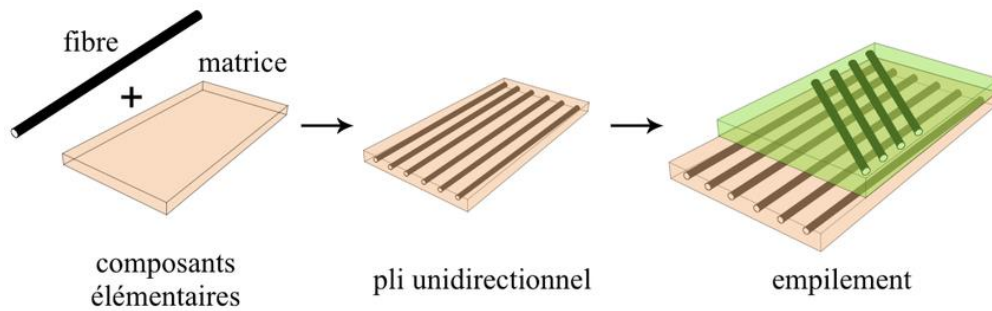


Figure 40 : Principe d'un pli composite : Fibre + Matrice. Plusieurs plis correspondent à un empilement stratifié [145]

Coroller et al. [146] et Bourmaud et al. [147] ont étudié la morphologie de plis composites en comparant des composites renforcés de fibres de lin et des composites renforcés de fibre de verre. Ces premiers résultats nous montrent que les composites renforcés de fibres de lin vont se positionner de façon non homogène dans l'épaisseur (Figure 41 a, b et c) par rapport à des fibres de verre (Figure 41 d) dont la répartition dans la matrice semble plus homogène. Cet aspect est renforcé par la présence de fibres de lin à morphologies aléatoires (Figure 41).

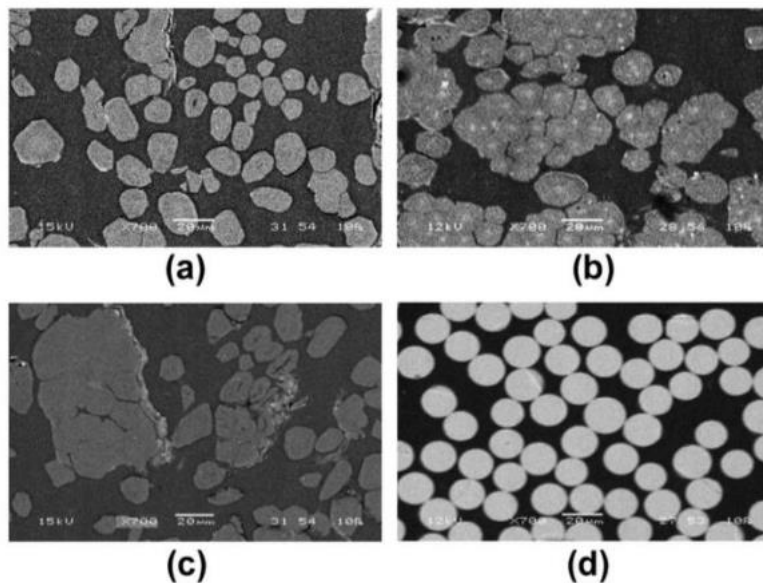


Figure 41 : Section composite a), b) et c) Fibres de lin avec différents degrés de rouissage ; d) Fibres de verre [146]

IV.2. Caractérisations expérimentales

IV.2.1. Comportement mécanique des composites Lin/Epoxy en régime quasi-statique

Le comportement mécanique en quasi-statique des composites Lin/Epoxy est maintenant bien documenté. Par exemple, Liang et al. [148] (2015) ont réalisé des essais quasi-statiques sur des composites Lin/Epoxy. Les essais sur les stratifiés $[0]_{12}$, $[90]_{12}$, $[0,90]_{3s}$ et $[+45,-45]_{3s}$ ont été comparés à des composites Verre/Epoxy. Des éprouvettes en traction et compression ont été réalisées et testées selon la norme ISO 527-4 et ISO 14126. Les auteurs concluent que les propriétés en traction du composite bidirectionnel $(0,90)^\circ$ Lin/Epoxy est plus faible que celui du Verre/Epoxy : 55 % plus faible pour la contrainte à rupture et 34 % plus faible pour le module d'Young.

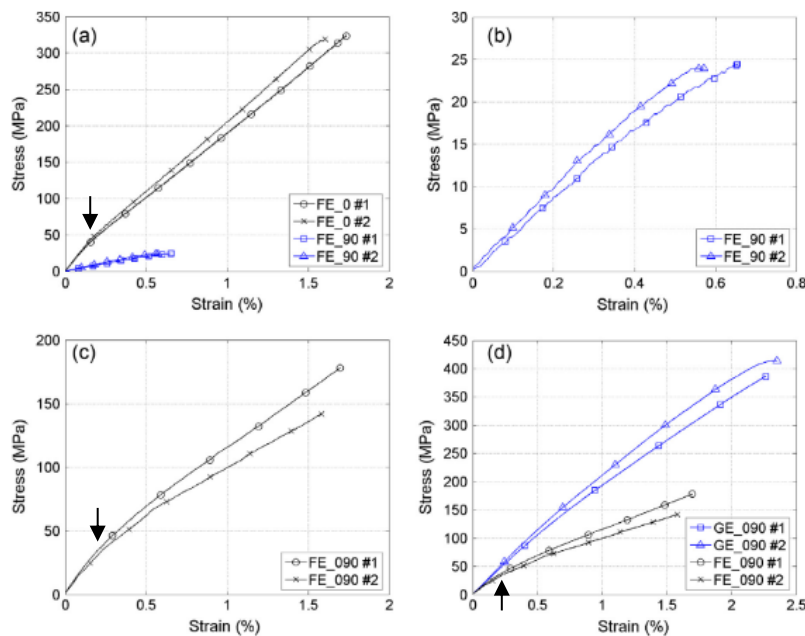


Fig. 2. Typical tensile stress-strain curves of (a) FE_0, (b) FE_90, (c) FE_090 and (d) GE_090 specimens.

Figure 42 : Essais de traction sur composites - FE : Flax/Epoxy et GE : Glass/Epoxy ; GE: a) $[0]_{12}$ et $[90]_{12}$ Lin/Epoxy - b) $[90]_{3s}$ Lin/Epoxy - c) $[0,90]_{3s}$ Lin/Epoxy - d) $[0,90]_{3s}$ Lin/Epoxy et Verre/Epoxy [148]

Ces travaux mettent en évidence une forme particulière des courbes contraintes-déformations des composites biosourcés (Figure 42). Les courbes d'essais des composites renforcés de fibres naturelles présentent un « genou » au début de l'essai quand des plis orientés à 0° sont présents dans le composite. Selon les auteurs, le genou correspondrait à une limite d'élasticité et n'est pas présent sur les composites renforcés de fibres synthétiques. D'autres travaux comme ceux de Yang [68], Liang [148], [149] et Poilane et al. [150] ont tenté de décrire les mécanismes mis en jeu lors du franchissement de ce genou. Poilane et al. dans leurs essais sur des composites Lin/Epoxy confirment le changement de pente suite au genou. Ces travaux montrent que ce comportement est également propre aux composites biosourcés (Figure 43).

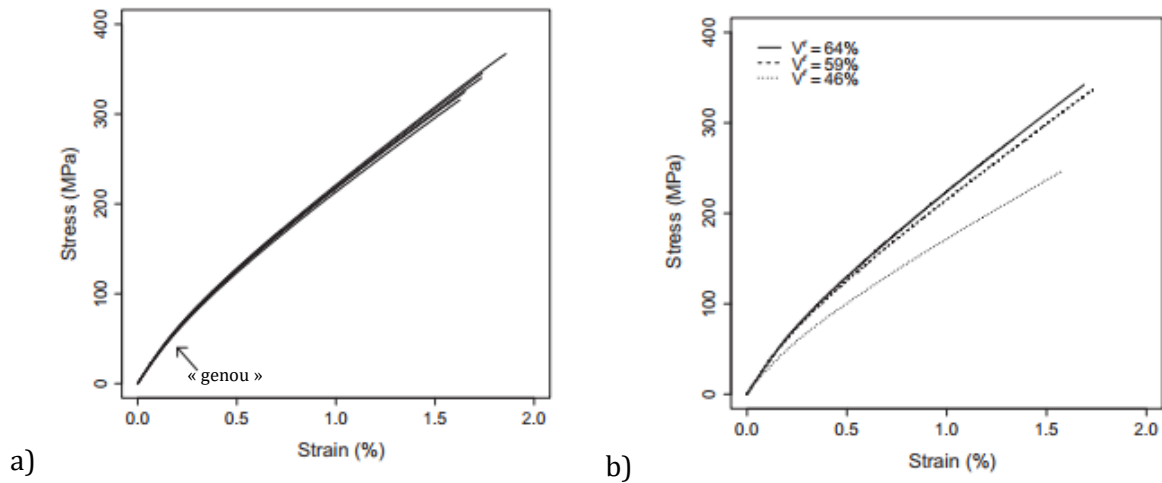


Figure 43 : a) Essai de traction sur composite Lin/Epoxy [0]8 ; b) Etude de la variation du V_f sur le même composite [150]

IV.2.2. Comportement mécanique du Lin/Elium en régime quasi-statique

La résine Elium ayant été récemment commercialisée, un faible nombre de publications scientifiques étudient ce composite. Chilali et al. [151] réalisent une comparaison expérimentale en quasi-statique entre les composites Lin/Epoxy, Lin/Elium, Verre/Epoxy et Verre/Elium.

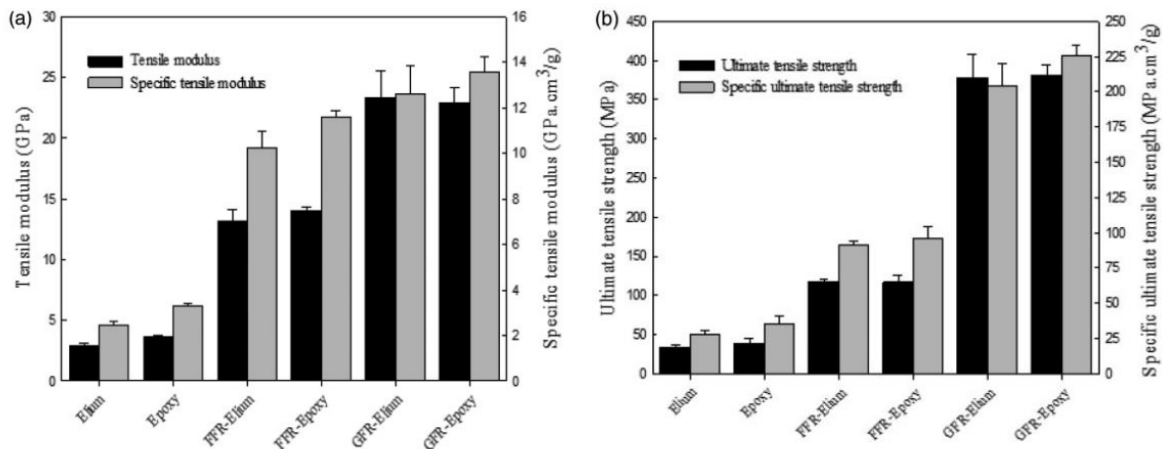


Figure 44 : Propriétés mécaniques spécifiques et absolues des composites étudiés : a) Module de traction ; b) Contrainte à rupture [151]

Les propriétés mécaniques absolues et spécifiques sont tracées en Figure 44. Les conclusions portées par cette étude sont que les composites Lin/Elium et Lin/Epoxy ont des modules de traction et des contraintes à rupture en traction presque identiques. Le module de cisaillement des composites Lin/Elium était légèrement inférieur à celui des composites Lin/Epoxy avec approximativement la même résistance en cisaillement. Sur la Figure 44, il est important de noter que les propriétés mécaniques spécifiques sont très intéressantes pour les composites renforcés de fibres de lin et tendent à réduire l'écart avec les propriétés mécaniques absolues pour les composites renforcés de fibres de verre et ceci, quelle que soit la résine utilisée.

Finalement, le comportement en traction quasi-statique Lin/Elium est bien documenté dans les travaux de Monti et al. [42], [152]. Avec notamment une étude sur le phénomène du genou avec plusieurs hypothèses à ce sujet : Ils ont mis en évidence l'existence de ce genou visible sur la courbe contrainte-déformation d'un empilement $[0]_5$ à un niveau de déformation de 0.11 %. Après cette limite d'élasticité correspondant à un niveau de contrainte d'environ 25 MPa, la courbe statique contrainte-déformation semble être quasi linéaire. La rigidité apparente augmente même légèrement. Ce genou ne peut pas être attribué uniquement à des mécanismes d'endommagement tels que la fissuration de la matrice ou le décollement fibre/matrice, car il semble être (au moins partiellement) réversible. Il peut également être une conséquence du comportement non linéaire des fibres de lin elles-mêmes. Ce comportement a été remarqué par plusieurs analyses mécaniques effectuées sur des fibres de lin simples, et est attribué au comportement élastique et visqueux de la lignine et de la cellulose amorphes de la fibre en raison des contraintes de cisaillement dans les parois cellulaires [119]. De plus, des mécanismes d'endommagement se produisent à chaque phase de chargement.

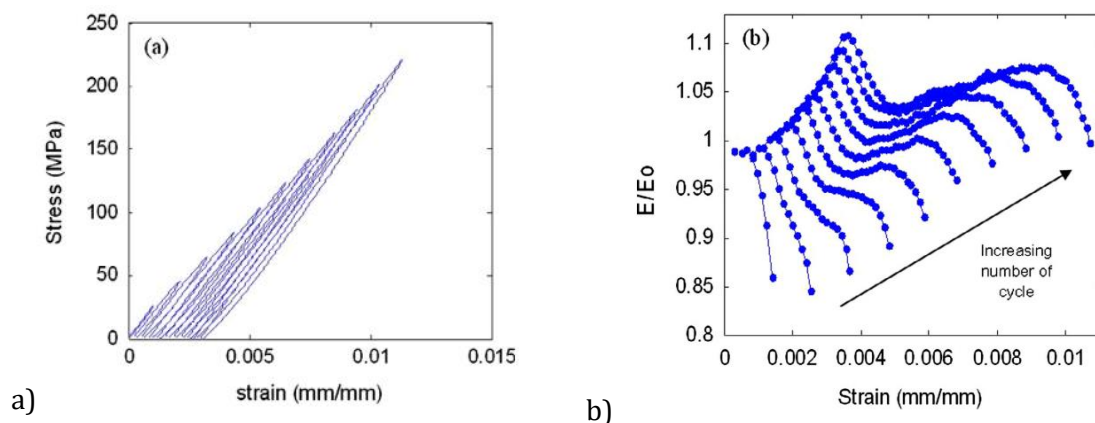


Figure 45 : a) Essais de cycliques de charge/décharge sur un composite Lin/Epoxy ; b) Mesures de la pente locale sur chaque cycle [152]

Plus en détail, la pente des courbes des cycles successifs augmente globalement, jusqu'à atteindre plus de 10 % de sa valeur initiale (Figure 45). À partir du 5^{ème} cycle (vers 0.2 %), il est observé un phénomène de raidissement du composite sur chaque cycle. Ce phénomène semble indiquer que des mécanismes de raidissement se produisent à partir d'un certain seuil de déformation. Il a été récemment observé par Shah [25] pour un composite de fibres de lin avec une matrice époxy. Pour expliquer ce phénomène, une des hypothèses est que la réorientation des microfibrilles de cellulose est conduite par un mécanisme de « *stick-slip* ». Une contrainte de cisaillement à l'intérieur de la paroi cellulaire peut provoquer un écoulement visqueux de la matrice entourant les fibrilles, suivi d'un phénomène de lock-in associé à une reformation immédiate de la liaison dans la nouvelle position de la fibrille. En conséquence, la rigidité de la fibre peut être augmentée.

D'autres travaux de Monti étudient la résine Elium chargé en fibres de lin avec des essais sur différents stratifiés.

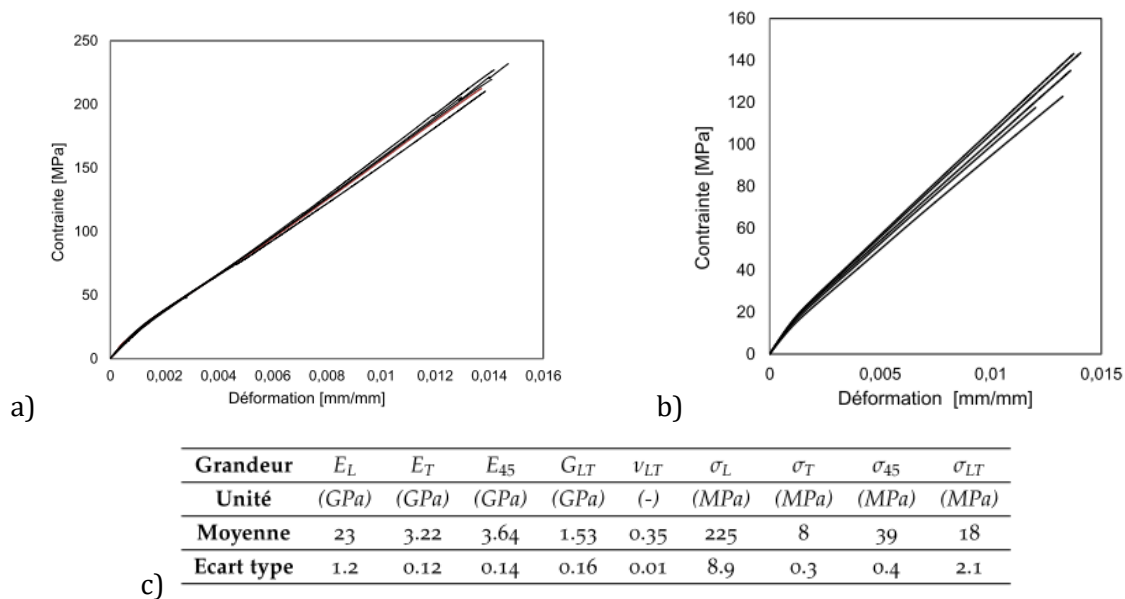


Figure 46 : a) Essais sur stratifié $[0]_s$; b) Stratifié $[0,90,0,90,0]$; c) Propriétés mécaniques caractéristiques du pli mesurées et calculées [42], [152]

Les composites à résine époxy ne sont pas étudiés dans ces travaux de thèse. En revanche, ces travaux ont permis de mettre en évidence les phénomènes particuliers dus à l'utilisation de fibres naturelles.

Avec le tableau ci-dessous résumant les travaux de caractérisation des composites renforcés de fibres de lin, nous pouvons voir que la résine Elium rivalise avec la résine Epoxy. Dans la première référence est présenté un composite Lin/Epoxy à haute module d'Young car les fibres de lin utilisées (ArticFlax) sont extraites par un procédé biotechnique par culture enzymatique et microbienne [153]. Ce procédé permet une meilleure homogénéisation des propriétés des fibres que par rouissage classique et ainsi, permet de réduire la variabilité des propriétés mécaniques.

Tableau 6 : Références bibliographiques d'essais en quasi-statique sur différents composites renforcés de fibres de lin

Composite	Tissu	Fraction volumique [%]	Contrainte à rupture [MPa]	Module d'Young [GPa]	Références
Lin/Epoxy	UD	37 (vol.)	279	39	[68], [153]
Lin/Epoxy	Tissé 2x2	55 (vol.)	120	9.2	[68]
Lin/Epoxy	UD	46 – 66 (vol.)	240 – 356	23.4	[154]
Lin/Epoxy	Tissé 2x2	32 (vol.)	120	14	[151]
Lin/Epoxy	UD	41 (vol.)	298.4	30.04	[155]
Lin/PU	UD	32 (vol.)	230	12.5	[68]

Lin/PLA	Roving	30/40 (wt.)	44 – 53	7.3 – 8.3	[68]
Lin/PP	Tissu 2x2	40 (vol.)	71.2	5.8	[68]
Lin/Elium	Tissé 2x2	37 (vol.)	121	13	[151]
Lin/Elium	UD	35 – 40 (vol.)	225	23	[42]
Lin/Elium	Tissé 2x2	35 – 40 (vol.)	137.6	15.1	[42]
Lin/Elium/	Peau UD	-	120	24	
Balsa	Peau 2x2	-	90	11	[156]
(Sandwich)	âme	-	2.5	0.225	

L'autre observation de ce tableau est que les fractions volumiques des composites renforcés de fibres de lin sont relativement faibles comparées aux composites renforcés de fibres synthétiques. En effet, Shah et al. [157] ont montré à l'aide d'un modèle que le volume maximal théorique de fibres dans un composite renforcé de fibres naturelles était de 58.9 %. Poilâne et al. [154] mesurent pourtant des volumes de fibres supérieurs à 60 % et qui s'expliquent probablement par le fait que les fibres subissent un traitement chimique spécifique afin d'assurer l'efficacité de l'interface entre la résine et les fibres et de limiter la reprise d'eau des fibres. De plus des fils de lin à titrage variable (mesuré en tex) sont utilisés dans cette étude. Madsen et al. [158] ont observé que lorsque le volume de fibres augmente au-dessus de 50 %, la qualité du stratifié fabriqué était gravement détériorée car les fibres naturelles étaient mal imprégnées par la matrice. Ils ont observé des tâches non imprégnées de résine à la surface du stratifié. Dans un exemple extrême, un stratifié a été fabriqué avec un volume de fibres nominal de 61 %. Le volume de fibres mesuré n'a été cependant que de 51 % et avec une grande porosité de 17 %. En général, étant donné que la capacité de compaction des fibres végétales est inférieure à la capacité de compaction des fibres synthétiques, il s'ensuit que le volume de fibres maximale pouvant être obtenu dans les composites biosourcés est inférieur à celui des composites renforcés de fibres synthétiques. Ainsi, toute comparaison entre les propriétés maximales réalisables des deux types de composites doit tenir compte de la différence de volume de fibres maximale réalisable, ce qui est en défaveur des fibres végétales. Shah et al. [159] ont montré que les fibres végétales étaient moins compactables que les fibres synthétiques comme les fibres de verre. L'explication viendrait de la structure en faisceau des fibres techniques : La pectine encore présente entre les fibres élémentaires dans le faisceau limiterait cette capacité de compaction (Figure 26). De plus Fernandez et al. [88] ont également montré que des traitements chimiques à base de toluène et d'éthanol permettent de se séparer d'une grande partie de la pectine et autorisent alors un volume de fibres proche de 57 % (avec 4.8 % de porosité) dans un composite Lin/Epoxy, contre 44 % (avec 6.2 % de porosité) pour un composite dont les fibres n'ont pas subi de traitement particulier.

L'autre facteur est la surface davantage rugueuse des fibres naturelles comparées aux fibres synthétiques. Ainsi, l'énergie nécessaire à compacter les fibres naturelles est plus grande car les frottements entre les interfaces fibres/fibres lors de la compaction sont plus importants. À noter que la soie naturelle se compacte aussi aisément que la fibre de verre. En effet, le liant entre les fibres élémentaires de soie (la séricine [160]) disparaît plus facilement que la pectine dans le processus de fabrication et de plus, les fibres élémentaires de soie ont une forme triangulaire qui faciliterait la compaction à l'inverse des formes polygonales des fibres élémentaires libériennes. Le lin présente l'avantage d'être plus compressible que le chanvre, qui à son tour est plus compressible que le jute.

IV.2.3. Comportement mécanique des composites renforcés de fibres de lin sous chargement dynamique

Très peu d'études sont consacrées au comportement dynamique d'un composite Lin/Elium. Il a été montré que des études existent en quasi-statique, en impact basse vitesse mais aucune en dynamique. Les fibres de lin sont les fibres naturelles les plus couramment utilisées en dynamique en raison de leur grande disponibilité et de la maturité industrielle pour avoir des tissus unidirectionnels ou sergés. Par exemple, Hu et al. [161] étudient la sensibilité à la vitesse de déformation d'un composite de Lin/Epoxy en compression en utilisant le système de barre d'Hopkinson (*Split Hopkinson Pressure Bar - SHPB*). Les éprouvettes sont principalement de forme cylindrique dont le rapport d'élanement L/D est égal à 0.5 pour les essais dynamiques. Cette valeur est suggérée dans de nombreuses publications pour les composites polymères et les métaux [162]–[165] et introduite par Davis et Hunter [162]. Dans les travaux de Hu et al., le stratifié testé est $[+45,-45]_{20}$. Ainsi, les vitesses de déformation testées sont de 0.006 s^{-1} pour le quasi-statique, 0.06 s^{-1} , 0.6 s^{-1} , 1300 s^{-1} et 2200 s^{-1} pour le dynamique. Dans cette étude, la rupture est également analysée avec des observations MEB. Il a été observé qu'aucun résidu de matrice n'a pu être trouvé sur la surface des fibres arrachées après la rupture. Cette observation pourrait être attribuée à la faible adhérence entre la fibre naturelle hydrophile (fibre de lin dans cette étude) et la matrice époxy hydrophobe (Hu et al., 2019). D'après la littérature, les composites en fibres de lin ont des propriétés mécaniques faibles en compression par rapport à la traction. Cette différence peut être expliquée par les propriétés inhérentes à la compression plus faibles de la fibre de lin [136], [148], [166]. De plus, le vrillage prématuré dû aux défauts d'alignement des fibres dans le composite a également une influence sur les propriétés mécaniques des composites à fibres naturelles [148], [167]. Hu et al. [168] étudient également la sensibilité à la vitesse de déformation du Lin/Epoxy en compression en utilisant la technique SHPB. Dans ce travail, les échantillons sont cubiques $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$. Les vitesses de

déformation testées sont 0.003 s^{-1} , 500 s^{-1} , 1000 s^{-1} , 1800 s^{-1} et 2800 s^{-1} . Ils concluent que les FFRC conviennent aux applications où l'absorption d'énergie est nécessaire (par exemple, les applications automobiles). Wang et al. [169] étudient un composite stratifié Lin/époxy $[0,90]_n$ sous différentes vitesses de déformation (0.764 s^{-1} – 7.312 s^{-1} – 18.33 s^{-1} – 51.586 s^{-1} – 79.12 s^{-1} – 110.16 s^{-1} et 135.68 s^{-1}) avec une machine de traction hydraulique. En comparaison avec les matériaux classiques (comme le métal par exemple), les NFRC (*Natural Fiber Reinforced Composite*) sont non-uniformes et anisotropes. Par conséquent, la réponse à la traction des NFRC est affectée par certains facteurs : Les propriétés intrinsèques du matériau en tissu naturel, la possible distribution non homogène des contraintes dans les différents spécimens, les imperfections distribuées de manière aléatoire et la possible charge excentrique. La distribution de Weibull a été proposée pour analyser statiquement les résultats expérimentaux des composites FFRP. Les paramètres de Weibull obtenus indiquent que les résultats des essais dynamiques étaient plus dispersés que ceux des essais statiques. De plus, la résistance à la traction du FFRP dépend fortement de la vitesse de déformation.

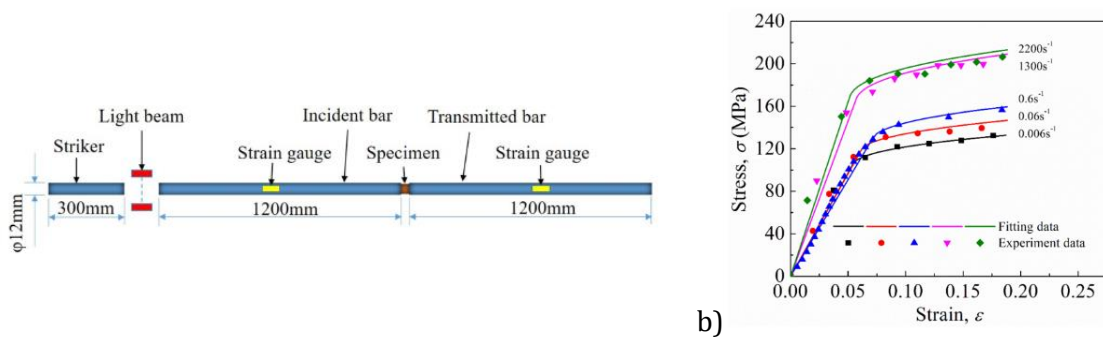


Figure 47 : a) Montage expérimental de barre d'Hopkinson ; b) Courbes contrainte-déformation avec modélisation par Johnson-Cook [161]

D'autres travaux étudient les matériaux sur tour de chute. Hussain Shah et al. [170], [171] étudient des composites Verre/Elium et Verre/Epoxy à l'impact en réalisant des essais sur une tour de chute.

Tableau 7 : Références bibliographiques d'essais en dynamique sur différents composites renforcés de fibres de lin

Composite	Tissu	Machines de caractérisation	Vitesses de déformation	Références
Lin/Epoxy	Tissé	Compression universelle	0.003 s^{-1}	[168]
		Compression SHPB	500 s^{-1} – 1000 s^{-1} – 800 s^{-1} – 2800 s^{-1}	
Lin/Epoxy	Tissé 2x2	Compression universelle	0.006 s^{-1} – 0.06 s^{-1} – 0.6 s^{-1}	[168]

		Compression SHPB	1300 s ⁻¹ – 2800 s ⁻¹	
Lin/Epoxy	Tissé 2x2	Traction hydraulique	0.764 s ⁻¹ – 7.312 s ⁻¹ – 18.33 s ⁻¹ – 51.586 s ⁻¹ – 79.12 s ⁻¹ – 110.16 s ⁻¹ – 135.68 s ⁻¹	[169]
Lin/Polyester	Tissé 2x2	Traction universelle	9 vitesses de 1 à 20 mm/min	[172]
Lin/PLA	Tissé	Traction universelle	0.000208 s ⁻¹ – 0.00208 s ⁻¹ – 0.00833 s ⁻¹	[173]
Lin/Epoxy	Tissé	Tour de chute	12.7 J – 14.1 J – 16 J	[174]
Lin/Epoxy	Tissé 2x2 et UD	Tour de chute	19.6 J – 44.6 J	[175]
Lin/PA11	Tissé UD	Traction universelle	60 mm/min	[176]
Lin/PLA	Tubes composites	Crash tests	61 kg : 4.2 m/s – 9.1 m/s	[177]
Lin/HDPE			290 kg : 1.9 m/s – 3.3 m/s	
Lin/PP	Tissé 2x2	Tour de chute	3 J – 6 J – 9 J – 12 J – 15 J	[178]
Lin/Epoxy				
Lin/Vinylester	Tissé 2x2	Traction universelle	2 mm/min	[179]
	Tissé 2x2	Tour de chute	7 – 8 ms ⁻¹ (12.25 J – 18.37 J – 24.5 J – 30.62 J – 36.65 J)	
Verre/Elium*	Tissé 3D	Tour de chute	10 J à 100 J	[170], [171]

*Cette étude ne concerne pas un composite renforcé de fibres de lin, mais utilise la résine Elium testé à l'impact en tour de chute.

IV.3. Modélisation multi-échelle des composites

IV.3.1. Module longitudinal du pli élémentaire

Dans la majeure partie des publications, la modélisation multi-échelle utilisant des fibres biosourcées utilisent une loi des mélanges classique (ou modèle de Voigt) pour obtenir le module longitudinal du pli élémentaire (noté E_l). En effet, Shah et al. [157], Qin et al. [180] ont montré que la loi des mélanges s'appliquait de façon très satisfaisante pour les composites renforcés de fibres naturelles [3].

$$E_l = V_f E_f + (1 - V_f) E_m \quad (1.4)$$

Cependant, il a été vu que les fibres naturelles peuvent être assujetties à une porosité importante. De plus, la porosité peut augmenter d'autant plus que le volume de fibres augmente. Pour prendre en compte la porosité (V_p) dans le composite, deux approches sont répertoriées [3] :

$$E_l = V_f E_f + (1 - V_f - V_p) E_m \quad \text{avec } V_f + V_m + V_p = 1 \quad (1.5)$$

Cette première approche ne prend pas en compte la porosité qui peut être présente dans les fibres naturelles. Ainsi, d'autres approches sont proposées [181] :

$$E_l = (V_f E_f + (1 - V_f) E_m) \times (1 - V_p)^\chi \quad (1.6)$$

Le volume de fibres est noté V_f , le volume de résine est noté V_m . E_f est le module des fibres et E_m est le module de la résine.

χ est considéré comme le facteur d'efficacité de la porosité. Certains travaux prêtent la valeur de $\chi = 1$ ou $\chi = 2$ [158], [181]–[184]. Un facteur d'efficacité de 2 est souvent utilisé pour décrire la baisse importante du module théorique longitudinal pour un volume de fibres supérieur à 0.5 [182]. Notons ensuite que la correction de porosité peut être appliquée à toutes les constantes mécaniques listées à la suite ainsi que la contrainte à rupture homogénéisée. C'est-à-dire qu'il est possible de calculer [181] :

- Module longitudinal du composite : $E_l' = E_l \times (1 - V_p)^\chi \quad (1.7)$

- Module transverse du composite : $E_t' = E_t \times (1 - V_p)^\chi \quad (1.8)$

- Module de cisaillement du composite : $G_{lt}' = G_{lt} \times (1 - V_p)^\chi \quad (1.9)$

- Contrainte à rupture du composite : $\sigma_R' = \sigma_R \times (1 - V_p)^\chi \quad (1.10)$

Certains auteurs adaptent la loi des mélanges pour prendre en compte la morphologie des fibres naturelles. Par exemple, Charlet [30] utilise la loi des mélanges avec un facteur de correction $\alpha = 0.32$ pour ajuster le module du composite avec les données expérimentales. Dans cette étude, est considéré un stratifié entier et non un pli élémentaire.

La formule de Voigt devient alors [185] :

$$E_l = \alpha V_f E_f + (1 - \alpha V_f) E_m \quad (1.11)$$

Pour $\alpha = 0.32$, cela veut dire que seulement un tiers des fibres jouent leur rôle dans le composite. Si seulement peu de fibres jouent leur rôle, se pose la question de la bonne imprégnation fibre/résine ou bien des défauts d'orientation des fibres. De la même manière une autre publication de Chalet et al. [116] utilisent une loi des mélanges classique sans coefficients correctifs.

Jagath et al. [186] utilisent le modèle de Halpin-Tsai avec le paramètre ξ qui permet de corrélérer données expérimentales et simulations et correspond à l'arrangement des fibres dans le composite et leur morphologie :

$$E_l = \frac{E_m(1 + \xi \eta V_f)}{1 - \eta V_f} \quad (1.12)$$

Les équations de Halpin-Tsai sont présentées en détail dans le Chapitre 3.

IV.3.2. Module transverse du pli élémentaire

Dans la direction transverse, le modèle de Reuss est couramment utilisé [3] :

$$E_t = \frac{E_f E_m}{E_f(1 - V_f) + E_m V_f} \quad (1.13)$$

Peu de travaux utilisent des approches basées sur l'homogénéisation multi-échelle pour calculer les propriétés mécaniques des composites biosourcés. Ces approches ont pourtant été bien développées pour les composites traditionnels. En effet, Samir et al. [187] présentent de nombreux modèles d'homogénéisation appliqués aux composites Verre/Epoxy. Les auteurs introduisent entre autres, le modèle de contiguïté dans la direction transversale qui prend en compte l'agencement des fibres dans la résine. Nous verrons que ce modèle est pertinent quand on utilise des fibres naturelles qui ont des géométries complexes et non régulières. Vannucci [188] recense également les différents modèles d'homogénéisation applicables aux composites mais ne fait pas de distinction entre les composites biosourcés et pétrosourcés. Espinach et al. [185] étudient différents modèles d'homogénéisation sur un composite biosourcé.

Cette étude conclue sur le fait que le modèle de Hirsch décrit correctement le module transverse des composites biosourcés. Ces modèles d'homogénéisation se situent à l'échelle du composite et non du pli élémentaire composite.

$$E_t = \beta(E_f V_f + E_m(1 - V_f)) + (1 - \beta) \frac{E_f E_m}{E_f(1 - V_f) + E_m V_f} \quad (1.14)$$

β est le paramètre qui détermine le transfert de contraintes entre les fibres et la matrice. Pour les fibres biosourcés, une valeur de $\beta = 0.4$ est couramment utilisés [189]-[191]. À noter que cette valeur de 0.4 concerne des composites où l'orientation des fibres n'est pas parfaite.

Enfin, le modèle de Halpin-Tsai-Pagano est intéressant dans la mesure où il prend en compte les fibres courtes avec le rapport $\xi = L/D$ [185], [192] :

$$E_t = \frac{3}{8} E_1 + \frac{5}{8} E_2 \quad (1.15)$$

Avec :

$$E_1 = \frac{1 + 2\xi\eta_l V_f}{1 - \eta_l V_f} E_m \quad (1.16)$$

$$E_2 = \frac{1 + 2\xi\eta_t V_f}{1 - \eta_t V_f} E_m \quad (1.17)$$

Et :

$$\eta_l = \frac{E_f/E_m - 1}{E_f/E_m + 2\xi} \quad (1.18)$$

$$\eta_t = \frac{E_f/E_m - 1}{E_f/E_m + 2} \quad (1.19)$$

Le modèle de Hopkins-Chamis a également été rencontré dans la littérature. Il a été utilisé par Baley et al. [128] à l'échelle de la fibre élémentaire de lin, mais peut également s'appliquer à l'échelle du composite (composé de plusieurs plis élémentaires UD) [193] :

$$E_t = E_m \left((1 - \sqrt{V_f}) + \frac{\sqrt{V_f}}{\left(1 - \sqrt{V_f} \left(1 - \frac{E_m}{E_f}\right)\right)} \right) \quad (1.20)$$

Tous ces modèles concernent les propriétés en quasi-statique mais aucune publication à notre connaissance ne fait le lien entre le quasi-statique et le dynamique. De plus, ce sont des modèles d'homogénéisation utilisés avec les composites conventionnels qui sont utilisés pour les composites biosourcés. La prise en compte du caractère biosourcé des fibres n'apparaît que par l'intégration de facteurs d'ajustement qui permettent de prendre en compte les défauts d'orientation des fibres ou l'aspect morphologique des fibres courtes.

IV.3.3. Contrainte à rupture

Concernant la contrainte à rupture du composite (noté σ_R), le modèle d'homogénéisation de la loi des mélanges est couramment utilisé. Pour correspondre avec les résultats expérimentaux, des facteurs correctifs sont appliqués [194] :

$$\sigma_R = \eta \times \sigma_{Rf} V_f + (1 - V_f) \sigma_m \quad (1.21)$$

Où σ_{Rf} est la contrainte à rupture des fibres et σ_m est la contrainte dans la matrice à la déformation à rupture des fibres. En effet, d'après l'hypothèse d'iso-strain dans le composite (Figure 97), nous avons $\varepsilon_f = \varepsilon_m$. Soit dans la partie élastique de déformation : $\frac{\sigma_f}{E_f} = \frac{\sigma_m}{E_m}$

D'où, $\sigma_m = \frac{\sigma_{Rf}}{E_f} \times E_f$ [3], [194].

Notons que le facteur correctif η peut être décomposé en deux facteurs distincts : $\eta = \eta_l \times \eta_o$. η_l correspond au facteur correctif pour la longueur des fibres et η_o correspond au facteur correctif pour l'orientation des fibres [127]. Le modèle d'homogénéisation de Voigt fonctionne bien en traction dans la direction longitudinale des fibres. D'autres publications utilisent le modèle d'homogénéisation de Reuss pour prédire la contrainte à rupture transverse du composite [181]:

$$\sigma_R = \frac{\sigma_{Rf} \sigma_{Rm}}{\sigma_{Rf}(1 - V_f) + \sigma_{Rm} V_f} \quad (1.22)$$

L'utilisation de ce modèle nécessite de connaître la contrainte à rupture transverse des fibres élémentaires. Si le module transverse peut être déduit, il persiste toujours des difficultés à obtenir une valeur de la contrainte à rupture dans la direction transversale.

Conclusion du chapitre

L'étude bibliographique a permis d'identifier les verrous liés à la caractérisation expérimentale des matériaux biosourcés étudiés dans cette thèse. Premièrement, à l'échelle microscopique, au niveau de la fibre, beaucoup d'inconnus persistent sur comment caractériser la variabilité de la morphologie et des propriétés des fibres élémentaires. Ces verrous sont :

- Une compréhension exhaustive des mécanismes de déformation au sein de la fibre lors d'un essai de traction.
- Une compréhension de la provenance des fortes variabilités et identifier les leviers d'action pour diminuer cette variabilité et produire des fibres plus homogènes.

L'analyse bibliographique a montré que les principaux essais de traction sont réalisés en régime quasi-statique (0.0017 s^{-1}). Concernant les essais de vitesses à l'échelle de la fibre, les plages de vitesses étudiées sont faibles. Il est donc important d'élargir la plage d'étude et de réaliser des essais à plus grandes vitesses de déformation, notamment en dynamique.

Enfin, à l'échelle macroscopique du composite, il a été montré que d'une part, en testant un composite biosourcé, il existe encore des phénomènes intrinsèques qui échappent à la compréhension :

- Notamment sur le phénomène de « genou » qui n'est pas présent en testant un composite renforcé de fibre de verre qui est dû au comportement propre des fibres naturelles en traction.
- Des propriétés très faibles des composites dans la direction transverse, dues aux propriétés mécaniques très faibles des fibres dans la direction transverse et encore peu caractérisées expérimentalement
- L'effet de la vitesse de déformation sur les composites biosourcés et également sur les résines biosourcées qui reste peu documenté.
- Comment la microstructure des fibres et l'interface fibre/matrice vont influencer sur le comportement mécanique du composite. Ainsi, quels sont les facteurs pertinents sur lesquels nous pouvons agir pour obtenir un composite biosourcé de qualité.

D'après (Baley, 2014 [23]), les questions restant à soulever sur les biocomposites sont :

- **Les propriétés des fibres (origine, reproductibilité, paramètres pertinents).**
- L'extraction, la présentation des fibres et la transformation du composite en respectant les parois cellulaires.
- La dispersion des fibres dans un polymère pour réaliser un matériau composite performant (maîtrise de la dispersion et de l'orientation, du mouillage, de la liaison fibre/matrice...), durable, et avoir une réflexion sur le matériau en fin de vie.
- **Développer des approches multi-échelles et pluridisciplinaires.**
- La cohérence de l'usage des fibres végétales comme renfort (choix du polymère, du processus de fabrication...) et l'étude du recyclage couplée avec le vieillissement.

En conclusion, l'étude bibliographique a mis en évidence le manque de données concernant l'approche multi-échelle du comportement quasi-statique et dynamique du composite à l'échelle Lin/Elium. L'absence de données liées à la sensibilité à la vitesse de ce type de composite pilote nos recherches pour répondre à cette problématique. Nous proposons ainsi une étude sur l'effet de la vitesse de déformation à l'échelle de la fibre élémentaire et du composite renforcé de fibres de lin.

Chapitre 2

Caractérisation expérimentale et modélisation de la fibre au faisceau

Introduction

Dans ce chapitre, la Partie 1 est dédiée à la caractérisation mécanique à l'échelle de la fibre élémentaire en se basant sur une analyse multi-échelle approfondie. Les fibres utilisées sont des fibres de lin et elles ont été fournies gracieusement par EcoTechnilin. L'objectif principal est d'abord de **quantifier les effets de vitesse sur les propriétés mécaniques des fibres élémentaires**. Afin de mieux comprendre l'origine des mécanismes activés à différentes échelles et mis en jeu lors des essais de traction à différentes vitesses, des études complémentaires sont menées pour caractériser très finement la microstructure de la fibre. Cette microstructure nous induit à considérer la fibre élémentaire comme un bio-composite. Ensuite, les résultats et conclusions sur les effets de vitesse à partir d'essais de traction seront présentés en se focalisant sur la grande variabilité des propriétés mécaniques à cette échelle microscopique. Les analyses seront détaillées pour une seule vitesse afin de ne pas alourdir le manuscrit. La Partie 2 présente un premier modèle analytique multi-échelle intégrant les effets de vitesse et un modèle d'homogénéisation du nanoscopique au microscopique obtenue par plans d'expériences numériques. Ce dernier modèle analytique sera confronté aux essais de traction réalisés à l'échelle des fibres élémentaires et permettra d'affiner la valeur des paramètres pris en compte dans le modèle d'homogénéisation. Par exemple :

- La composition théorique en bio-molécules des fibres élémentaires.
- L'angle microfibrillaire théorique des fibres élémentaires.
- Un calcul analytique du module transverse de la fibre élémentaire qui sera comparé aux valeurs de la littérature.

Globalement, le modèle par plan d'expérience permettra de connaître les facteurs les plus influents sur les propriétés mécaniques des fibres élémentaires pour, à plus long terme, savoir sur quels éléments de la fibre élémentaire il faut jouer pour optimiser les propriétés mécaniques.

Partie 1 : Caractérisation morphologique et effet de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des fibres élémentaires

I. Étude morphologique

I.1. Méthodes d'observations

I.1.1. Microscope optique et coupes histologiques

Ces mesures morphologiques permettent de caractériser la forme des fibres et de comprendre la structure interne du lumen. Pour produire les sections (ou coupes histologiques), les faisceaux de fibres sont perméabilisés 15 minutes dans du toluène et confinés ensuite dans de la paraffine. Lorsque le bloc solide de paraffine est obtenu, des sections de 7 μm d'épaisseur sont réalisées avec un microtome Leica RM 2035. La paraffine est soigneusement éliminée par trois lavages au toluène de 5 minutes et déshydratée par trois lavages à l'éthanol à 100 % de 5 minutes. Pour colorer la cellulose des fibres, le procédé consiste en 30 secondes au bleu de toluidine pour révéler la géométrie des fibres de lin. Les observations directes sont réalisées avec un microscope Nikon Eclipse E600 et une caméra Digital Sight DS-Fi1. Les surfaces des fibres et des lumens sont mesurées avec la technique multi-points avec le logiciel NIS-Element (contrôleur de caméra). L'unité d'affichage est en pixel [px] et le rapport entre pixel et micromètre avec cet équipement est de 500 px = 85 μm (grossissement x400).

I.1.2. Microscope électronique à balayage (MEB)

Les seconds types d'observations ont été réalisées avec un MEB pour pouvoir observer une fibre dans son intégrité ou les fibres imbriquées dans la résine sans se limiter à l'observation de sections. Les observations se font à l'aide d'un microscope électronique à balayage Quanta 250 FEG (FEI 190 Company, Eindhoven, Pays-Bas) à une tension d'accélération des électrons de 10 kV. Les fibres sont montées sur des supports cylindriques adaptés au MEB en aluminium, et revêtus par pulvérisation d'un alliage or-palladium (20/80 % en poids) à l'aide d'un dispositif de pulvérisation Hummer JR (Technics, CA, USA).

I.2. Observations multi-échelles

I.2.1. Observations à l'échelle de la tige de lin

Avant de réaliser des observations à l'échelle des fibres élémentaires, des observations morphologiques sont réalisées à l'échelle de la tige (Figure 48). Le but de ces images est d'identifier où sont issues les fibres élémentaires dans la tige et d'avoir un aperçu global d'une

tige de lin. Les images nous révèlent que les fibres libériennes utiles pour les composites sont seulement en périphérie de la tige, et se composent de 20 – 50 faisceaux (ou fibres techniques). Ces faisceaux se situent entre le cambium et l'épiderme. Le cambium peut également être observé sur l'image d). La tige dans le champ peut ainsi être assimilée à une structure tubulaire renforcée par les fibres techniques en périphérie qui la rende résistante à la verse [74].

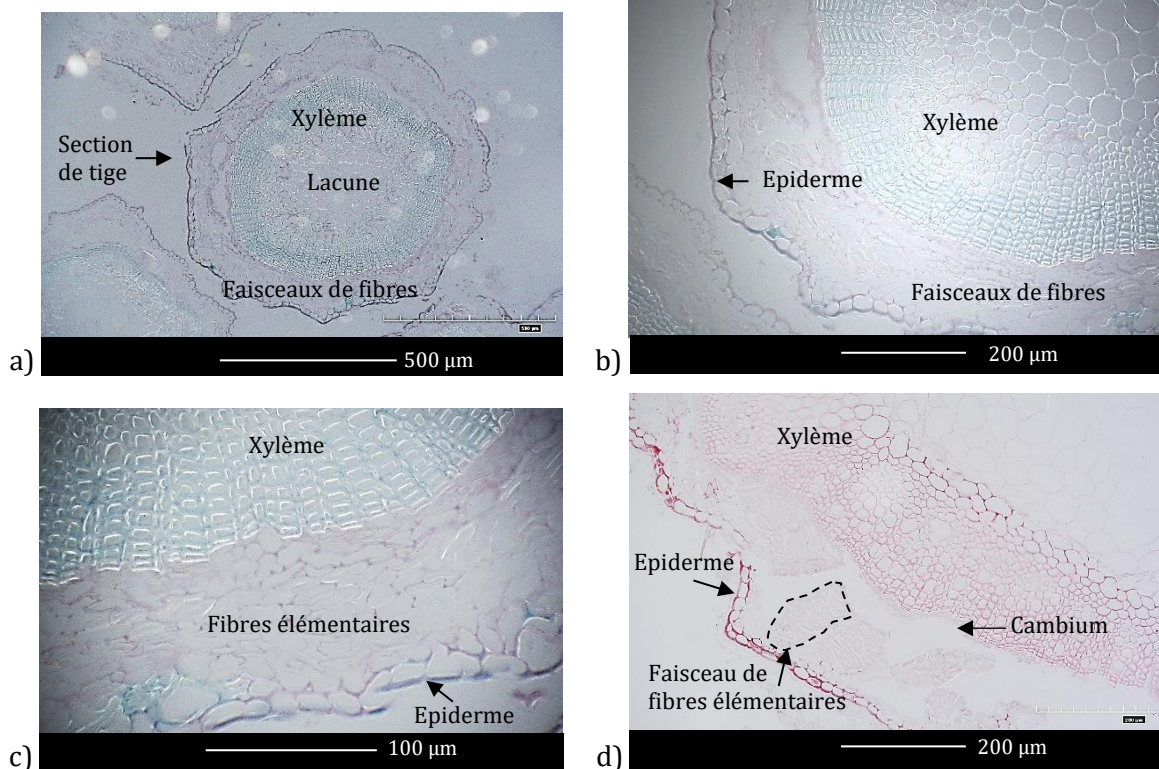


Figure 48 : Coupes histologiques d'une tige de lin après rouissage - ZOOMS successifs sur la structure interne - Mise en évidence de la structure tubulaire avec les fibres techniques en périphérie

I.2.2. Observations à l'échelle de la fibre élémentaire

Une meilleure observation des fibres est réalisée en appliquant le procédé précédent à un composite lin/Elium. Les observations suivantes sont ainsi réalisées à partir de sections faites sur le composite Lin/Elium. Ces observations permettent de zoomer sur la microstructure des fibres élémentaires d'un faisceau de fibres. En effet, une lame diamant a été utilisée pour effectuer ces sections sur le stratifié [0]₁₂, ce qui donne des données complémentaires sur la microstructure des fibres élémentaires.

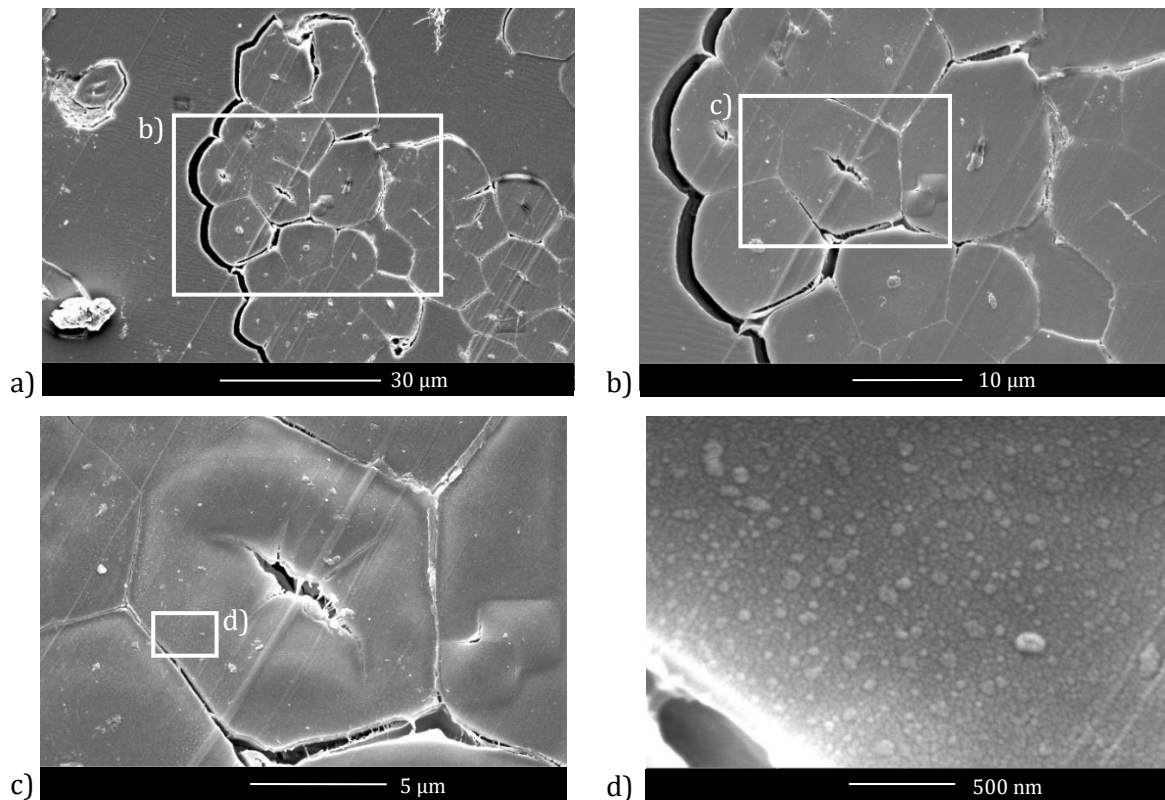


Figure 49 : a) et b) Sections lisses d'un faisceau dans la résine Elium ; c) et d) Zooms sur une fibre élémentaire de forme hexagonale. Mise en évidence de la lamelle moyenne et des microfibrilles de cellulose

Sur la Figure 49 b), on observe les microfibrilles de cellulose qui sont, rapellons-le, des faisceaux de nanofibrilles. Cette image permet également de calculer le diamètre apparent des microfibrilles. Des mesures automatiques sur quatre sections de fibres élémentaires ont été réalisées à l'aide du logiciel ImageJ. Remarquons que les lignes parallèles apparentes correspondent aux passages de l'outil de coupe diamant pour réaliser les coupes lisses et les coupes histologiques.

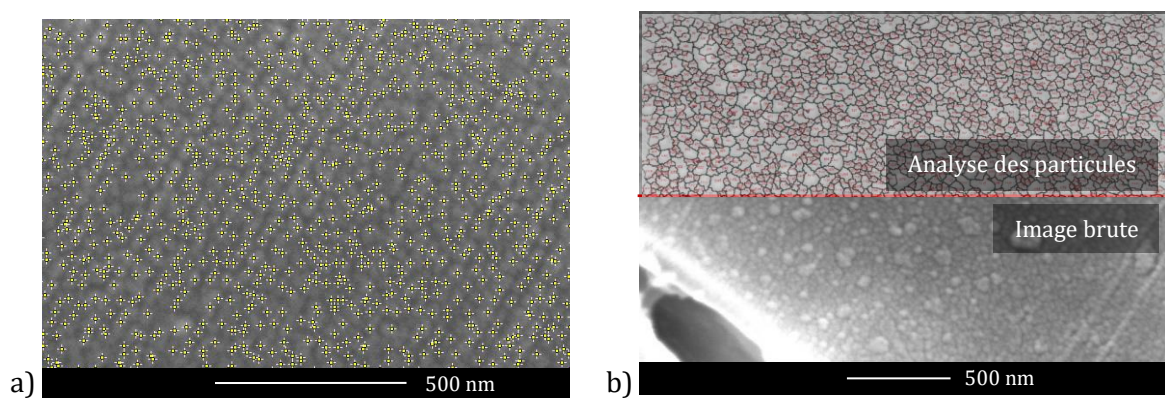


Figure 50 : Mesures automatiques des microfibrilles : a) Reconnaissance des extrema ; b) Frontières des microfibrilles de cellulose dans une fibre élémentaire

Tableau 8 : Mesures des diamètres apparents des microfibrilles pour quatre fibres élémentaires

	Nombre de microfibrilles analysées	Diamètre apparent moyen [nm]	Ecart type sur les diamètres apparents [nm]
Fibre 1	3200	29.4	15.6
Fibre 2	3251	31.9	12.3
Fibre 3	2808	34.4	14.0
Fibre 4	1264	33.4	13.6

Ces valeurs moyennes sont cohérentes par rapport à la littérature [99], [114], [115].

I.2.3. Étude morphologique des diamètres des fibres et des lumens

Le lumen est un vide dans la géométrie de la fibre qui pourrait diminuer les propriétés mécaniques [5]. Dans cette partie, on étudiera s'il existe une relation entre le diamètre apparent de la fibre et le diamètre apparent de la lumière. L'analyse de la littérature met en évidence la variabilité du diamètre et de la forme le long de la fibre et son influence sur les propriétés mécaniques des fibres élémentaires [3]. Ces observations se retrouvent également dans les observations microscopiques ci-après :

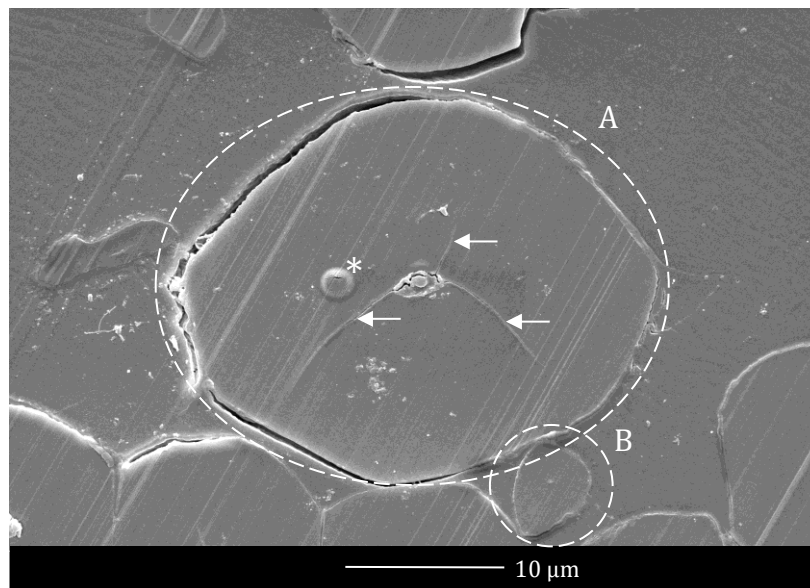


Figure 51 : Coupe lisse du composite - Variation des diamètres des fibres élémentaires

Sur la Figure 51, il est observé deux fibres élémentaires moyennes ayant une section très différente. La fibre A a une section de $532.3 \mu\text{m}^2$ et un diamètre apparent de $26.1 \mu\text{m}$. La fibre B a une section de $21.4 \mu\text{m}^2$ et un diamètre apparent de $5.2 \mu\text{m}$. Il est notamment intéressant de noter que le lumen de la fibre A a une section de $3.3 \mu\text{m}^2$ ce qui représente 0.6 % de la section de la fibre. Alors que le lumen de la fibre B est quasiment inexistant. Attention, dans ce cas présent de l'observation de la Figure 51, le lumen a été comblé par la résine Elium, ce qui peut donner un écart de mesure de la surface vraie du lumen. Les flèches pointent vers des défauts de la fibre

et des amorces de rupture provenant du lumen. Cette observation va dans le même sens que l'augmentation des probabilités de défauts pour les fibres à plus grands diamètres. Cette présence illustrée de défauts ferait que les fibres les plus larges ont une moins bonne résistance [30], [104]. Remarque, le défaut identifié par la note * sur l'image est la mise au point du MEB sur la fibre.

Lors des essais de traction, il est considéré que la fibre de lin est circulaire à section pleine. Or, en réalité, les fibres ont un lumen central. Ce lumen a un effet négatif sur les propriétés mécaniques car il constitue un vide central. Pour étudier la relation entre la section de la fibre et la section du lumen, des sections histologiques aléatoires sont sélectionnées. Les surfaces sont observées avec le microscope Nikon Eclipse E600, et les dimensions sont mesurées en micromètres avec le logiciel NIS-Element L. Les coupes histologiques (Figure 52) permettent une bonne visualisation de la morphologie des fibres de lin. La question est de savoir s'il existe une relation de proportionnalité entre la surface d'une fibre et celle du lumen. Les coupes histologiques ont été réalisées dans des prismes de paraffine, puis colorées au bleu de toluidine. La paraffine ne se colore pas, ce qui permet d'identifier la section du lumen dans la fibre élémentaire.

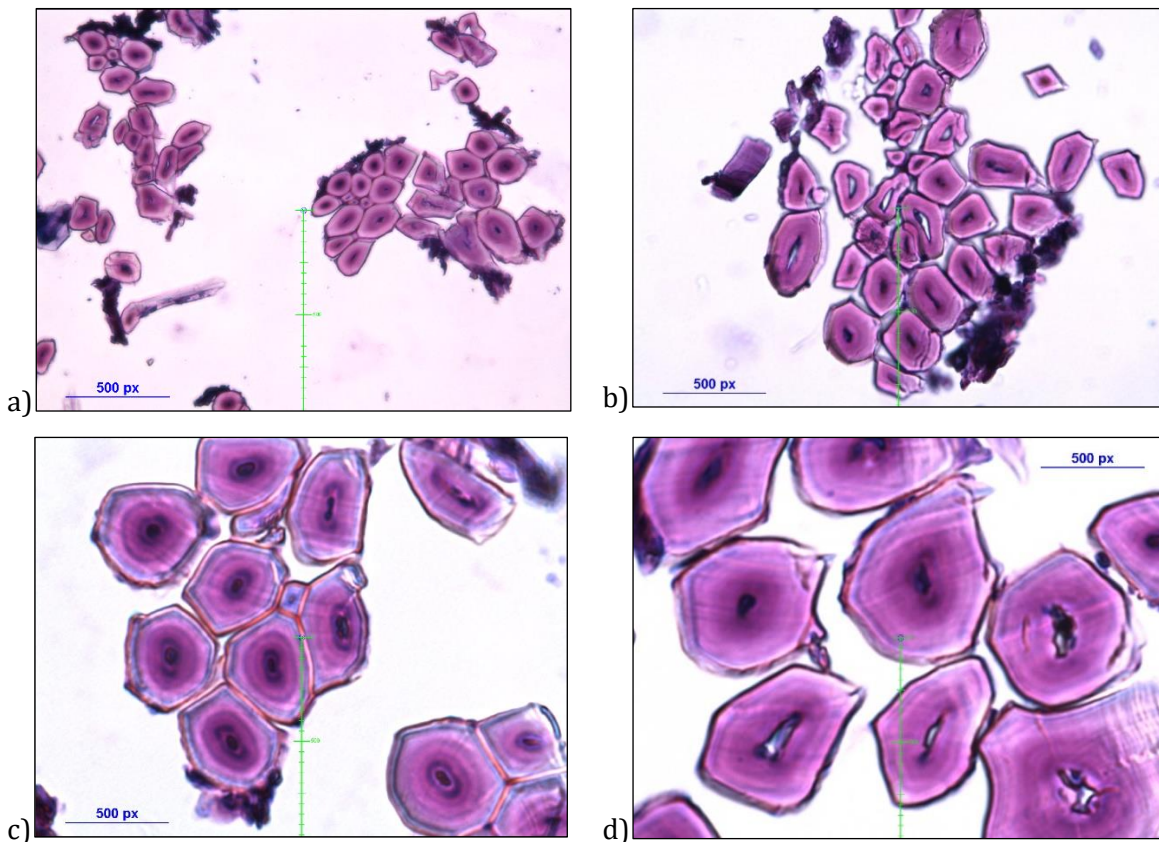


Figure 52 : Coupes histologiques de faisceaux de fibres : a) et b) x400 ; c) et d) x1000 - 500 px = 85 μ m au grossissement x400 et 500 px = 34 μ m au grossissement x1000.

Avec les coupes histologiques obtenues, des mesures sont faites sur une centaine de fibres élémentaires pour voir s'il y a une relation entre la surface de la fibre et celle de son lumen. Les résultats sont illustrés dans la Figure 53 :

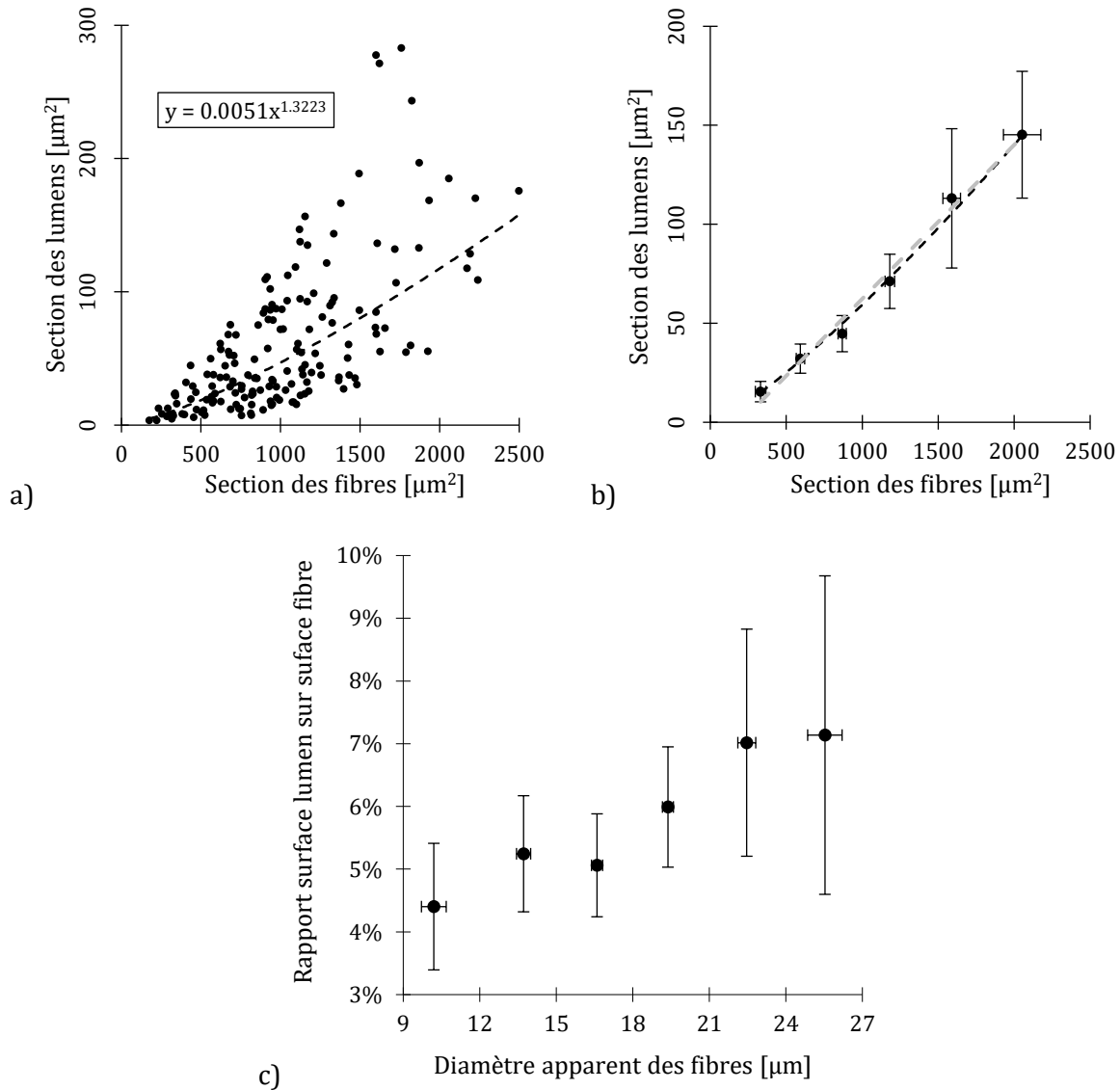


Figure 53 : Étude des sections des lumens des fibres élémentaires : a) Section des lumens en fonction des diamètres des fibres ; b) Section des lumens en fonction des diamètres des fibres, moyennes regroupées (Trait pointillé noir : régression puissance – Trait pointillé gris : régression linéaire) ; c) Porosité en fonction des diamètres apparents

De la figure c), il est possible d'exprimer la porosité en fonction du diamètre apparent des fibres. Le diamètre apparent et la porosité de la fibre sont définis par :

$$p = \frac{A_{\text{lumen}}}{A_{\text{fibre}}} \quad (2.1.1)$$

$$d_{\text{app}} = \sqrt{\frac{4 \times A_{\text{fibre}}}{\pi}} \quad (2.1.2)$$

En faisant l'hypothèse et l'approximation qu'une régression linéaire permet de corroborer les résultats de la Figure 53 c) : $p = \frac{A_{\text{lumen}}}{A_{\text{fibre}}} \approx A \times d_{\text{app}}$

Enfin la question se pose si une régression puissance ou linéaire permet de corroborer les résultats de la Figure 53 b) :

Tableau 9 : Régressions des données expérimentales entre la surface du lumen et la surface de la fibre (Figure 53 c)

Régression	Equation	Coefficient corrélation
Linéaire	$0.078 \times A_{\text{fibre}} - 15.429$	$R^2 = 0.989$
Puissance	$0.011 \times A_{\text{fibre}}^{1.239}$	$R^2 = 0.995$

Les valeurs de porosité mesurées dans cette étude à l'échelle de la fibre élémentaire et de son lumen sont en accord avec les valeurs relevées dans la littérature et notamment dans la revue bibliographique de Richely et al. [89].

II. Essais de traction à différentes vitesses de déformation sur fibres élémentaires

II.1. Matériaux et méthode

II.1.1. Essais de traction

La fibre testée est sélectionnée à partir d'étoupes fournies par EcoTechnilin. À cette échelle, les fibres de lin sont testées en traction sur un montage adapté (Figure 54). Le protocole d'essais répond aux normes NF T 25-501-2 : dans un premier temps, l'étoupe est nettoyée puis séchée en étuve 24 h à 40 °C. Ensuite, les fibres élémentaires de quelques centimètres sont délicatement extraites de l'étoupe et collées entre deux supports en papier de verre avec du cyanoacrylate. Ce support permet d'éviter le glissement dans les mors. Ainsi, la longueur de référence L_0 est de 10 mm. Pour tester l'effet de la vitesse de déformation sur les fibres, trois vitesses de déformation sont étudiées : 0.0017 s^{-1} , 0.017 s^{-1} et 0.17 s^{-1} . Ces vitesses correspondent à des vitesses de translation de la traverse de 1 mm/min, 10 mm/min et 100 mm/min. La dernière vitesse de déformation peut être considérée comme la vitesse limite dans le domaine quasi-statique, ou plutôt à ce niveau pseudo-statique.

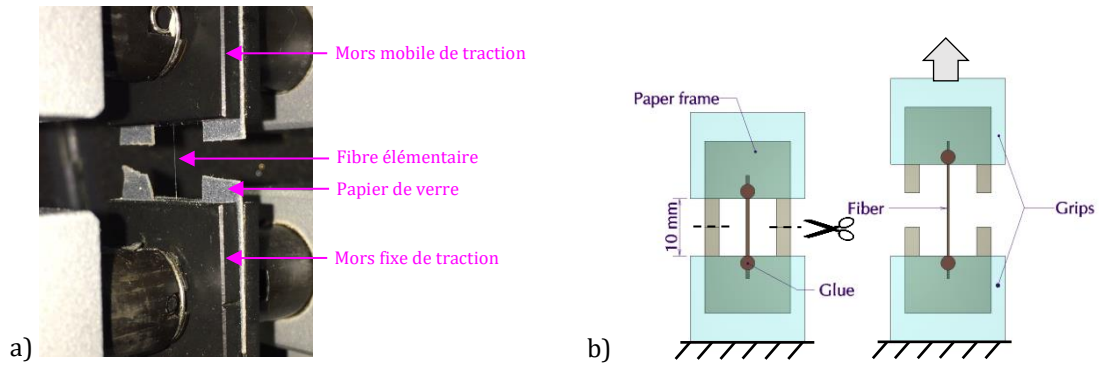


Figure 54 : a) Montage expérimental, essai de traction sur fibre élémentaire ; b) Protocole d'essai de traction

II.1.2. Mesure des diamètres des fibres

Une autre question concerne la mesure du diamètre de la fibre de lin. En effet, pour calculer la contrainte dans la fibre, il faut pouvoir connaître la section. Certain travaux et la norme NF T 25-501-2 préconisent de mesurer trois ou cinq points de diamètre au microscope le long de la longueur utile, puis de réaliser la moyenne [81]. Or, comme l'attestent certain travaux [81], [116] et selon la Figure 55, le diamètre d'une fibre de lin n'est pas constant, avec de fortes variations. De plus, la rupture ne se produit pas nécessairement au diamètre le plus fin ou le plus gros. Il d'ailleurs préconisé de mesurer le diamètre de la fibre au niveau du faciès de rupture.

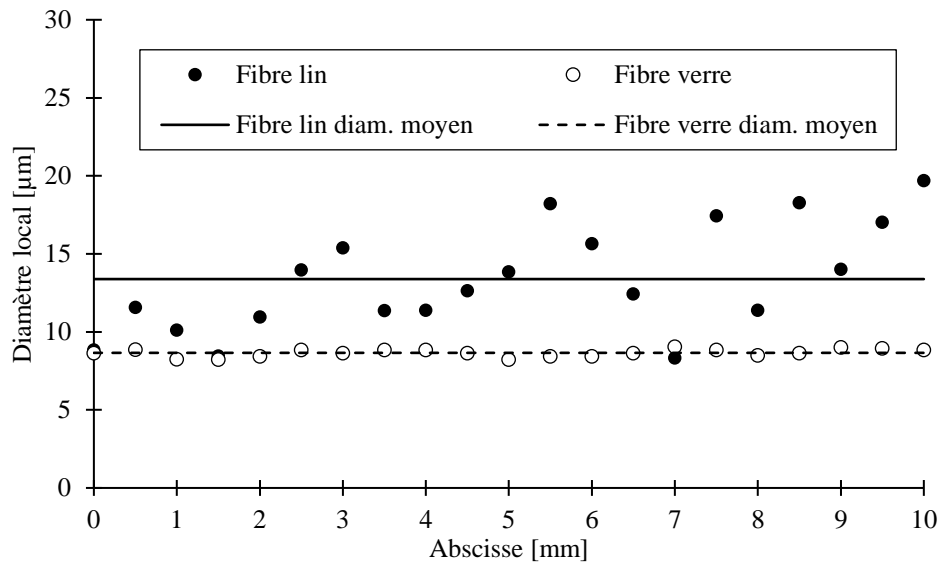


Figure 55 : Diamètre d'une fibre de verre et diamètre d'une fibre de lin sur plusieurs points le long de la longueur de référence et diamètres moyens calculés

II.2. Résultats

II.2.1. Courbes contrainte-déformation

La courbe typique de traction obtenue pour les fibres élémentaires testées peut être divisée en plusieurs parties (Figure 56 et Figure 62). Cette non-linéarité globale du comportement en traction de la fibre peut être expliquée par une réorientation des microfibrilles de cellulose (angle microfibrillaire ou AMF) pendant les tests de traction comme décrit dans les Figure 23 et Figure 32. Cette partie sera discutée dans la Partie 2. Les essais de traction sur les fibres élémentaires de lin sont principalement de type I et de type III selon la classification décrite par Placet et al. (Figure 31), avec une augmentation de la rigidité pendant le chargement après un point d'inflexion i . Le module de traction est mesuré comme la pente finale de la courbe de traction avant la rupture. La notion d'angle micro fibrillaire est importante pour les fibres végétales et le phénomène observé lors de l'essai de traction et le réalignement des microfibrilles. Ceci explique le comportement hyper élastique et l'augmentation de la rigidité des fibres élémentaires en traction.

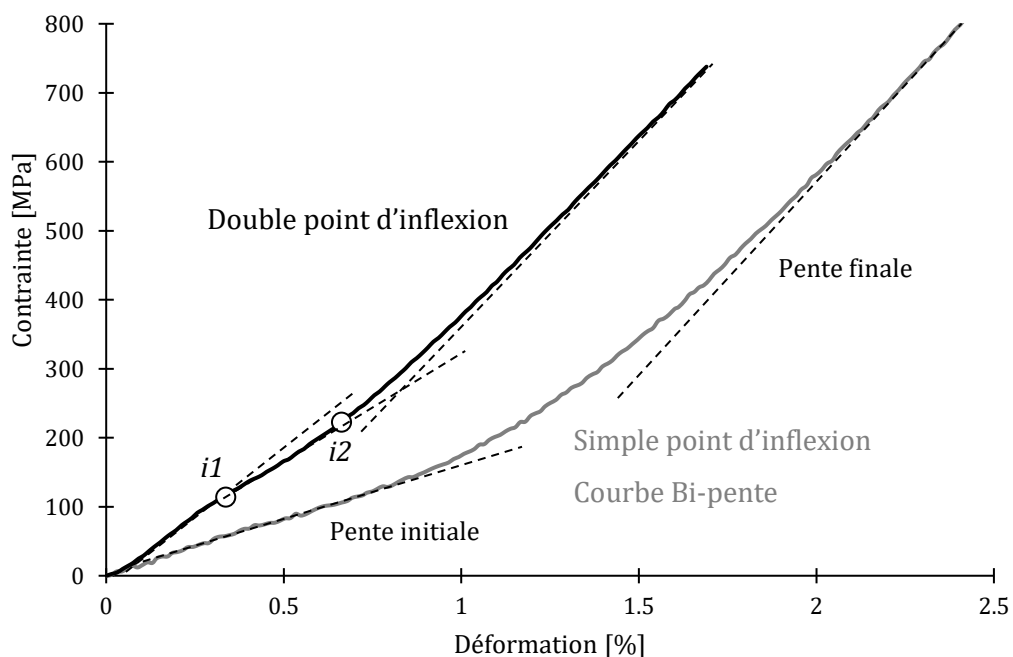


Figure 56 : Courbes typiques sur fibres de lin. Simple point d'inflexion et double points d'inflexion

La question peut se poser sur la façon dont évolue l'angle microfibrillaire lors de l'essai de traction. S'il est compliqué de mesurer l'angle durant la déformation avec nos moyens d'essais, il est possible d'étudier l'évolution de la pente locale durant les essais de traction. Sur la Figure 57, il est observé une évolution quasi-linéaire de la pente locale en fonction de la déformation de la fibre élémentaire. Chaque point de la courbe de la Figure 57 correspond à la moyenne des pentes mesurées à une déformation donnée sur les courbes de traction des fibres élémentaires

soit sur 71 courbes. L'écart-type est aussi calculé pour chacun de ces points. Comme le module évolue linéairement avec la déformation alors on peut se demander si l'angle microfibrillaire évolue également linéairement en fonction de la déformation.

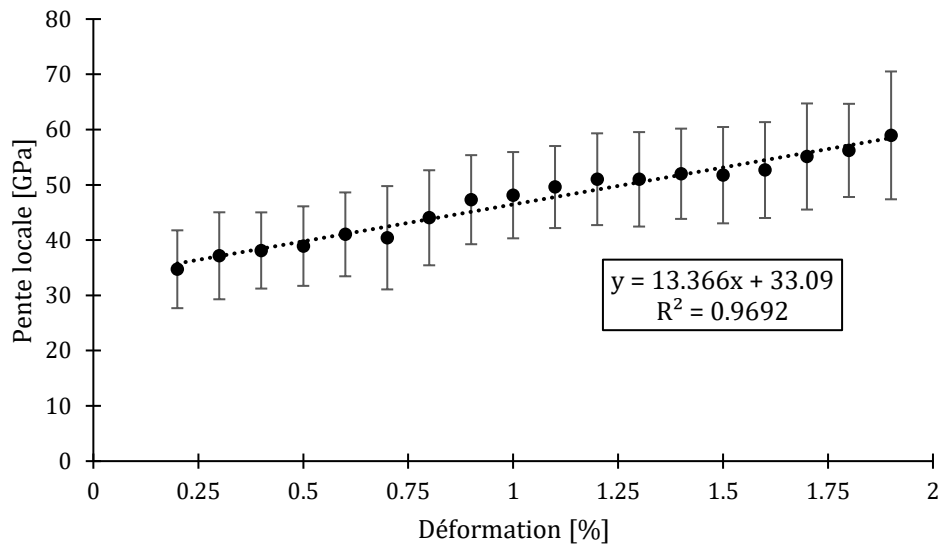


Figure 57 : Mesure des pentes locales lors des essais de traction

Toutes les fibres testées présentent cette non-linéarité décrite précédemment. En revanche, pour une majorité des fibres, il est observé un unique point d'inflexion et pour certaines sont observés deux points d'inflexion comme décrit dans la Figure 31.

II.2.2. Effet de la vitesse de déformation en traction

L'objectif spécifique est d'évaluer l'effet de la vitesse de déformation sur les propriétés de traction. Peu de publications existent à ce sujet et les seules traitant du sujet ne testent qu'à de faibles vitesses de déformation. Dans cette étude, trois vitesses de déformation sont testées : 0.0017 s^{-1} , 0.017 s^{-1} et 0.17 s^{-1} .

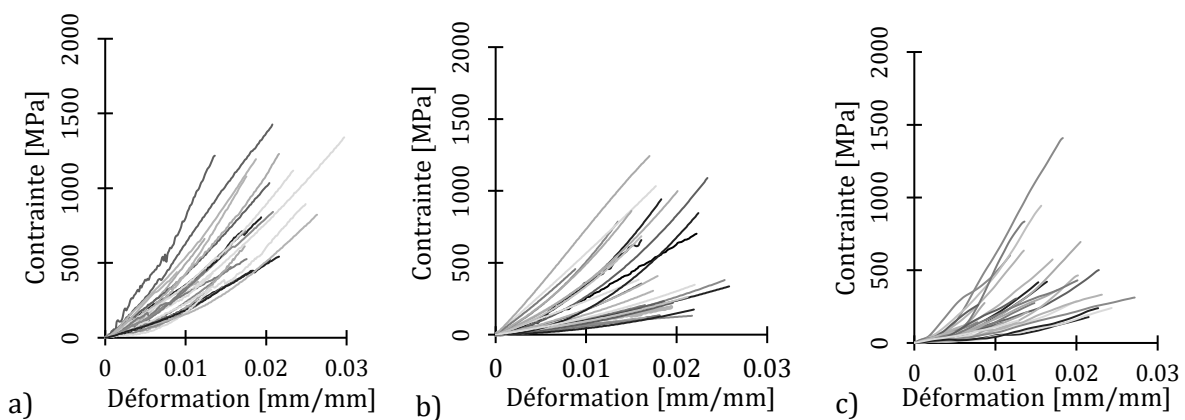


Figure 58 : Courbes contrainte-déformation sur fibres élémentaires de lin : a) 0.0017 s^{-1} ; b) 0.017 s^{-1} ; c) 0.17 s^{-1}

Les courbes contraintes-déformation pour les trois vitesses de déformation sont tracées sur la Figure 58 et les propriétés mécaniques et les diamètres moyens sont résumés dans le Tableau 10.

Tableau 10 : Résultats des propriétés mécaniques des essais de traction sur les fibres élémentaires à différentes vitesses de déformation. Valeurs moyennes et écarts-types entre parenthèses

Vitesse de déformation [s ⁻¹]	Contrainte à rupture [MPa]	Module long. final [GPa]	Module long. initial [GPa]	Déformation à rupture [%]	Diamètres moyens [μm]	Tests exploitables
0.0017	754.1 (349.81)	60.1 (28.0)	37.2 (14.9)	1.6 (0.4)	16.14 (3.96)	26
0.017	532.7 (319.1)	39.86 (23.96)	21.8 (15.9)	1.8 (0.6)	15.04 (5.20)	33
0.17	358.0 (198.9)	35.0 (20.6)	16.3 (12.9)	1.6 (0.6)	15.49 (5.11)	26

II.2.3. Discussion

Dans un premier temps, on peut observer que l'augmentation de la vitesse de déformation affecte les propriétés mécaniques des fibres élémentaires : La contrainte à rupture et le module longitudinal diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Ces observations corroborent les données trouvées dans la littérature. En revanche, la déformation à rupture ne semble pas affectée par la vitesse de déformation. Sur la Figure 59 sont tracées les propriétés mécaniques en fonction de la vitesse de déformation. Il semblerait alors que le module longitudinal et la contrainte à rupture semble converger vers une valeur plateau. Sur la Figure 64 a) il est observé qu'il y a une proportionnalité entre le module longitudinal et la contrainte à rupture. Les barres d'erreur sont tracées en utilisant l'intervalle de confiance : $CI = t_{2.5\%}^{n-1} \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$. Avec σ l'écart-type et n la population des tests. $t_{2.5\%}^{n-1}$ est le facteur de Student pour chaque population déterminée avec une table de quantile, pour une confiance de 95 % avec $n-1$ degrés de liberté. Pour présenter les résultats, les vitesses de déformation sont normalisées par la vitesse de déformation initiale $\dot{\epsilon} = 0.0017 \text{ s}^{-1}$. Sur la Figure 59 sont également tracés les résultats expérimentaux de Chalet et al.

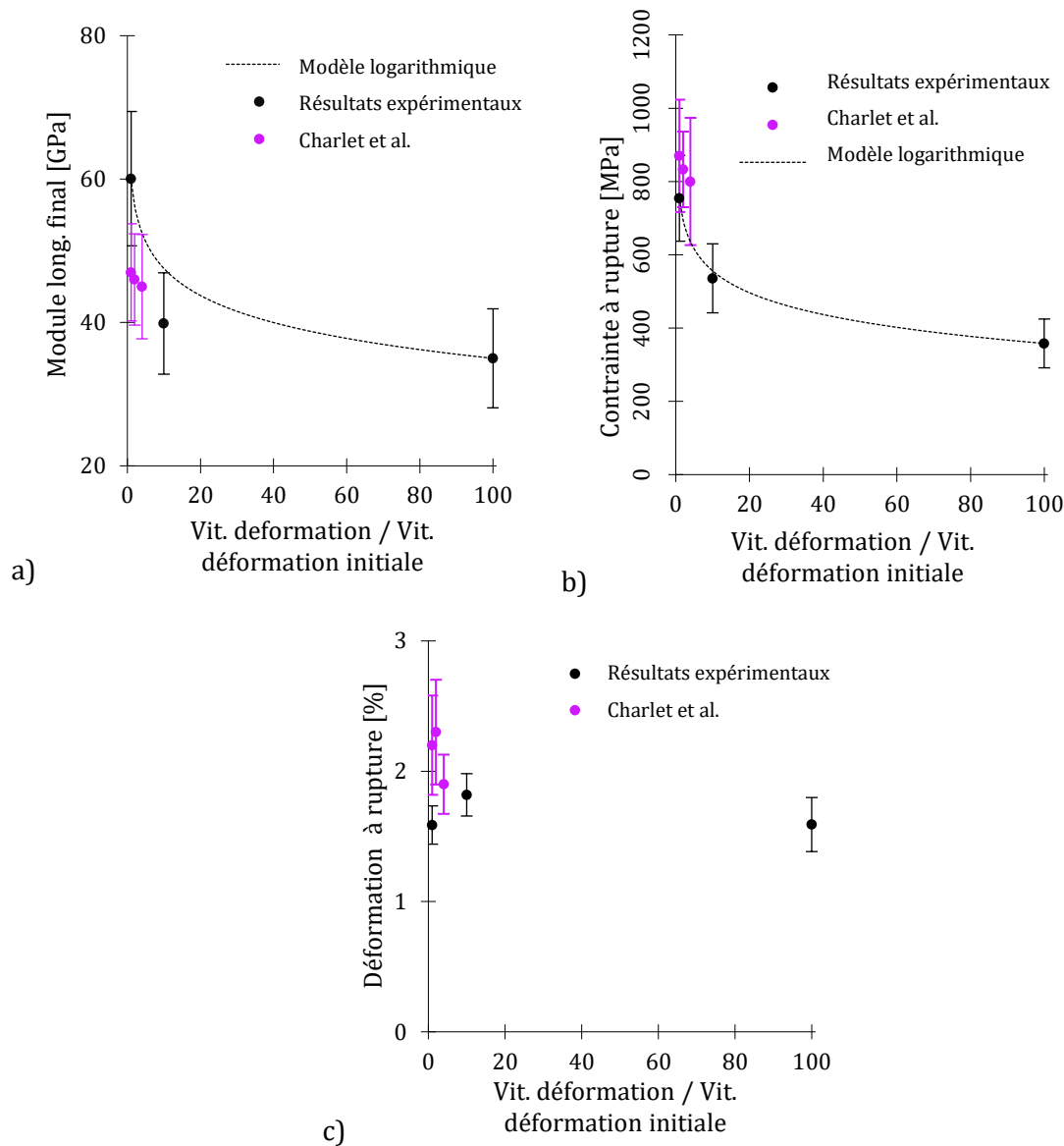


Figure 59 : Propriétés en traction et sensibilité à la vitesse de déformation : a) Module de traction ; b) Contrainte à rupture ; c) Déformation à rupture

En accord avec nos données expérimentales, et rapportées dans la littérature pour les fibres élémentaires [135], l'expression logarithmique est utilisée pour modéliser la sensibilité à la vitesse de déformation de la fibre élémentaire. Cependant, pour la fibre de élémentaire lin, il peut être observé expérimentalement une diminution des propriétés mécaniques comme rapporté également par plusieurs auteurs [30], [130], [131], [133]. L'équation (2.1.3) prend en compte la diminution du module de traction lorsque la vitesse de déformation augmente (Figure 59). La normalisation de la vitesse de déformation par $\dot{\epsilon}_0 = 0.0017 \text{ s}^{-1}$ permet de calculer le coefficient A et le coefficient B : Le coefficient B est calculé pour $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0$. Par conséquent, $B = E_1(\dot{\epsilon}_0) = 60.1 \text{ GPa}$. Et le coefficient A est calculé pour $\dot{\epsilon} = 0.17 \text{ s}^{-1}$. Ainsi, $A = -5.44$.

$$E_1(\dot{\epsilon}) = A \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right) + B \quad (2.1.3)$$

Cette équation modèle est tracée dans la Figure 59 a) avec les données expérimentales. Pour $\dot{\epsilon} = 0.017 \text{ s}^{-1}$, le module de traction théorique est calculé à 47.5 GPa. Avec la valeur expérimentale à 0.017 s^{-1} , l'erreur calculée est égale à 16.1 %.

De la même, il peut être fait ce cheminement pour la contrainte à rupture : Le coefficient D est calculé pour $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0$. Par conséquent, $D = \sigma_{Rf}(\dot{\epsilon}_0) = 754.1$. Et le coefficient C est calculé pour $\dot{\epsilon} = 0.17$. Ainsi, $C = -86.0$.

$$\sigma_{Rf}(\dot{\epsilon}) = C \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right) + D \quad (2.1.4)$$

Cette équation modèle est tracée dans la Figure 59 b) avec les données expérimentales. Pour $\dot{\epsilon} = 0.017 \text{ s}^{-1}$, la contrainte à rupture théorique est calculé à 556.0 MPa. Avec la valeur expérimentale à 0.017 s^{-1} , l'erreur calculée est égale à 3.7 %.

Il est ensuite possible de calculer les deux coefficients de sensibilité à la vitesse par β et n. Ces coefficients sont présentés dans les travaux de Omar et al. [195], Nakai et al. [196] et Walley et al. [197]. Ces coefficients sont utilisés pour comparer l'effet de la vitesse sur différents matériaux ou sur différentes plages de vitesses.

$$\beta^\sigma = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\log\left(\frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1}\right)} \Bigg|_{\epsilon_{\max}} \quad (2.1.5)$$

$$n^\sigma = \frac{\log(\sigma_2/\sigma_1)}{\log\left(\frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1}\right)} \Bigg|_{\epsilon_{\max}} \quad (2.1.6)$$

$$\beta^E = \frac{E_2 - E_1}{\log\left(\frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1}\right)} \quad (2.1.7)$$

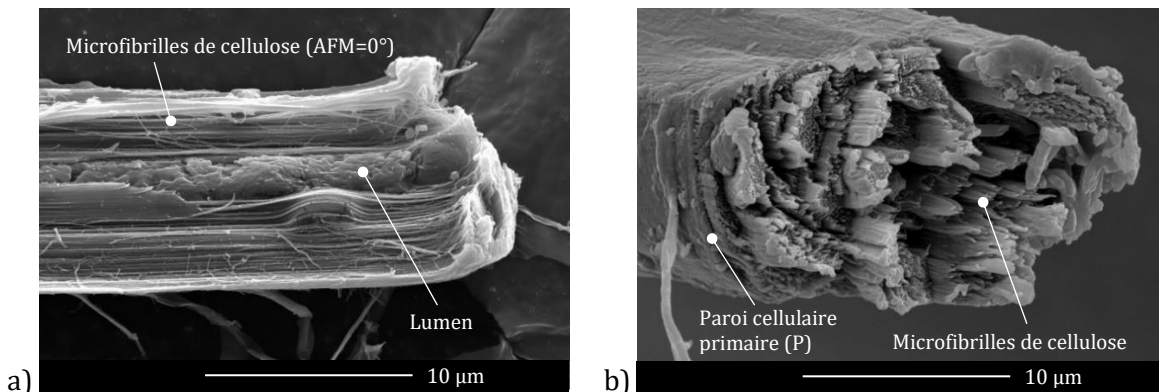
$$n^E = \frac{\log(E_2/E_1)}{\log\left(\frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1}\right)} \quad (2.1.8)$$

	β^σ	n^σ	β^E	n^E
Fibres de lin testées (0.0017 s^{-1} à 0.17 s^{-1})	- 198.0 MPa	- 0.16	- 12.5 GPa	- 0.39
Charlet et al. (0.00083 s^{-1} à 0.0033 s^{-1})	- 116.3 MPa	- 0.06	- 3.3 GPa	- 0.03

Les coefficients sont négatifs et expriment la décroissance des propriétés mécaniques. La gamme de vitesse de déformation est plus faible dans les travaux de Charlet et al. les coefficients sont plus grands avec nos essais. On peut conclure que plus la vitesse augmente et plus la sensibilité devient importante.

II.2.4. Observation des faciès de rupture

Comme dans l'étude de Ahmed et al. [132], des observations microscopiques sont mises en œuvre pour observer les faciès de rupture à différentes vitesses de déformation. L'objectif est de voir si l'augmentation de la vitesse de déformation a un effet sur le comportement de la microstructure. Les fibres élémentaires sont sélectionnées après l'essai de traction. Comme beaucoup de facteurs sont impliqués dans les observations MEB (faciès pertinent, orientation favorable, bon revêtement), le nombre de clichés est limité. Cette démarche a été motivée par les observations suivantes : Pour essayer de comprendre le comportement à la traction. Komuraiah et al. [31] ont montré que la déformation à la rupture est principalement gouvernée par la lignine. Néanmoins, la résistance à la traction et le module de traction sont gouvernés par la cellulose et l'hémicellulose [31], [87]. Une hypothèse à ce résultat pourrait être expliquée par le comportement viscoélastique de la fibre de lin élémentaire expliqué par Charlet et Placet [30], [140]. À une vitesse de déformation élevée, le réalignement des microfibrilles n'aurait pas le temps de se produire et le mécanisme de rupture est régi par le polymère non cellulosique (pectine et lignine). Cela pourrait s'expliquer par le fait que la structure des microfibrilles soit toujours orientée à la fin de l'essai de traction. Un autre argument en faveur de cette hypothèse est que le module de traction final moyen à une vitesse de déformation élevée semble converger vers la valeur minimale. Une autre hypothèse serait la non-cristallisation de la cellulose amorphe si on se réfère au modèle de fibre proposé par Placet et al. [119]. En effet, durant la traction de la fibre, les auteurs proposent que la cellulose amorphe va cristalliser et donc induire une augmentation de la rigidité de la fibre. Or, si la cellulose a un comportement viscoélastique, alors il se pourrait que la grande vitesse de déformation empêche la cristallisation de la cellulose. Rappelons que la cellulose amorphe a un module compris entre 8 et 30 GPa, alors que la cellulose cristalline a un module d'environ 140 GPa [79], [198].



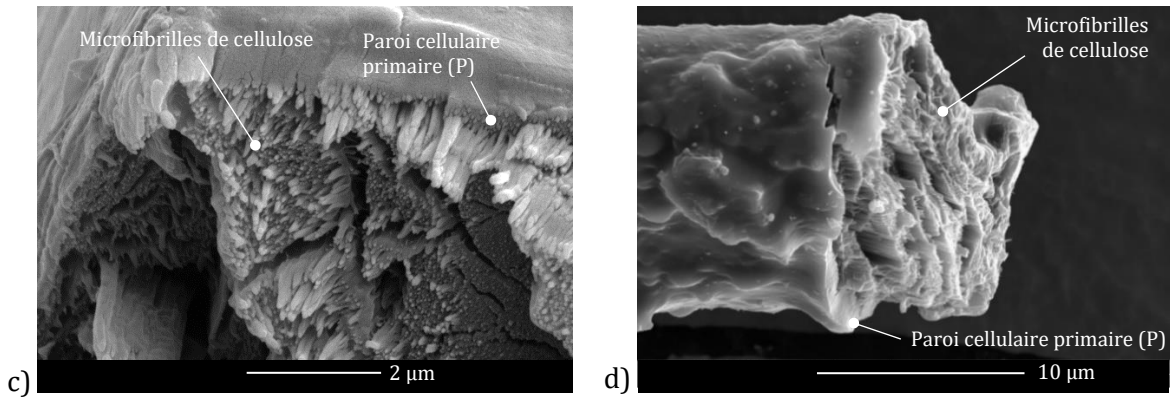
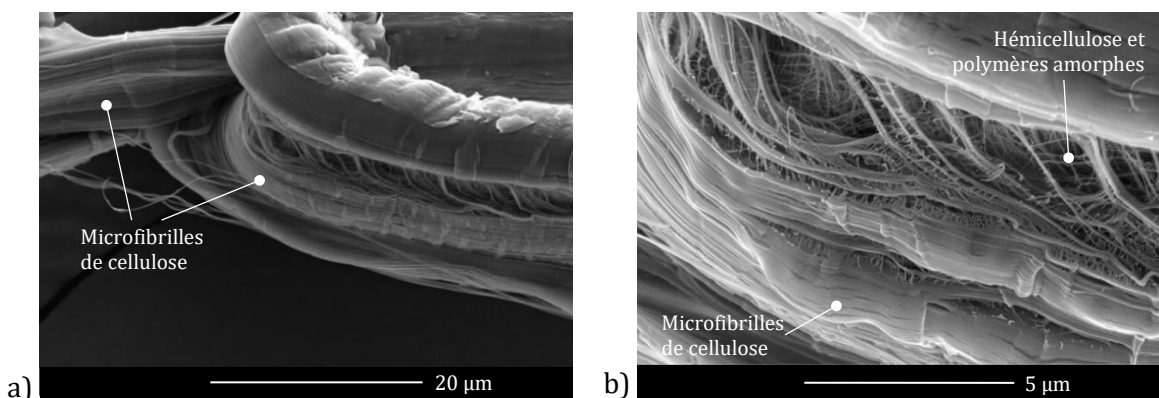


Figure 60 : Faciès de rupture à différentes vitesses a) 0.0017 s⁻¹ - Fibre 03 ; b) 0.017 s⁻¹ - Fibre 01 ; c) Détail sur les microfibrilles de cellulose post-rupture d) 0.17 s⁻¹ - Fibre 09

Les observations des faciès de rupture à différentes vitesses de déformation ne sont pas suffisantes pour prouver les hypothèses précédentes. La cristallinité de la cellulose peut être mesurée par un test de traction sous microscope à rayons X ou multiphotonique. S'il est compliqué de conclure sur la différence de faciès de rupture, certaines observations peuvent être analysées : à 0.0017 s⁻¹, on constate un réalignement intégral des microfibrilles de cellulose. Cela veut dire qu'à l'issue de l'essai de traction, les microfibrilles se sont bien réorientées.

Sur la série d'images suivante (Figure 61) une fibre s'est ouverte ce qui a permis d'identifier la composition interne de la fibre élémentaire. Cette fibre a été testée à 0.17 s⁻¹. Les images présentent des zooms successifs. Nous pouvons clairement identifier les microfibrilles de cellulose orientées dans la direction longitudinale des fibres élémentaires. De plus, nous pouvons identifier les liaisons cellulose/polymères amorphes reliant les microfibrilles entre elles. Ces observations microscopiques valident les modèles constitutifs de la fibre élémentaire Figure 18 et Figure 70.



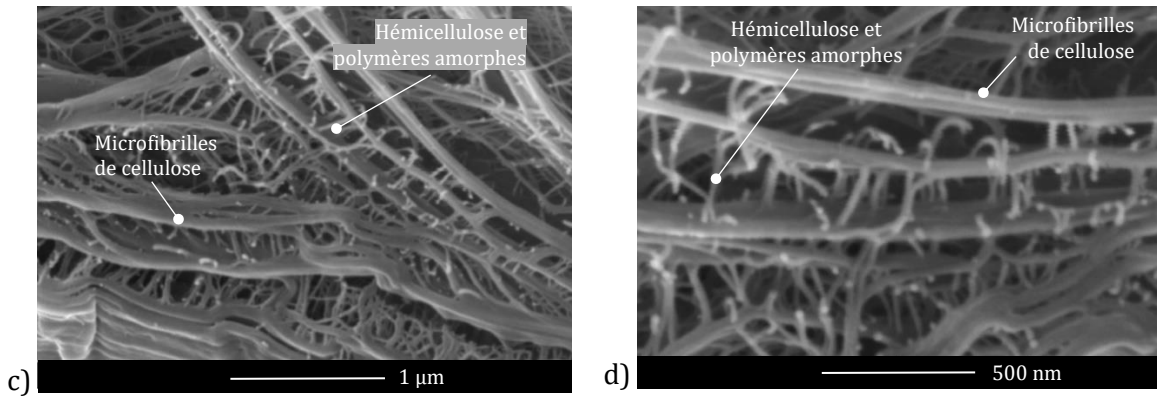


Figure 61 : a) Zooms successifs sur la structure interne d'une fibre élémentaire b), c) et d) Mise en évidence des microfibrilles liées par des liaisons hémicellulosiques et de polymères amorphes

Les principales observations proposées ci-dessous sont faites pour chacune des trois vitesses de déformation testées :

- Une forte variabilité des propriétés mécaniques (intervalles de confiance autour de 50 %).
- Une baisse de la contrainte à rupture et du module longitudinal avec l'augmentation du diamètre des fibres.
- Une corrélation entre la contrainte à rupture et le module longitudinal.

Pour illustrer ces résultats propres aux fibres naturelles, les résultats obtenus à la vitesse de déformation de 0.0017 s^{-1} sont utilisés. En effet, à cette vitesse de déformation, davantage d'essais ont été réalisés, ce qui permet de classer plus facilement les fibres par leur diamètre (Tableau 11).

II.2.5. Étude du comportement en traction en régime quasi-statique

Afin d'analyser le comportement en traction des fibres de lin élémentaires, toutes les courbes contrainte-déformation en quasi-statique sont tracées sur la Figure 62 ; les essais de traction ont été réalisés à la vitesse de déformation 0.0017 s^{-1} et mettent en évidence la variabilité significative du comportement en traction de la fibre de lin élémentaire.

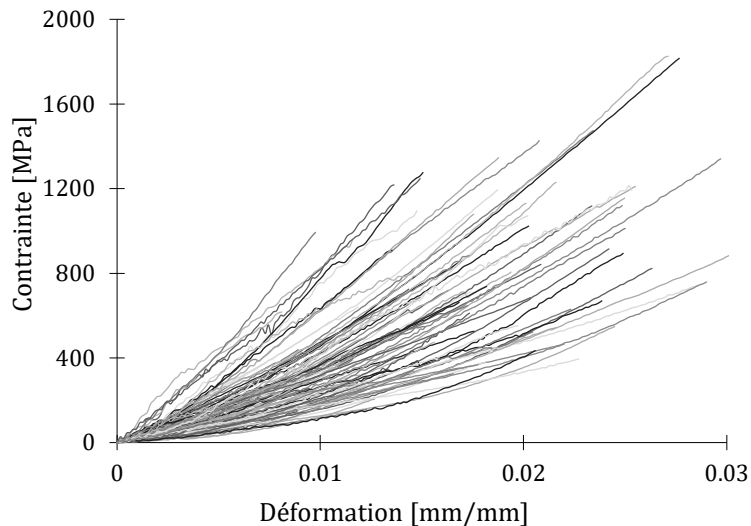


Figure 62 : Résultats essais de traction fibre élémentaire à la vitesse 0.0017 s^{-1} – Courbe en J, augmentation de la pente locale

L'analyse bibliographique a mis en évidence la variabilité et l'influence du diamètre des fibres de lin. Ce diamètre étant nécessaire dans le calcul de la contrainte, il est nécessaire d'en analyser son influence. Pour étudier l'effet du diamètre des fibres sur les propriétés de traction, les diamètres sont classés en sept gammes moyennes (cf. Tableau 11). Dans ce tableau, les valeurs moyennes sont écrites avec l'écart-type entre parenthèses. Les résultats sont triés en sept gammes de diamètre pour mettre en évidence la dépendance des propriétés mécaniques avec le diamètre. Une faible déformation à la rupture (environ 2 %) a été mesurée. De plus, l'observation du faciès de rupture des fibres de lin montre une rupture nette assimilable à une rupture fragile. En effet, les observations MEB révèlent une section de rupture fragile sans striction. Les observations essentielles issues des résultats sont la diminution de la résistance à la traction et du module de traction lorsque le diamètre augmente. La déformation à la rupture n'est pas affectée par le changement de diamètre. Cette observation est également notée dans les publications scientifiques traitant de ce sujet [3], [4], [22]. Les fibres de lin élémentaires présentent des propriétés mécaniques comparables à celles des fibres de verre [24], [25] et le Tableau 1. Néanmoins, on peut noter une dispersion significative des propriétés mécaniques. Ces résultats peuvent être expliqués par plusieurs facteurs, dont l'approximation raisonnable de la géométrie, les défauts aléatoires dans les fibres, la grande variabilité de la composition et du diamètre aléatoire des fibres.

De nombreuses publications présentent tous les résultats avec un diagramme de dispersion pour illustrer la variabilité des résultats [28], [81], [116], [167]. Dans ces travaux, des barres d'erreur sont tracées sur les points pour illustrer la variabilité des résultats (Figure 63). De cette façon, il est plus simple de tracer et d'étudier l'effet du diamètre sur les propriétés mécaniques avec seulement sept plages de diamètre. Dans chaque plage, dix points sont gérés. Pour prendre

en compte le nombre d'essais, les barres d'erreur sont tracées en utilisant l'intervalle de confiance : $CI = t_{2.5\%}^{n-1} \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$. Avec σ l'écart-type et n la population des tests. $t_{2.5\%}^{n-1}$ est le facteur de Student pour chaque population déterminé avec une table de quantile, pour une confiance de 95 % avec $n-1$ degrés de liberté.

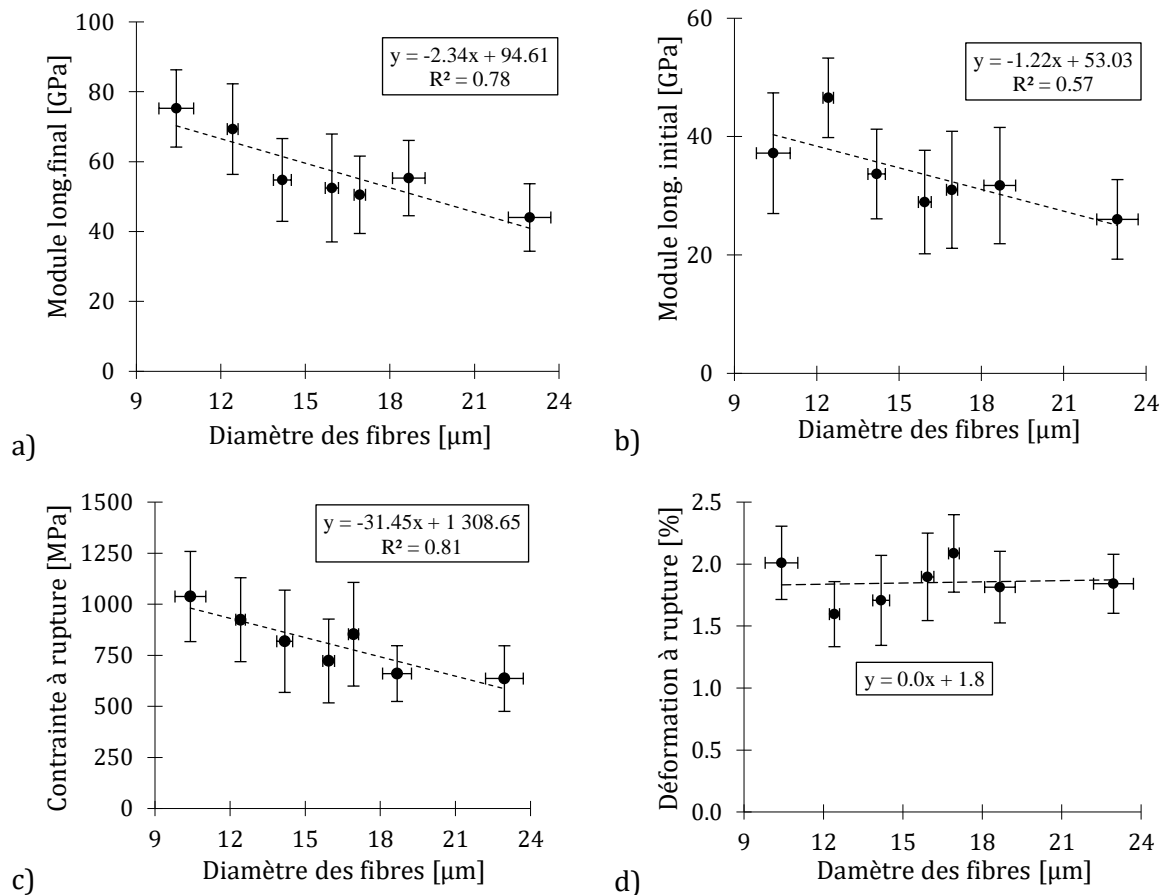


Figure 63 : Résultats essais de traction sur fibre élémentaire de lin : a) Module longitudinal final ; b) Module longitudinal initial ; c) Contrainte à rupture ; d) Déformation à rupture

Tableau 11 : Résultats des essais de traction classés par classes de diamètres. Valeurs moyennes et écarts-types entre parenthèses

Classes de diamètres [μm]	Contrainte à rupture [MPa]	Module de traction initial [GPa]	Module de traction final [GPa]	Déformation à rupture [%]	Tests exploitables
<i>Fibres classées par diamètres croissants</i>					
[9.0 ; 12.1[1037.9 (380.7)	37.2 (17.6)	80.9 (20.5)	1.9 (0.5)	10
[12.1 ; 13.6[924.3 (354.3)	46.6 (11.6)	74.5 (24.0)	1.5 (0.4)	10
[13.6 ; 15.3[818.7 (431.9)	33.7 (13.1)	58.9 (22.0)	1.6 (0.6)	10
[15.3 ; 16.4[722.3 (353.8)	28.9 (15.1)	56.4 (20.5)	1.8 (0.6)	10

[16.4 ; 17.6[853.2 (437.8)	31.0 (17.1)	54.3 (20.5)	1.9 (0.5)	10
[17.6 ; 21.3]	660.7 (235.5)	31.7 (16.9)	59.5 (20.0)	1.7 (0.5)	10
[21.3 ; 25.1]	636.2 (293.9)	26 (12.3)	47.3 (19.0)	1.7 (0.4)	11
<i>Toutes les fibres testées</i>					
[9.0 ; 24.1]	805.2 (370.9)	33.5 (15.61)	61.5 (24.0)	1.72 (0.5)	71

La remarque principale est que les fibres ayant le plus petit diamètre ont les propriétés mécaniques les meilleures. Toutes les publications rencontrées convergent vers cette conclusion. L'explication viendrait du fait que les fibres les plus fines sont exemptes de défauts alors que les fibres les plus grosses ont une probabilité plus grande de présence de défauts qui peuvent fragiliser la fibre élémentaire. Une question se pose également sur la taille du lumen de la fibre. En effet, lors de l'essai de traction, une section circulaire pleine est prise en compte pour calculer la contrainte d'après la norme. Or, un lumen est présent au centre des fibres, et ce lumen est un vide. Par conséquent, il est possible que nous surestimions la surface et donc, nous sous-estimons la contrainte pour des fibres dont le diamètre est plus important et qui peuvent avoir un diamètre de lumen plus important.

Enfin, la dernière mesure consiste à identifier s'il existe une relation entre les propriétés mécaniques des fibres et les diamètres apparents des fibres et si ce phénomène se retrouve pour chaque vitesse testée. Pour cela, pour chaque vitesse, la contrainte à rupture de la fibre est tracée en fonction du module de traction de la fibre élémentaire sur la Figure 64 a). De plus, pour savoir s'il existe une corrélation entre la déformation maximale et le module longitudinal, les résultats sont tracés sur la Figure 64 b). L'information supplémentaire du diamètre de la fibre testée est renseignée par la classe couleur (cf. Figure 64 a et b).

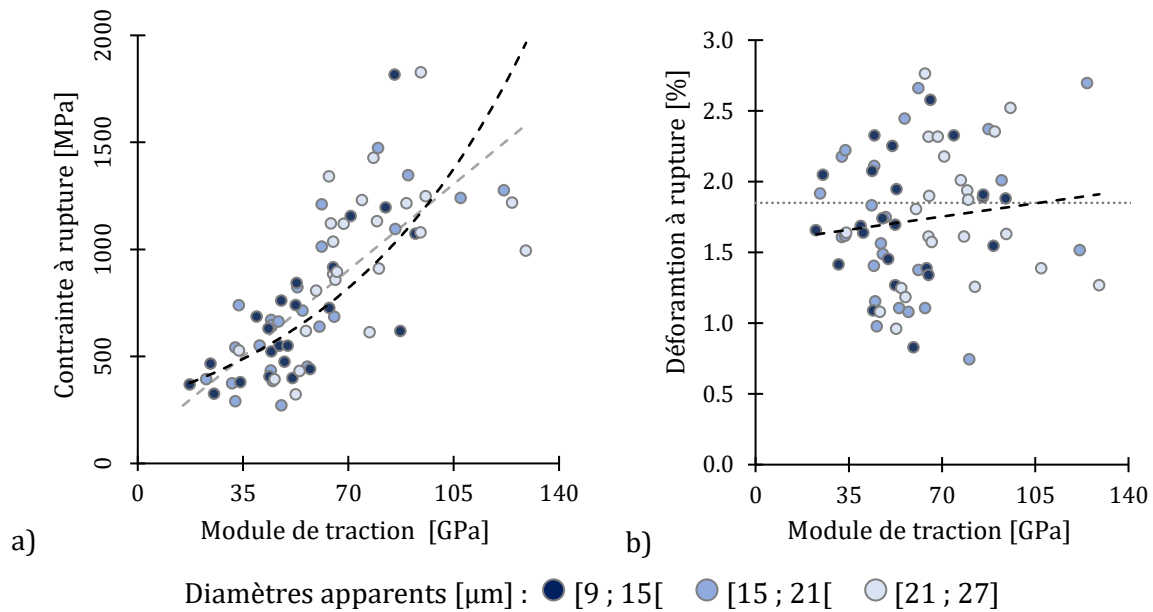


Figure 64 : Relation entre : a) La contrainte à rupture et le module de traction ; b) La déformation à rupture et le module de traction – Essais réalisés à 0.0017 s^{-1}

Tableau 12 : Régressions des données expérimentales entre la contrainte à rupture et le module de traction (Figure 64 a)

Régression	Équation	Coefficient corrélation
Exponentielle	$11.5x + 97.9$	$R^2 = 0.553$
Linéaire	$290.8 \times e^{0.015x}$	$R^2 = 0.557$

Il est observé une corrélation entre la contrainte à rupture et le module d'Young d'une fibre (Figure 64 a). En effet, d'après les résultats, plus le module de traction est élevé et plus la contrainte à rupture est élevée. En revanche, il n'est pas observé d'interaction particulière entre la déformation à rupture et le module de traction (Figure 64 b). Différents auteurs suggèrent une corrélation exponentielle [199] ou linéaire [200] entre la contrainte à rupture et le module de traction. À la vue des résultats, il est difficile de conclure lequel des deux modèles correspond le mieux aux résultats expérimentaux. L'autre observation possible avec la Figure 64 est le fait que ce sont les diamètres des fibres élémentaires les plus grands qui ont le plus faible module de traction et la plus basse contrainte à rupture (placés en bas à gauche sur la Figure 64 a). Inversement, les fibres élémentaires qui ont le diamètre le plus fin ont le plus haut module longitudinal et la plus haute contrainte à rupture (placés en haut à droite sur la Figure 64 a). La Figure 65 suivante résume la corrélation entre la contrainte à rupture et le module de traction des fibres élémentaires aux différentes vitesses de déformation. Il est observé que la corrélation observée en quasi-statique (Figure 65) est également observée aux différentes vitesses de déformation.

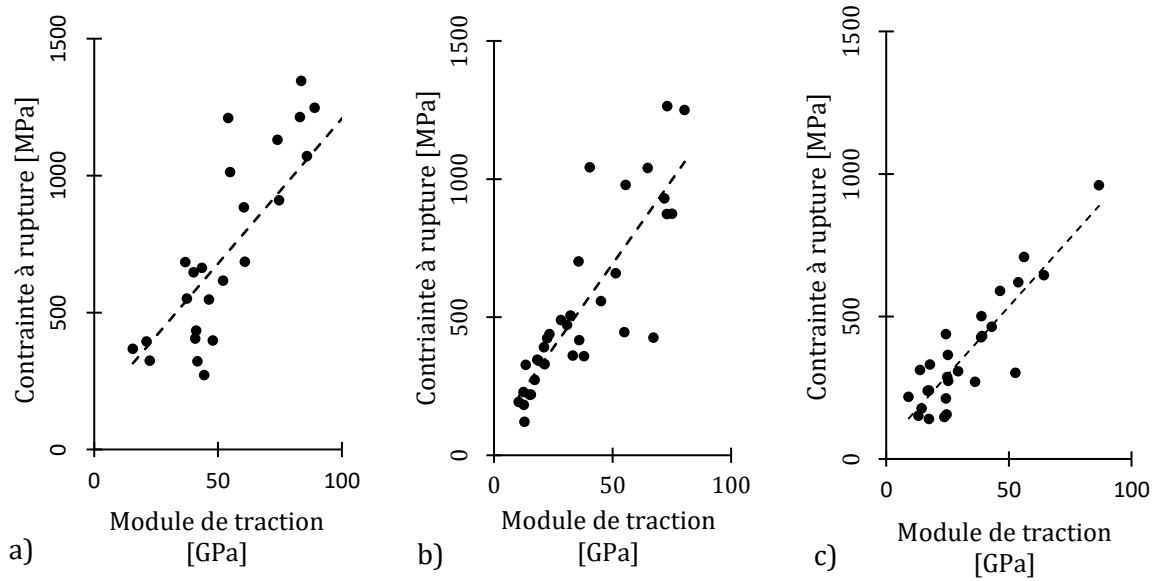


Figure 65 : Contrainte à rupture en fonction du module de traction : a) 0.0017 s⁻¹ ; b) 0.017 s⁻¹ ; c) 0.17 s⁻¹

Partie 2 : Approche multi-échelle : Homogénéisation de l'échelle des biomolécules à l'échelle des fibres élémentaires

I. Modélisation probabiliste de la contrainte à rupture de la fibre élémentaire

I.1. Effet du diamètre sur la contrainte à rupture à l'échelle de la fibre élémentaire

Nous avons vu la grande variabilité des propriétés mécaniques des fibres de lin. Pour modéliser cette variabilité, une approche probabiliste est utilisée. Plus précisément, l'approche probabiliste de Weibull. Comme nous avons pu le voir dans le Chapitre 1, cette approche est souvent utilisée pour modéliser la contrainte à rupture d'une fibre naturelle. Souvent, les auteurs utilisent ce modèle pour caractériser l'augmentation de la probabilité de rupture avec l'augmentation de la longueur de référence de la fibre élémentaire. Dans le cas de l'étude, la longueur reste constante et est étudiée l'augmentation de la probabilité de défauts avec l'augmentation du volume induit par l'augmentation de diamètre. D'après l'équation 1.3, avec $L = \text{Cte}$, alors $\frac{V}{V_0} = \frac{D^2}{D_0^2}$ d'où la formule :

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left(-\frac{D^2}{D_0^2}\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (2.2.1)$$

L'équation 2.9 devient alors :

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P(\sigma)}\right)\right) = m \ln(\sigma) - m \ln(\sigma_0) \quad (2.2.2)$$

Le tracé de $\ln(\ln(1/(1-P)))$ en fonction de $\ln(\sigma)$ est effectué et permet d'obtenir la régression linéaire $y = m x + b$. Avec $b = -m \ln(\sigma_0)$.

m est la pente de la régression linéaire et est appelé module de Weibull. Ainsi, il est aisé de trouver σ_0 avec la relation suivante :

$$-m \ln(\sigma_0) = b \rightarrow \sigma_0 = e^{-b/m} \quad (2.2.3)$$

P est défini comme la probabilité de rupture. Cette valeur est estimée en fonction d'indices de probabilité : n est le nombre de données et i est le rang de la i ème donnée. La première étape consiste à organiser les données dans l'ordre croissant et sont affectés les compteurs i . Ainsi, les valeurs P peuvent être calculées selon quatre expressions [201] :

$$P_1 = \frac{i - 0.5}{n} ; P_2 = \frac{i}{n + 1} ; P_3 = \frac{i - 0.3}{n + 0.4} ; P_4 = \frac{i - 3/8}{n + 0.5} \quad (2.2.4)$$

Anderson et al. utilisent l'estimateur P_3 [141]. Trujillo et al. utilisent l'estimateur P_4 [142]. L'estimateur P_1 est couramment utilisé quand la taille de l'échantillon est supérieure à 20 [143] et est utilisé par de nombreux auteurs [139], [140]. L'estimateur P_2 est utilisé quand la taille de l'échantillon est supérieur à 40 [143], [202]. Dans notre cas d'étude, le choix de l'estimateur ne semble pas avoir de conséquences significatives sur les valeurs finales (Figure 66). L'objectif est de voir si l'augmentation du diamètre des fibres peut expliquer une augmentation de la probabilité de présence de défauts dans la fibre. D'après Placet, une faible valeur du module de Weibull peut être associée à une présence de défaut plus importante [140]. Trois classes de diamètre sont étudiées, les mêmes que sur la Figure 64.

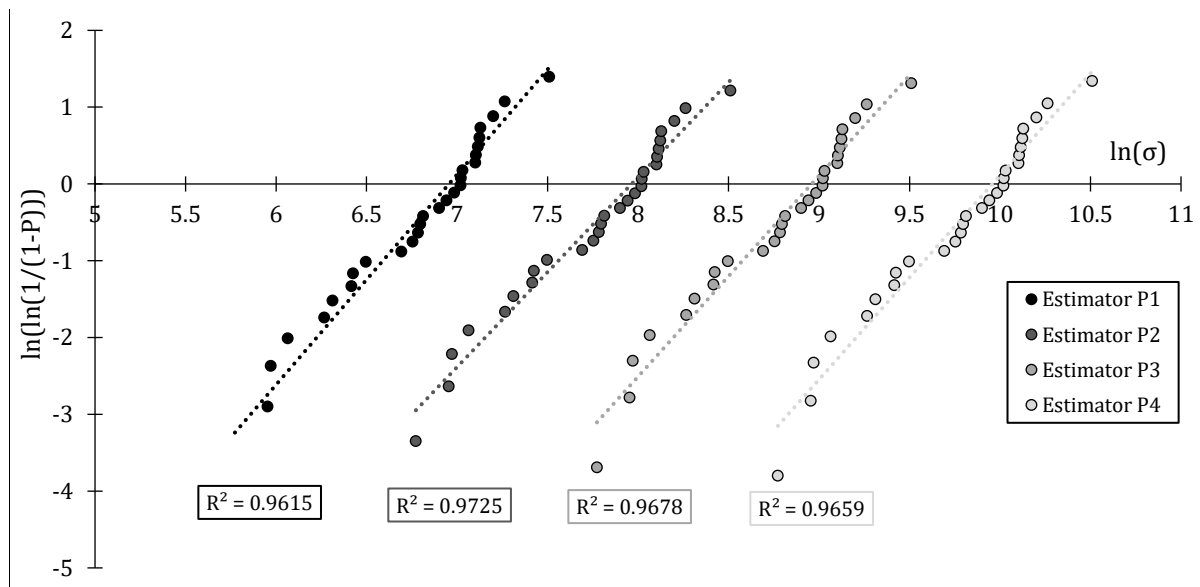


Figure 66 : Comparaison des estimateurs de probabilité

Les résultats sont ainsi classés en trois classes de diamètres qui englobent tous les diamètres des fibres testées.

Tableau 13 : Paramètres de Weibull en fonction de la classe de diamètre

Classe de diamètre	[9 ; 15[μm	[15 ; 21[μm	[21 ; 27] μm
Diamètre moyen D [μm]	12.15 (1.61)	16.81 (1.11)	22.11 (1.59)
Module de Weibull m	2.73 ($R^2 = 0.96$)	2.48 ($R^2 = 0.94$)	2.30 ($R^2 = 0.90$)
Contrainte caractéristique σ_0	1049.17 MPa	854.04 MPa	701.93 MPa

Nous pouvons constater que plus le diamètre augmente et plus le module de Weibull diminue et donc peut être associé à une probabilité plus grande de présence de défauts.

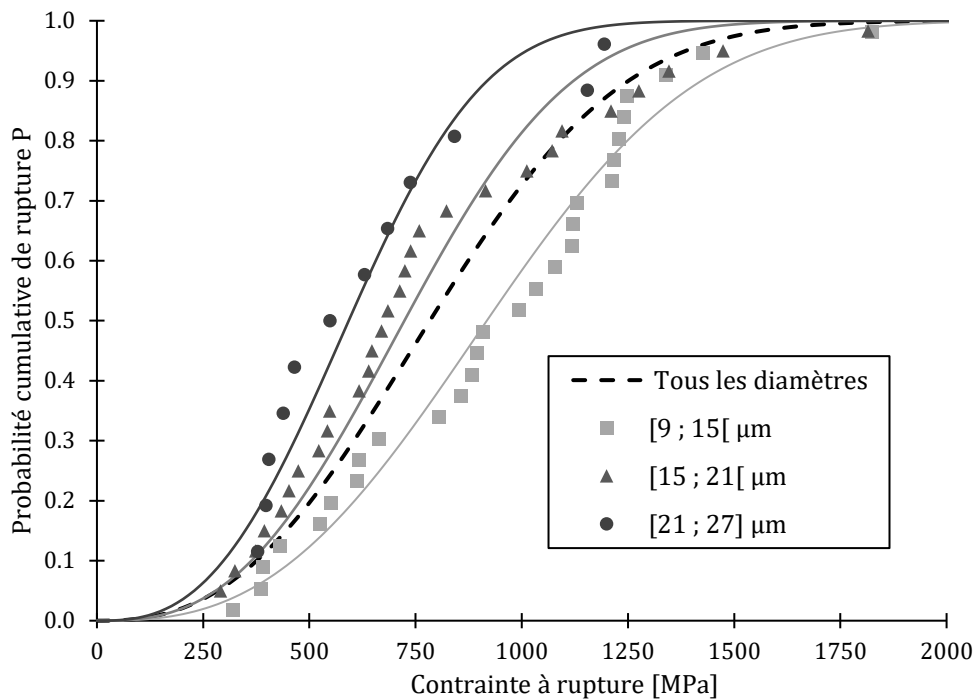


Figure 67 : Probabilité de rupture cumulative différenciée pour les classes de diamètre à 0.0017 s⁻¹

Cette étude de Weibull nous montre d'une part qu'une limite théorique de résistance de 2000 MPa semble se dessiner. Il est également possible de calculer la contrainte moyenne correspondant à la classe de diamètre :

$$\bar{\sigma}_R = \sigma_0 \left(\frac{D}{D_0} \right)^{-\frac{2}{m}} \Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) \quad (2.2.5)$$

Avec Γ , la fonction gamma définie par :

$$\Gamma(a) = \int_0^{+\infty} x^{a-1} e^{-x} dx \quad (2.2.6)$$

D'où :

$$\Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) = \int_0^{+\infty} x^{1/m} e^{-x} dx = 0.8896 \quad (2.2.7)$$

Le diamètre D_0 de référence est défini pour plus de simplicité comme étant le diamètre moyen $D_0 = 12.15 \mu\text{m}$, $\sigma_0 = 1049.17 \text{ MPa}$ et $m = 2.73$. La contrainte moyenne correspondant à la classe de diamètre s'écrit alors :

$$\bar{\sigma}_R = 0.8896 \times \sigma_0 \left(\frac{D}{D_0} \right)^{-\frac{2}{m}} \quad (2.2.8)$$

Tableau 14 : Calculs des contraintes moyennes par les formules de Weibull

	Diamètre moyen D [μm]	Contrainte moyenne $\overline{\sigma_R}$ [MPa]
D \in [9 ; 15[μm	12.15	933.35
D \in [15 ; 21[μm	16.81	736.03
D \in [21 ; 27] μm	22.11	602.71

Sur la Figure 68 sont tracées les valeurs obtenues pour les contraintes moyennes. Les données expérimentales pour les trois classes de diamètre sont également représentées. À noter que les barres d'erreurs pour les diamètres sont définies de façon à avoir 100 % des diamètres par classes. Sur la dernière classe des diamètres (entre 21 et 27 μm), il est remarqué que le diamètre moyen n'est pas centré sur la barre d'erreur car peu de fibres testées ont un diamètre supérieur à 24 μm .

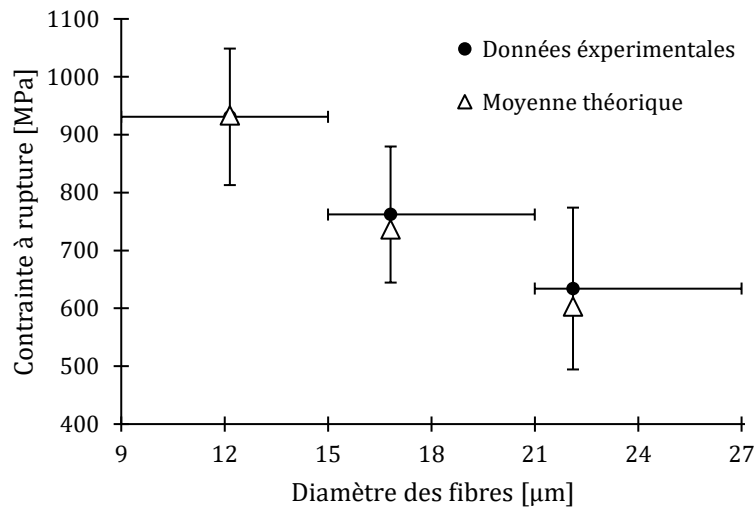


Figure 68 : Comparaison expérimentale et théorique sur la contrainte moyenne calculée par les équations de Weibull

I.2. Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture à l'échelle de la fibre élémentaire

De la même manière, nous appliquons la même démarche que celle appliquée pour modéliser l'influence du diamètre pour modéliser la probabilité de rupture cumulative à la vitesse de déformation où :

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^{k'} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{m'}\right) \quad (2.2.9)$$

Avec $\dot{\epsilon}_0 = 0.0017 \text{ s}^{-1}$

Calculé avec l'estimateur $P_1 = \frac{i-0.5}{n}$, nous avons : $\sigma_0' = 850.2$ MPa, $k' = 0.33$ et le module de Weibull : $m' = 2.18$. Les résultats illustrés dans la Figure 69 nous montrent que l'augmentation de la vitesse de déformation augmente également la probabilité de rupture prématurée de la fibre élémentaire.

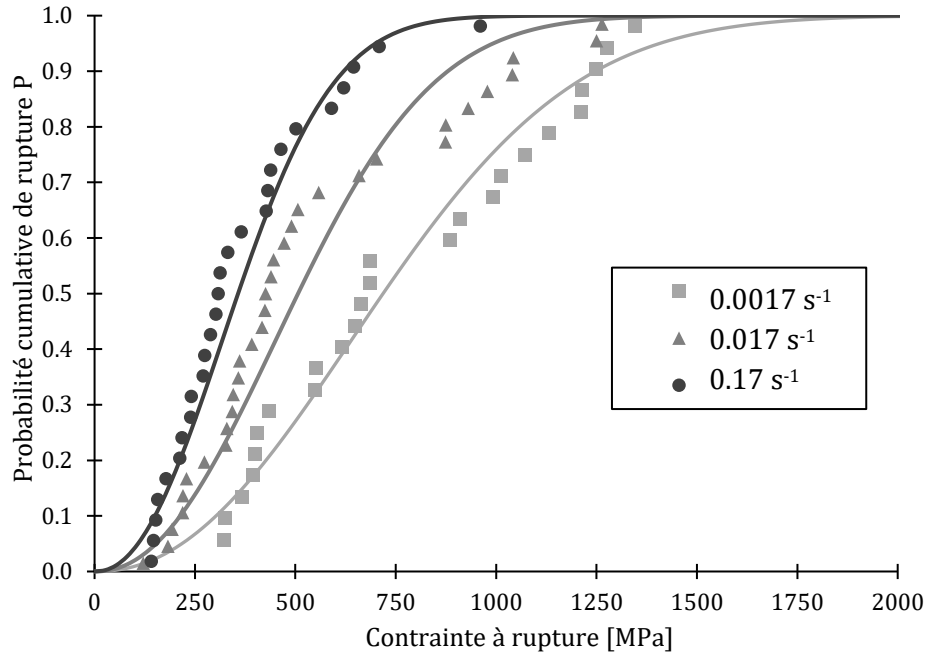


Figure 69 : Probabilité de rupture cumulative différenciée pour les vitesses de déformation

A l'instar de l'effet des diamètres des fibres élémentaires, il est possible d'établir l'équation de la contrainte moyenne à rupture en fonction de la vitesse de déformation :

$$\bar{\sigma}_R = \sigma_0' \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-\frac{k'}{m'}} \Gamma \left(1 + \frac{1}{m'} \right) \quad (2.2.10)$$

Avec :

$$\Gamma \left(1 + \frac{1}{m'} \right) = \int_0^{+\infty} x^{1/m'} e^{-x} dx = 0.8856 \quad (2.2.11)$$

La vitesse de déformation de référence vaut : $\dot{\epsilon}_0 = 0.0017 \text{ s}^{-1}$. Avec $\sigma_0' = 850.2$ MPa et $m = 2.18$. La contrainte moyenne correspondant à la vitesse de déformation s'écrit alors :

$$\bar{\sigma}_R = 0.8896 \times \sigma_0' \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-\frac{k'}{m'}} \quad (2.2.12)$$

Tableau 15 : Calculs des contraintes moyennes par les formules de Weibull

Vitesse de déformation [s ⁻¹]	Contrainte moyenne $\bar{\sigma}_R$	Contrainte moyenne expérimentale	Erreur relative
0.0017	754.1 MPa	756.4 MPa	0.3 %
0.017	535.7 MPa	533.5 MPa	0.4 %
0.17	358.0 MPa	376.2 MPa	4.8 %

Cette méthode basée sur une approche probabiliste permet de prédire la contrainte à rupture de la fibre élémentaire en fonction de la vitesse de déformation.

II. Modélisation du module longitudinal de la fibre élémentaire par une approche d'homogénéisation multi-échelle

II.1. Hypothèses sur le modèle d'une fibre élémentaire

Cette section présente la modélisation du module de traction en fonction de la déformation et plus précisément en fonction de l'angle microfibrillaire de la fibre élémentaire. Comme nous l'avons montré dans les sections précédentes, la forte dispersion des courbes expérimentales de contrainte-déformation en traction (Figure 62) est due à de multiples facteurs. Cette section décrira comment cette variabilité est introduite dans les modèles multi-échelles. Les données prises en compte sont : La composition de la fibre, les variations de l'AMF et la sensibilité à la vitesse de déformation. Une fibre élémentaire peut déjà être considérée comme un composite avec des microfibrilles de cellulose dans le rôle de la fibre (f) et un mélange de lignine et de pectine (ciment naturel de la fibre élémentaire) dans le rôle de la matrice isotrope (m). Les microfibrilles de cellulose ont un comportement isotrope transverse avec des propriétés longitudinales et transversales. Les directions locales longitudinales et transversales des microfibrilles sont notées l et t . L'axe longitudinal l est orienté par l'angle θ (AMF) avec l'axe longitudinal de la fibre élémentaire noté X . Yan et al. rappellent que seules la cellulose, l'hémicellulose et la lignine sont les bio-composants qui déterminent les propriétés physiques de la fibre. La pectine agit comme agent de liaison entre les fibres du faisceau [90], [104]. Les composants de la fibre élémentaire considérés par Baley sont : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Le modèle d'Halpin-Tsai pour stratifiés composites est utilisé pour la fibre élémentaire. En effet, comme énoncé précédemment, les microfibrilles de cellulose jouent le rôle de fibre comme renfort et l'hémicellulose avec la lignine jouent le rôle de résine « chargée ». La pectine est surtout présente en périphérie de la fibre et dans la paroi cellulaire primaire (P). Dans la fibre de lin et plus précisément dans la seconde paroi cellulaire, elle est présente en faible quantité et mélangée avec la lignine [30], [104]. C'est pour cela que la matrice de la fibre élémentaire sera notée PA pour matrice Polymère Amorphe composée de lignine avec des traces de pectine.

Tableau 16 : Compositions minimales et maximales d'une fibre élémentaire de lin

Microfibrille	Cellulose	[96]-[101], [203]-
$V_f = 60 - 80 \%$	Chaîne de glucoses	[205]
	Hémicellulose	[84], [97], [99]-
	Hautement ramifié ; chaîne de glucose	[101], [203]-[205]
	$V_{HC} = 10 - 15 \%$	
Matrice	Lignine/Pectine	[85], [97], [99]-
$V_m = 20 - 40 \%$	Structure amorphe complexe (polymère)	[101], [203]-[205]
	$V_{Li} = 2 - 5 \%$	
	Porosité, cire	[97], [100], [101],
	V_p proportion résiduelle, ou lumen	[203], [205]

Le tableau suivant résume les bornes minimales et maximales des propriétés mécaniques des bio-molécules rencontrées dans la littérature :

Tableau 17 : Propriétés minimales et maximales des bio-molécules

Composant		Valeurs	Références
Cellulose	E_{C_l}	120 - 140 GPa	[79], [97], [104], [206]
C	E_{C_t}	20 - 30 GPa	[79], [120], [206]
	$G_{C_{lt}}$	3 - 6 GPa	[97], [206]
	$\nu_{C_{lt}}$	0.1 - 0.38	[97], [206]
	L/D	10 - 50000	[97], [100], [114], [207]
	σ_C	950 - 2500 MPa	[97], [206]
	Hémicellulose	E_{HC}	2 - 18 GPa
HC	G_{HC}	1 - 3 GPa	[97], [206]
	ν_{HC}	0.1 - 0.3	[97], [206]
	Lignine/Pectine	E_{Li}	2 - 4 GPa
PA (Polymère amorphe)	G_{Li}	0.4 - 2 GPa	[97], [120], [206]
	ν_{Li}	0.2 - 0.4	[97], [120], [206]

II.2. Modèle d'homogénéisation en quasi-statique

La figure suivante illustre le modèle de fibre proposé et qui sera utilisé dans la suite de l'étude : Des microfibrilles de cellulose liés entre elles par une matrice composée d'hémicellulose et de lignine.

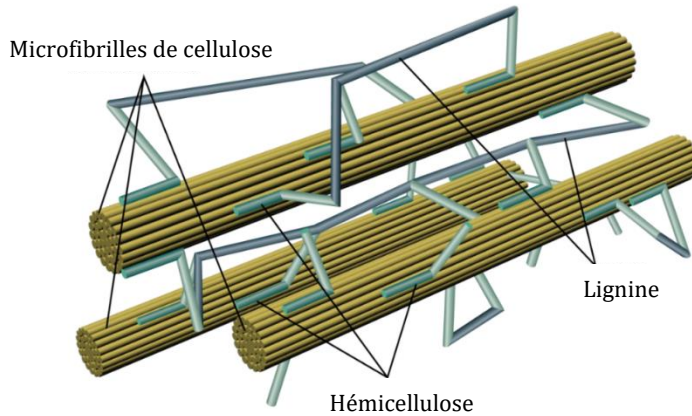
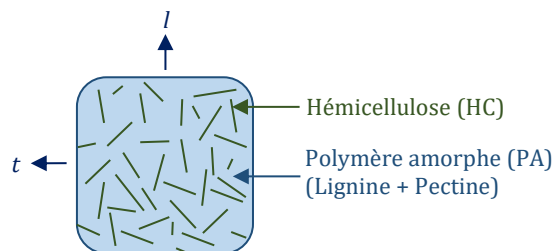


Figure 70 : Dessin représentatif des microfibrilles de cellulose reliées par ma matrice hémicellulose et lignine

II.2.1. Matrice de la matrice de la fibre élémentaire

La matrice de la fibre élémentaire est considérée comme une matrice chargée avec des chaînes d'hémicellulose aléatoirement distribuées dans une matrice de lignine polymérique. Ainsi, nous pouvons utiliser un modèle développé pour un composite isotrope chargé de fibres aléatoires. L'indice m_0 sera utilisé pour la matrice sans porosité et l'indice m sera utilisé pour la matrice avec porosité. Pour modéliser le comportement de la fibre de lin élémentaire, la matrice (lignine, hémicellulose et porosité) est considérée comme un polymère de lignine isotrope chargé par des chaînes d'hémicellulose distribuées aléatoirement. Les propriétés mécaniques de la matrice complexe sont calculées en se basant sur l'approche proposée par Tsai-Pagano, pertinente pour un renforcement distribué aléatoirement dans une matrice isotrope. Le module de cisaillement est ensuite calculé avec l'équation de Reuss et le coefficient de Poisson est calculé avec l'équation de Voigt. La porosité est ensuite appliquée à ces paramètres.



Le module de la matrice isotrope peut être calculé par :

$$E_{m_0} = \frac{3}{8} E_{l_0} + \frac{5}{8} E_{t_0} \quad (2.2.13)$$

Avec :

$$E_{l_0} = E_{HC} V_{HC} + E_{Li} (1 - V_{HC}) \quad (2.2.14)$$

$$E_{t_0} = \frac{E_{HC} E_{PA}}{E_{HC} V_{PA} + E_{PA} V_{HC}} \quad (2.2.15)$$

Le module de cisaillement de la matrice peut se calculer par :

$$G_{mo} = \frac{G_{HC}G_{PA}}{G_{HC}V_{PA} + G_{PA}V_{HC}} \quad (2.2.16)$$

Le coefficient de Poisson se calcule finalement par :

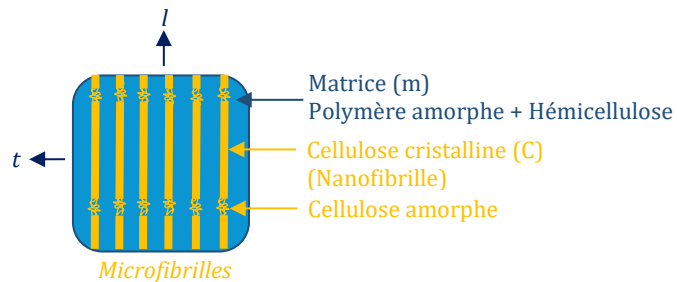
$$\nu_{mo} = \nu_{HC}V_{HC} + \nu_{PA}(1 - V_{HC}) \quad (2.2.17)$$

Finalement, en prenant en compte la porosité possible dans la fibre (présence de porosité, eau, cire) :

$$E_m = \frac{E_{mo}V_{mo}}{V_{mo} + V_p} \quad G_m = \frac{G_{mo}V_{mo}}{V_{mo} + V_p} \quad \nu_m = \frac{\nu_{mo}V_{mo}}{V_{mo} + V_p} \quad (2.2.18)$$

II.2.2. Le « composite » fibre élémentaire

La fibre élémentaire est considérée comme un composite dont le comportement est supposé élastique orthotrope et dont les microfibrilles de cellulose jouent le rôle de fibres de renforts et dont la matrice elle-même composite est composée d'hémicellulose et de polymère amorphe. La cellulose est considérée orthotrope avec des propriétés mécaniques longitudinales et transversales. Les microfibrilles composées de nanofibrilles de cellulose sont des chaînes avec une alternance de structure cristalline et amorphe. Les valeurs des rapports d'aspect L/D des microfibrilles (noté ξ dans la suite de l'étude) sont recensées dans la littérature [100]. Ainsi, cette valeur n'est pas clairement établie pour les fibres de lin, c'est pour cela que dans la suite de l'étude, le rapport d'aspect ξ sera un paramètre dont la valeur sera variable.



Le module longitudinal E_l d'une fibre élémentaire exprimé dans le repère lié à la direction des fibres se calcule selon les équations du modèle d'Halpin-Tsai :

$$E_l = \frac{(1 + 2\xi\eta_l V_f)E_m}{1 - \eta_l V_f} \quad (2.2.19)$$

Avec :

$$\eta_l = \frac{E_{C1}/E_m - 1}{E_{C1}/E_m + \xi_l} \quad \text{avec } \xi_l = 2 \left(\frac{L}{D} \right) + 40V_f^{10} \quad (2.2.20)$$

Le module longitudinal E_t d'une fibre élémentaire exprimé dans le repère lié à la direction des fibres se calcule selon les équations du modèle d'Halpin-Tsai :

$$E_t = \frac{(1 + 2\eta_t V_f) E_m}{1 - \eta_t V_f} \quad (2.2.21)$$

Avec :

$$\eta_t = \frac{E_{Ct}/E_m - 1}{E_{Ct}/E_m + \xi_t} \text{ avec } \xi_t = 2 + V_f^{10} \quad (2.2.22)$$

Le module de cisaillement G_{lt} d'une fibre élémentaire exprimé dans le repère lié à la direction des fibres se calcule selon Halpin Tsai :

$$G_{lt} = \frac{(1 + 2\eta_{lt} V_f) G_m}{1 - \eta_{lt} V_f} \quad (2.2.23)$$

Avec :

$$\eta_{lt} = \frac{G_{Clt}/G_m - 1}{G_{Clt}/G_m + \xi} \text{ avec } \xi_{lt} = 1 + V_f^{10} \quad (2.2.24)$$

Enfin, le coefficient de Poisson ν_{lt} d'une fibre élémentaire exprimé dans le repère lié à la direction des fibres se calcule selon une loi des mélanges (Modèle de Voigt) :

$$\nu_{lt} = \nu_{Clt} V_f + \nu_m (1 - V_f) \quad (2.2.25)$$

Les propriétés mécaniques des microfibrilles de cellulose et de la matrice de lignine issues de la littérature et exprimées dans leurs repères naturels (l, t), permettent d'obtenir les propriétés mécaniques de la fibre élémentaire dans les axes de traction (X, Y). Le module de traction peut être obtenu pour différentes valeurs de θ correspondant au réalignement de l'angle des microfibrilles (AMF) pendant l'essai de traction.

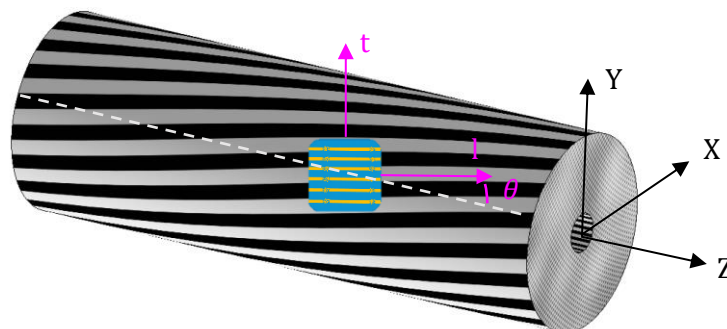


Figure 71 : Alignement des microfibrilles de cellulose le long d'une fibre élémentaire cylindrique

Si on calcule les modules de la fibre du repère (l, t) dans le repère lié à la direction de l'axe de la fibre X, on doit effectuer une rotation d'angle teta (θ) ce qui conduit à [3], [104] :

$$E_Z(\theta) = \frac{1}{\frac{\cos(\theta)^4}{E_l} + \frac{\sin(\theta)^4}{E_t} + 2 \cos(\theta)^2 \sin(\theta)^2 \left(\frac{1}{2G_{lt}} - \frac{\nu_{lt}}{E_l} \right)} \quad (2.2.26)$$

$$E_Y(\theta) = \frac{1}{\frac{\sin(\theta)^4}{E_l} + \frac{\cos(\theta)^4}{E_t} + 2 \cos(\theta)^2 \sin(\theta)^2 \left(\frac{1}{2G_{lt}} - \frac{\nu_{lt}}{E_l} \right)} \quad (2.2.27)$$

Dans la suite de l'étude et dans la partie sur la modélisation du composite, le module longitudinal et transverse de la fibre sera noté : $E_{f_l} = E_Z(0)$ et $E_{f_t} = E_Y(0)$.

Ce choix du module est en accord avec la norme NF T 25-501-2 choisissant le module final comme étant de module d'Young de la fibre élémentaire de lin.

Nous avons ainsi les équations du module longitudinal et transverse des fibres élémentaires en fonction de l'angle microfibrillaire, des propriétés mécaniques des biomolécules, et de leur pourcentage. Comme la composition précise en biomolécules des fibres testées n'est pas disponible, la solution est de faire varier ces paramètres et d'étudier les réponses afin d'identifier leur sensibilité sur le résultat final, c'est-à-dire sur les propriétés microscopiques homogénéisées.

II.3. Analyse du modèle nano-micro des biomolécules d'une fibre en quasi-statique

II.3.1. Définition du plan d'expérience

L'objectif de cette partie est d'analyser la sensibilité du modèle nano-micro par rapport aux valeurs que peuvent prendre l'angle microfibrillaire (soit 1 facteur), les propriétés mécaniques des biomolécules (soit 4 facteurs), leurs fractions volumiques (soit 3 facteurs) et leur élanement (soit 1 facteur) en se basant sur un plan d'expérience (DOE : *Design Of Experiments*). Le nombre total de facteurs est donc de 9 (Tableau 18). Nous allons ainsi étudier les valeurs théoriques des modules de traction initial et final en fonction des valeurs des niveaux des facteurs. L'une des problématiques que l'on cherche à résoudre est de savoir quels sont les facteurs à l'échelle nanoscopique et macroscopique influant sur les modules longitudinaux et transversaux des fibres élémentaires. Dans cette étude, les noms des facteurs sont remplacés par des lettres pour plus de commodité dans les équations et les figures. Le DOE dans cette étude est un plan d'expérience complet à huit facteurs à deux niveaux chacun. Les valeurs des facteurs sont choisies comme extrema dans la littérature. Les valeurs minimales ont un niveau -1 et les

valeurs maximales ont un niveau +1. Les valeurs moyennes sont par conséquent égales à un niveau 0. Ainsi, $2^9 = 512$ expériences numériques sont automatiquement calculées sur Matlab sur la base des équations 2.2.26 et 2.2.27. Et enfin, l'analyse DOE est post-traitée avec Minitab pour afficher le diagramme de Pareto et l'effet des facteurs.

Tableau 18 : Valeurs des facteurs de l'étude paramétrique de la fibre élémentaire

Facteurs	Nom	Niv. min. -1	Niv. max. +1
Fraction cellulose (fibre) [%]	A	60	80
Fraction hémicellulose (matrice) [%]	B	10	15
Fraction polymères amorphes (PA) (matrice) [%]	C	2	5
Module longitudinal cellulose [GPa]	D	120	140
Module transverse cellulose [GPa]	E	20	30
Module hémicellulose [GPa]	F	2	8
Module polymères amorphes [GPa]	G	2	4
Elancement fibre (L/D)	H	10	100
Angle microfibrillaire [°]	J	6	12

II.3.2. Confrontation essais expérimentaux et modélisation

Nous proposons alors de déterminer le module longitudinal à travers une modélisation. Dans cette partie, nous utilisons l'équation 2.2.26. Les équations obtenues par l'analyse DOE données ci-dessous décrivent le module de traction longitudinal en fonction des paramètres listés dans le Tableau 18. Ces équations ne prennent pas en compte les interactions entre les facteurs qui sont présentés en Annexe III. En effet, nous souhaitons faire le parallèle entre ces équations et le modèle présenté au paragraphe II.2.2. Par contre, les effets des interactions sont présentés graphiquement sur le diagramme Pareto (Figure 73) ce qui nous permet d'identifier les interactions non négligeables.

$$E_{Z_{ini}}(AMF) = 56.5 + 15.1 \times A + 2.1 \times B + 0.4 \times C + 2.7 \times D + 0 \times E + 3.9 \times F + 0.6 \times G + 11.4 \times H - 7.6 \times J \quad (2.2.28)$$

$$E_{Z_{fin}}(0^\circ) = 72.2 + 18.2 \times A + 1.8 \times B + 0.8 \times C + 4.7 \times D + 0 \times E + 5.6 \times F + 0.9 \times G + 18.4 \times H + 0 \times J \quad (2.2.29)$$

La figure ci-dessous permet d'identifier les facteurs du Tableau 18 prépondérants et ceux négligeables sur la réponse module longitudinal final.

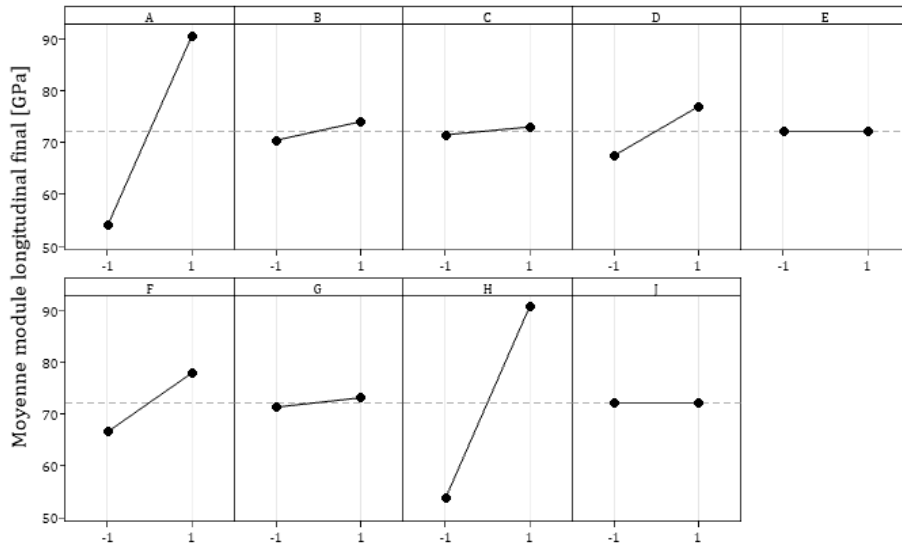


Figure 72 : Effet des facteurs sur la réponse module longitudinal final $E_{Z_{fin}}$

On remarque que le facteur prépondérant sur le module de traction initial et final est la fraction volumique de cellulose (facteur A). Ce résultat est en accord avec la littérature ; en effet, il a été prouvé que la cellulose donne la majeure partie de la force et de la rigidité à la fibre [31], [87]. Evidemment le facteur D (module longitudinal de la cellulose) a un rôle important. De plus, le rapport L/D joue également un rôle important dans la rigidité à la traction selon l'analyse de Pareto (Figure 73). C'est pourquoi l'approximation de cette valeur peut être discutée et des recherches plus précises doivent être menées sur la valeur de ce rapport d'aspect. On peut également noter des interactions importantes entre le rapport L/D (facteur H) et les propriétés des biomolécules. Le module final $E_{Z_{fin}}$ est non dépendant de la valeur de l'AMF (facteur H) car on considère que les microfibrilles sont entièrement réorientées à la fin de l'essai de traction avec $\theta = 0^\circ$. Pour le module de traction initial, une interaction entre l'AMF (facteur H) et la fraction volumique de la cellulose (facteur A) est observée. Ce résultat est également décrit avec précision dans les travaux de Komuraiah et al [31] : La teneur en cellulose affecte l'angle des microfibrilles. En effet, les fibres sont rigides et ont une résistance élevée à la traction si les microfibrilles sont alignées avec l'axe de la fibre. Une diminution de la teneur en cellulose augmente l'AMF, diminuant ainsi la résistance à la traction [127]. Selon la Figure 23, on note également que le coton a un angle microfibrillaire important à un niveau de contraintes à rupture faible comparé aux autres fibres et ceci s'explique par l'interaction forte en la cellulose et l'AMF. Évidemment, l'angle microfibrillaire (facteur J) joue un rôle important dans la réponse du module longitudinal de la fibre. Cette conclusion est régulièrement observée dans la littérature [120], [121] notamment pour les fibres de bois dont l'angle microfibrillaire peut être plus important (Figure 23). Le module de l'hémicellulose (facteur F) joue également un rôle important dans la rigidité de la fibre avec une forte corrélation avec l'élancement de la fibre

(facteur H). Cette observation sur l'hémicellulose est également décrite dans les travaux de Komuraiah et al. [31] et Camargo et al. [87]. Une forte corrélation est observée entre la teneur en cellulose (facteur A) et l'élancement de la fibre (facteur H). En effet, les microfibrilles sont des chaînes de cellulose. Dans tous les cas, l'élancement de la fibre joue un rôle important, ce qui justifie une étude approfondie à ce sujet.

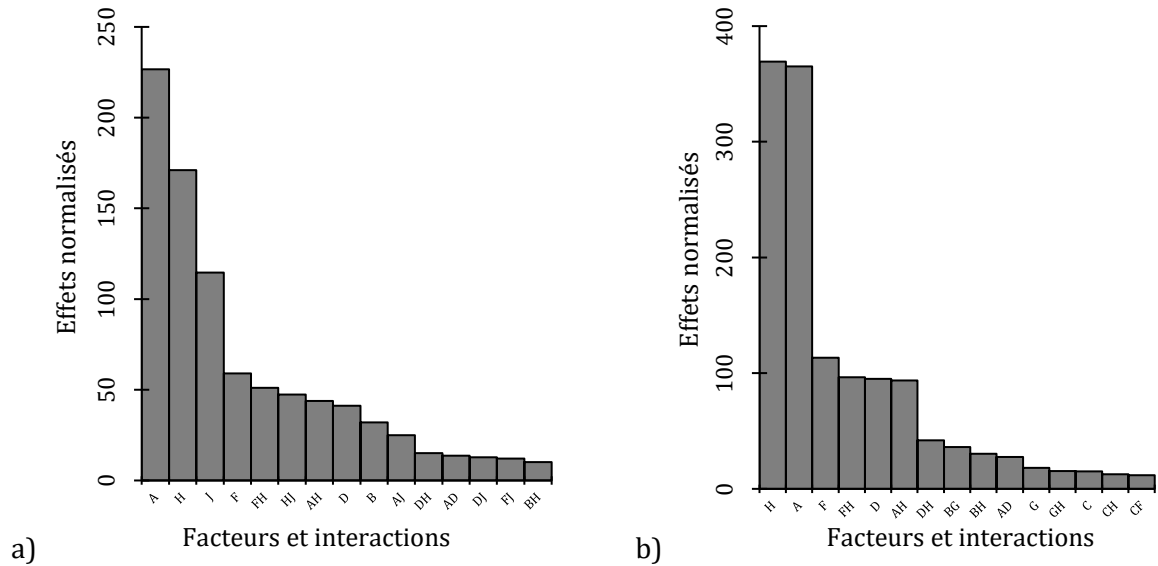


Figure 73 : Diagramme Pareto des effets normalisés : a) Réponse module longitudinal initial $E_{Z\ ini}$ $\vartheta \neq 0^\circ$; b) Réponse module longitudinal final $E_{Z\ fin}$ $\vartheta = 0^\circ$

En isolant des deux facteurs prépondérants (A et H, soit la fraction de cellulose et l'élancement de la fibre), il est possible de voir leurs effets et l'interaction forte associée. Le coefficient d'interaction entre la fraction de cellulose et le module de l'hémicellulose est de -4.7 . En effet, ce sont les fibrilles de cellulose qui présentent un élancement dans la fibre élémentaire. Les effets des facteurs A et H et leur interactions sont illustrés dans la Figure 74.

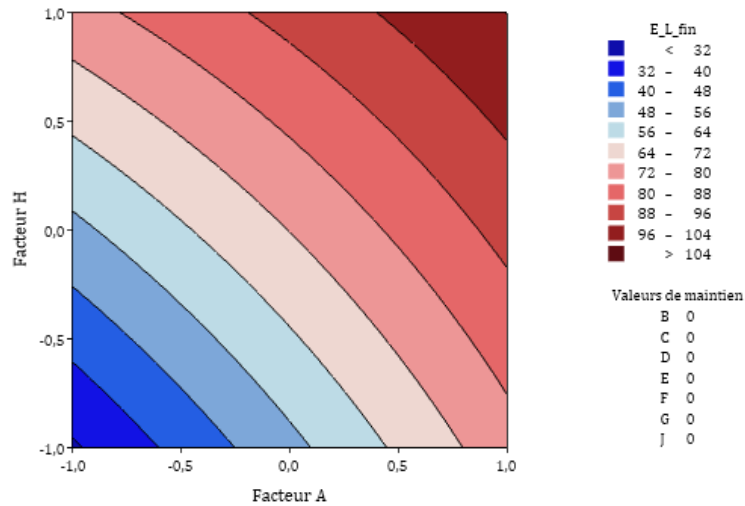


Figure 74 : Graphique de contour - Effet des facteurs A et H sur le module longitudinal final E_{L_fin} (Les autres facteurs sont au niveau 0)

II.3.3. Optimisation des réponses

Pour réaliser un algorithme d'optimisation, un intervalle de confiance est fixé à 95 % et les valeurs cibles sont les valeurs expérimentales : $E_{Z_ini}(MFA) = 33.5$ GPa et $E_{Z_fin}(0^\circ) = 61.5$ GPa. Ceci conduit à la combinaison suivante pour les facteurs :

Tableau 19 : Valeurs des paramètres pour optimiser les réponses cibles

Facteur	Nom	Niveau	Valeur
Fraction volumique de la cellulose [%]	A	-0.16	≈ 68 %
Fraction volumique de l'hémicellulose [%]	B	-1	10 %
Fraction volumique du polymère amorphe (PA) [%]	C	-1	2 %
Module longitudinal cellulose [GPa]	D	0.66	≈ 137 GPa
Module transversal cellulose [GPa]	E	1	30 GPa
Module hémicellulose [GPa]	F	-0.89	≈ 2.3 GPa
Module polymères amorphes [GPa]	G	-0.54	≈ 2.5 GPa
Élancement fibre (L/D)	H	-0.07	≈ 470
Angle microfibrillaire [°]	J	1	12 °

Pour cibler les valeurs expérimentales avec un intervalle de confiance à 95 % pour les deux cibles, il faut que l'angle microfibrillaire soit de 12 ° et l'élancement de la fibre soit de 470.

L'algorithme nous donne aussi que la valeur maximale théorique pour le module longitudinal de la fibre est de 113.1 GPa et minimale théorique de 15.7 GPa.

II.3.4. Évaluation du module transverse de la fibre élémentaire

Le module transverse est difficile expérimentalement à déterminer [120], [126], [128]. Nous proposons alors de déterminer ce module à travers un modèle analytique. Dans cette partie, nous utilisons l'équation 2.2.27. Les équations obtenues par l'analyse DOE données ci-dessous décrivent le module transverse de traction en fonction des paramètres listés dans le Tableau 18. En première approche, nous avons retiré de ces équations les interactions entre les facteurs qui sont présentés en Annexe III. En effet, nous souhaitons faire le parallèle entre ces équations et le modèle présenté paragraphe II.2.2. Par contre, les effets des interactions sont présentés graphiquement sur le diagramme Pareto (Figure 76) ce qui nous permet d'identifier les interactions non négligeables.

$$E_{Y_{ini}}(\text{MFA}) = 11.7 + 5.3 \times A + 0.7 \times B + 0.3 \times C + 0 \times D + 1.4 \times E + 2.1 \times F + 0.3 \times G + 0 \times H - 0 \times J \quad (2.2.30)$$

$$E_{Y_{fin}}(0^\circ) = 11.8 + 5.4 \times A + 0.7 \times B + 0.3 \times C + 0 \times D + 1.5 \times E + 2.2 \times F + 0.4 \times G + 0 \times H - 0 \times J \quad (2.2.31)$$

La figure ci-dessous permet d'identifier les facteurs du Tableau 18 prépondérants et ceux négligeables sur la réponse module transversal final.

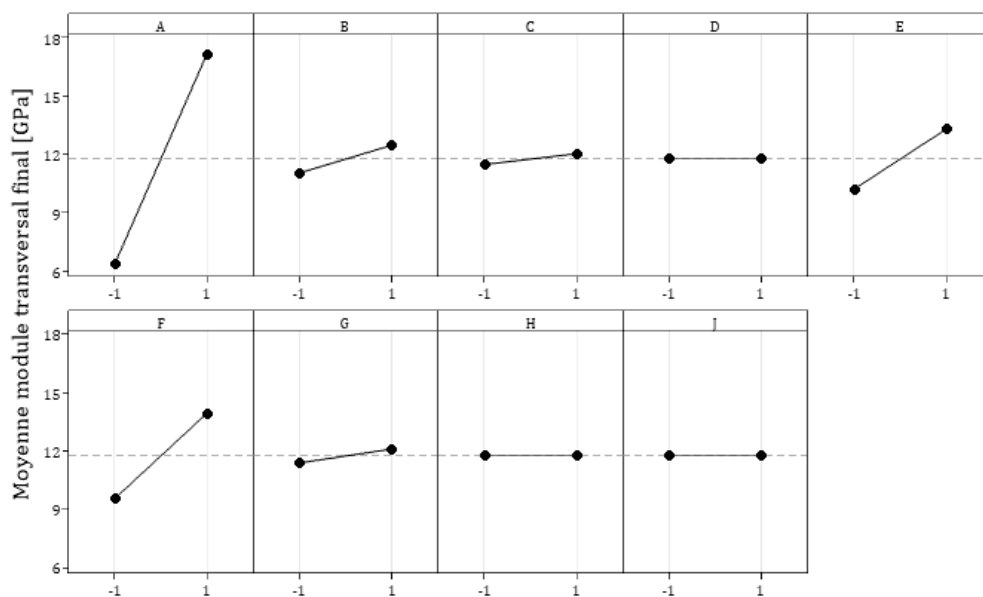


Figure 75 : Effet des facteurs sur la réponse module transversal final $E_{Y_{fin}}$

Dans les équations 2.2.30 et 2.2.31 qui modélisent le module transverse de la fibre dans le repère de la fibre, nous pouvons voir que les facteurs les plus influents sont : le facteur A, qui correspond à la fraction volumique de la cellulose, le facteur E qui correspond au module transverse de la cellulose et le facteur F qui correspond au module d'Young de l'hémicellulose.

D'après Salmén et al. [86], le module transverse pour les fibres de bois est majoritairement influencé par l'hémicellulose (facteurs B et F). Notre plan d'expérience met en évidence un phénomène similaire puisque la fibre de lin dépend aussi de B et F (facteurs identifiés sur les diagrammes Pareto de la Figure 76). Le module transverse de la fibre dépend très peu du module longitudinal de la cellulose et de l'AFM. En effet, les deux agissent dans la direction longitudinale de la fibre. Cependant, le module transverse va dépendre très fortement de la fraction de cellulose dans la fibre (facteur A). Cette conclusion est également apportée par Salmén et al. [86] en notant que la cellulose est le facteur majeur. Enfin, logiquement le facteur E (module transverse de la cellulose) joue un rôle important dans le module transverse. Nous avons donc dans l'ordre des effets des facteurs : la fraction en cellulose, le module de l'hémicellulose puis le module transverse de la cellulose. Dans le cas du module transverse, l'éclatement des fibres n'intervient pas. En effet, si on se réfère aux équations d'Halpin-Tsai (2.2.21 et 2.2.22), le rapport L/D n'intervient que dans la définition du module longitudinal et pas celui transversal.

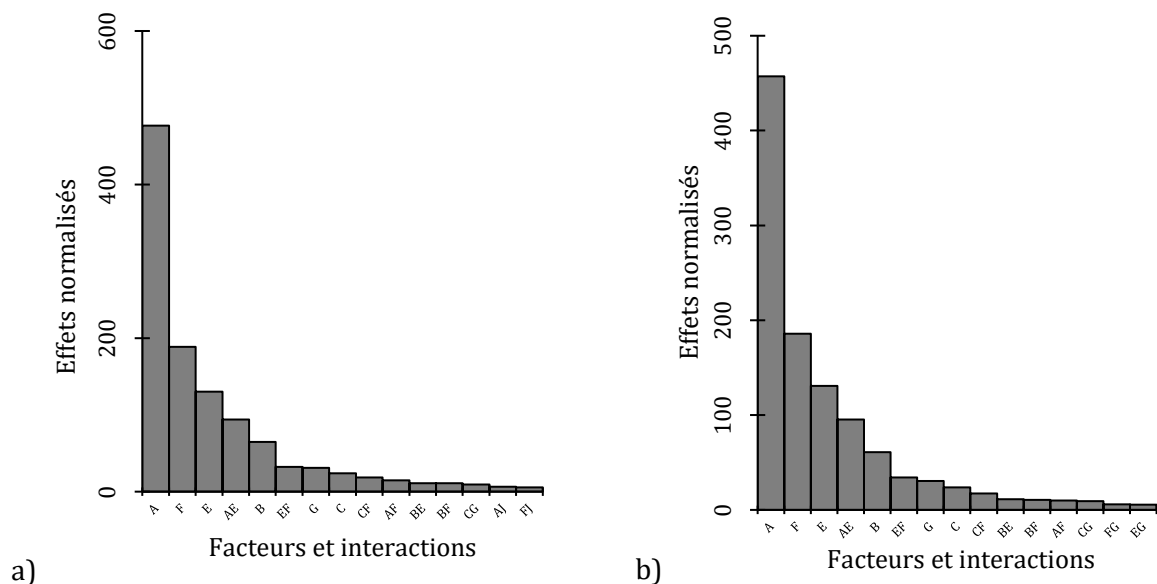


Figure 76 : Diagramme Pareto des effets normalisés : a) Réponse module transverse initial $E_{Y\ ini} \vartheta \neq 0^\circ$; b) Réponse module transverse final $E_{Y\ fin} \vartheta = 0^\circ$

Il n'est pas judicieux de donner une valeur précise du module transverse sans essai expérimental. Cependant, il est possible de donner une valeur théorique moyenne où tous les facteurs sont au niveau 0, intermédiaire entre le niveau -1 et 1 (Tableau 18). Soit $E_Y = 11.8$ GPa (équation 2.2.31). La valeur obtenue grâce au modèle est du même ordre de grandeur que celle proposée par Baley et al. [128], c'est-à-dire 8 GPa. L'algorithme nous donne de plus une valeur maximum théorique pour le module transverse de la fibre qui est de 23.7 GPa et le minimum théorique qui est de 2.9 GPa.

Finalement, il est également possible de voir l'effet des deux facteurs A et F principaux et de voir leurs effets et leur faible interaction associée (A et F correspondant au volume de cellulose et le module de l'hémicellulose respectivement). Une corrélation négligeable a été calculée entre la fraction de cellulose et le module de l'hémicellulose (- 0.11). En effet, les deux biomolécules ont des rôles bien différents dans la fibre et n'ont donc pas d'interaction entre elles.

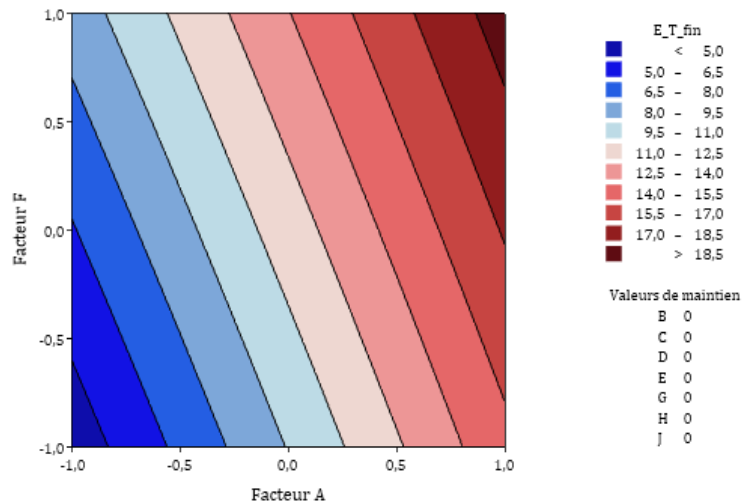


Figure 77 : Graphique de contour - Effet des facteurs A et F sur le module transversal final $E_{T_{fin}}$ (Les autres facteurs sont au niveau 0)

Si on compare les valeurs minimales et maximales des modules longitudinaux et transversaux sur la Figure 77, alors, on obtient un ratio de 3 à 12. Ce sont des valeurs que l'on retrouve dans la littérature [126], [209].

II.3.5. Effet du facteur d'élanement L/D sur le module longitudinal de la fibre

Salmén et al. dans une publication de 1985 [97] ont estimé une valeur de 50000 comme facteur d'élanement L/D (longueur/diamètre) des microfibrilles de cellulose en effectuant des analyses morphologiques de la cellulose. Cette valeur a été utilisée dans les travaux de Baley [104]. De plus, cette valeur est fixée à 50000 uniquement pour considérer une fibre infinie. Néanmoins, une publication récente a montré que la structure des microfibrilles est constituée d'une succession de régions cristallines et de régions amorphes (Figure 78). Si la région amorphe ne contribue pas à la rigidité des microfibrilles, le rapport longueur/diamètre serait donc plus petit. En prenant en compte cette hypothèse, l'ordre de grandeur du rapport d'élanement longueur/diamètre peut également être compris entre 10 et 1000 [77], [97], [204], [207], [210]. Note : Au-dessus de 1000, l'élanement des microfibrilles ne semble pas avoir d'influence sur la raideur de la fibre si on interprète la courbe tracée sur la Figure 79.

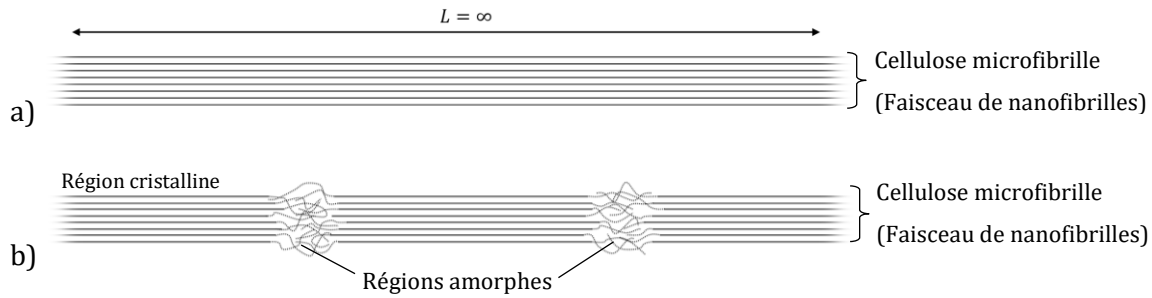


Figure 78 : Représentation schématique d'une microfibrille de cellulose a) Longueur infinie ; b) Succession de régions cristallines et amorphes

Les valeurs calculées par les modèles micro-macro des propriétés élastiques de la fibre de lin sont relativement satisfaisantes si on les compare aux valeurs expérimentales. Néanmoins, la valeur du rapport L/D fait l'objet d'une discussion. Une valeur supérieure à 1000 considère raisonnablement une fibre longue et infinie. En dessous de cette valeur, une variation conséquente du module de traction calculé est observée (Figure 79). Cette variation provient des équations d'Halpin-Tsai (équations 2.2.17 et 2.2.18) où les autres paramètres de la fibre sont fixés aux valeurs moyennes. Comme le montre la Figure 79, une variation de la valeur L/D de 1 à 1000 peut affecter la valeur du module de traction théorique. Il est d'ailleurs à noter qu'un rapport d'aspect supérieur à 500 n'aura que peu d'effets sur les propriétés mécaniques (Figure 79). En outre, il a été prouvé dans la section II.3.2, que la valeur L/D a un effet important sur le module de traction en interaction avec d'autres facteurs.

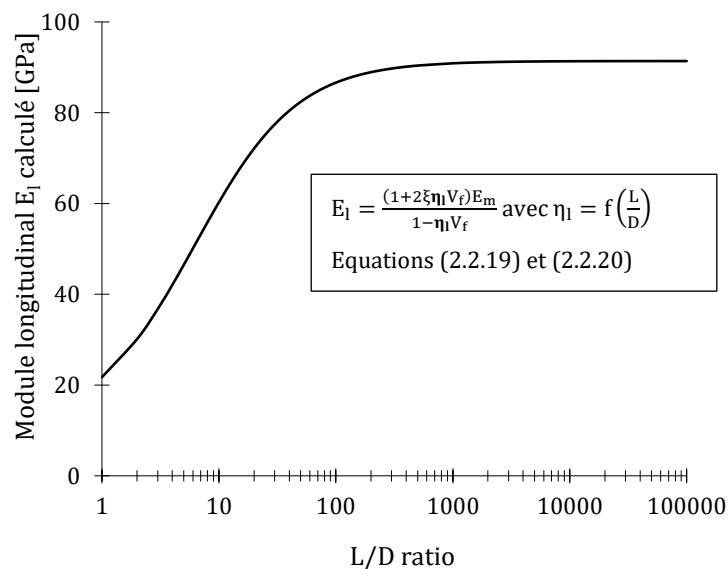


Figure 79 : Effet du rapport L/D sur le module longitudinal calculé ($AMF = 0$ °)

Note : D'après Placet et al. [119], l'essai de traction induit un réaligement des fibrilles mais également une cristallisation de la cellulose amorphe. Le module de la cellulose cristalline se situe entre 120 et 140 GPa et des études ont montré que le module de la cellulose amorphe se

situait entre 5 et 15 GPa [79], [206]. Dans les travaux de modélisation, il a été supposé que la structure cellulose amorphe/cristalline reste la même durant l'essai de traction.

Conclusion du chapitre

Ce chapitre apporte plusieurs réponses sur le comportement mécanique des fibres élémentaires de lin, renforts du composite Lin/Elium. La première partie de ce chapitre a montré les résultats des essais de traction sur les fibres élémentaires à différentes vitesses de déformation. Les résultats ont révélé les effets importants de la microstructure sur les propriétés en traction. La variabilité des propriétés mécaniques est également un facteur important à prendre en compte à cette échelle d'étude. Nous avons montré que l'augmentation de la vitesse de déformation entraîne une diminution de la contrainte à rupture et du module longitudinal des fibres. La structure composite complexe anisotrope des fibres élémentaires induit des mécanismes de déformation et d'endommagement qui diffèrent par rapport à ceux des fibres de verre. Nous avons réalisé des observations aux MEB en vue de comprendre les mécanismes provoquant la rupture des fibres mais qui s'avère insuffisantes pour conclure de façon certaine à ce sujet.

Concernant le modèle d'homogénéisation proposé pour modéliser le comportement en traction d'une fibre élémentaire, la première étape a été de partir de la modélisation introduite par Baley [104] et de la compléter par une analyse par plans d'expériences. Ce modèle permet de prendre en compte la morphologie et la composition complexe d'une fibre. La modélisation a ainsi été utilisée en apportant des données complémentaires : Comme les fibres ont un grand nombre de paramètres influents sur les propriétés mécaniques, l'idée est de proposer un modèle analytique dont on obtient des équations en fonction des paramètres des fibres. Les essais expérimentaux permettent d'affiner le modèle et de tester sa pertinence. Ainsi, ces équations permettent d'avoir des bornes minimales et maximales, des valeurs moyennes et d'étudier les effets des facteurs. À terme, il serait intéressant de tester des fibres élémentaires dont on connaît précisément la composition en cellulose, hémicellulose, lignine et porosité et de tester le modèle d'homogénéisation pour vérifier qu'il corrobore aux données expérimentales. L'autre avantage de la modélisation est de pouvoir donner une valeur théorique du module transverse d'une fibre élémentaire. Une ouverture intéressante serait de développer un montage expérimental en s'inspirant de Kawabata [129] pour tester la fibre dans sa direction transverse et obtenir une valeur expérimentale à comparer avec la valeur donnée par le modèle. L'objectif dans la partie suivante sera d'utiliser les valeurs du module longitudinal des fibres obtenues par modélisation et d'utiliser de nouveaux modèles d'homogénéisation à l'échelle mésoscopique avec les propriétés de la résine pour obtenir les propriétés du composite. L'objectif est alors de prédire les propriétés du composite connaissant les propriétés des bio-molécules à l'échelle nanoscopique.

Chapitre 3

Caractérisation et modélisation multi-échelle du comportement en vitesse d'un composite Lin/Elium

Introduction

Dans ce chapitre, une étude complète à l'échelle du composite est réalisée. La Partie 1 est dédiée à une analyse morphologique du composite. Ces mesures permettront par exemple d'obtenir la valeur précise du volume de fibres et de porosité dans le composite et de comprendre comment s'organisent les fibres de lin dans la résine Elium. Ensuite, la Partie 2 traite de la caractérisation expérimentale et des mécanismes d'endommagement à l'échelle du stratifié Lin/Elium. Dans cette partie, des essais de traction et de compression sont réalisés en régime quasi-statique à température constante. Des essais complémentaires de flexion ainsi qu'une première analyse de la sensibilité à la température a été réalisée mais ne sera pas présentée dans cette partie. De manière à ne pas alourdir le document, les effets de la température sur les propriétés mécaniques en quasi-statique et dynamique sont présentés en Annexe IV. La Partie 3 traite de la caractérisation expérimentale et de la sensibilité à la vitesse de déformation du composite Lin/Elium en traction et en compression. En compression, les essais expérimentaux sont réalisés sur une large plage de vitesse de déformation ce qui permet une étude approfondie des effets de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques du composite. Nous proposerons également un modèle qui décrit la sensibilité à la vitesse de déformation du composite. Enfin, la Partie 4 propose une approche multi-échelle sur l'homogénéisation du stratifié Lin/Elium. Ces résultats permettent de faire le lien entre le modèle d'homogénéisation proposé dans le Chapitre 2 à l'échelle de la fibre élémentaire et de l'étendre au modèle d'homogénéisation à l'échelle du pli proposé dans ce chapitre.

Partie 1 : Caractérisation morphologique du stratifié lin/Elium

Dans un premier temps, nous présentons comment ont été fabriquées les plaques dans lesquels sont prélevés des échantillons permettant d'effectuer les observations de microstructures. Ces plaques seront aussi utilisées pour y prélever les éprouvettes normalisées permettant de caractériser mécaniquement le comportement du composite présenté dans la Partie 2 et la Partie 3. Nous préférons présenter ici tout ce qui concerne la préparation des plaques et des éprouvettes afin de ne pas alourdir les parties dédiées à la présentation des essais. L'étude morphologique effectuée sur les plaques composites nous permet de comprendre comment s'organisent les fibres dans la résine et permet de déterminer précisément la constitution du composite à savoir la masse volumique, le pourcentage massique de fibres dans le composite et la porosité du composite.

I. Préparation des plaques composites

Le stratifié étudié est composé de résine Elium XO 188 et de plusieurs couches de tissus unidirectionnels FlaxTape 110 g/m² d'épaisseur 0.3 mm, positionnés selon différentes orientations. Les plaques ont été réalisées au centre technique de Lacq de Arkema par le procédé d'infusion sous vide. La pression d'infusion est de -0.85 ± 0.05 bar. Une post-cuisson de 2 h à 80 °C ou 16 h à 40 °C est appliquée après polymérisation. Le comportement du composite final étant orthotrope, pour pouvoir identifier la matrice de rigidité du composite lin/Elium, plusieurs séquences d'empilements sont élaborées : $[0]_{12}$, $[0,90]_{3s}$, $[0]_{40}$ et $[0,90]_{10s}$. Des éprouvettes calibrées en fonction de l'essai à réaliser sont ensuite découpées dans les plaques. En raison du comportement thermoplastique de la résine, des précautions sont prises lors de l'usinage pour éviter que la résine ne fonde. L'outil est refroidi à l'air avec aspiration constante des copeaux. Une fraise 1 dent de 2 mm de diamètre est utilisée pour faciliter l'évacuation des copeaux. La vitesse de rotation de la broche est définie à 15900 tr/min et la vitesse d'avance à 200 mm/min. Un pli Lin/Elium a une épaisseur moyenne de 0.3 mm. Les éprouvettes testées sont composées de 12 plis, les éprouvettes ont donc une épaisseur d'environ 3.6 mm.

Afin de garantir une bonne tenue des éprouvettes dans les mors de la machine et de ne pas endommager le matériau lors du serrage des mors, des talons sont collés, selon la norme en vigueur, avec une résine Epoxy L. Les talons de 2 mm d'épaisseur sont des bicouches composées d'une première couche composite époxy/fibres de verre orientés à 45° et d'une couche de cuivre en surface d'une épaisseur de 35 µm. Pour les essais en traction quasi-statique, les éprouvettes sont découpées dans le stratifié unidirectionnel (ou UD) $[0]_{12}$ et le stratifié symétrique $[0,90]_{3s}$. Les empilements $[+45,-45]_{3s}$ et $[+67.5,-22.5]_{3s}$ sont découpés dans les

plaques stratifiées [0,90]_{3s}. Les éprouvettes de flexion sont identiques à celles réalisées pour la traction mais ne sont pas équipées de talon.

Les éprouvettes de compression sont découpées dans les plaques [0]₄₀ et [0,90]_{10s} aussi bien pour le quasi-statique que pour le dynamique. Pour ces éprouvettes, les fibres sont colinéaires avec l'axe du cylindre. Le stratifié [0,90]_{10s} permet également de découper des éprouvettes de compression selon l'empilement [+45,-45]_{10s}.

II. Analyse morphologique du stratifié Lin/Elium

Des mesures sont réalisées pour caractériser la densité et la morphologie du composite, notamment le calcul du volume de fibres V_f et de porosité du composite V_p . La méthode du pycnomètre à eau permet la mesure de la densité et du volume de fibres et les analyses de coupes histologiques permettent de compléter les mesures de volumes de fibres. Ces deux techniques offrent des méthodes indirectes de mesure du volume de porosité dans le composite. En complément, des mesures directes de porosités sont réalisées par tomographie. Chaque mesure se fait sur des échantillons prélevés sur un composite UD.

II.1. Détermination de la densité par l'utilisation d'un pycnomètre



Figure 80 : Pycnomètre 50 ml utilisé pour les mesures de masse volumique

Les matériels nécessaires pour réaliser ces mesures sont : Une balance de précision de marque Denver Instrument APX-200, de précision 1×10^{-4} g, et un pycnomètre à eau de volume 50 ml. Les mesures au pycnomètre sont réalisées selon la norme NF EN ISO 1183-1. La taille des échantillons sont de $15 \times 5 \times 3.6 \text{ mm}^3$. La masse volumique de l'eau distillée a été mesurée à $\rho_{IL} = 1.0259 \text{ g/cm}^3$. Ainsi, la masse volumique de l'échantillon a été mesurée et calculée, en supposant nul le taux de porosité, selon la formule :

$$\rho_s = \frac{m_s \times \rho_{IL}}{m_1 - m_2} \quad (3.1.1)$$

Où m_s est la masse de l'échantillon, m_1 la masse apparente du liquide nécessaire pour remplir le pycnomètre vide et m_2 la masse apparente de liquide nécessaire pour remplir le pycnomètre contenant l'échantillon. Il a donc été mesuré $\rho_s = 1.2525 \pm 0.0316 \text{ g/cm}^3$. Le coefficient de variation vaut : $\frac{\sigma}{\rho_s} = 2.5 \%$.

De plus, un premier calcul du volume de fibres basé sur la loi des mélanges peut être réalisé grâce à la formule [3] :

$$V_f = \frac{M_f/\rho_f}{M_f/\rho_f + (1 - M_f)/\rho_m} \quad (3.1.2)$$

Dans l'échantillon testé, la masse théorique de lin est : $m_f = n_{\text{plis}} \times m_{\text{of}} \times S_{\text{pli}} = 0.1004 \text{ g}$
 m_{of} est le grammage du pli, avec $m_{\text{of}} = 110 \text{ g/m}^2$.

$$M_f = \frac{m_f}{m_s} = 42.4 \pm 3.5 \%; \rho_f = 1.450 \text{ g/cm}^3; \rho_m = 1.190 \text{ g/cm}^3$$

Les calculs donnent :

$$V_f = 37.7 \pm 3.3 \%$$

Dans la réalité, des porosités existent dans le composite. Un premier calcul de porosité peut être effectué grâce à la mesure de la masse volumique du composite :

$$\text{Comme } 1 = V_f + V_m + V_p \text{ et } V_f = M_f \times \frac{\rho_s}{\rho_f} \text{ et } V_m = M_m \times \frac{\rho_s}{\rho_m} = (1 - M_f) \times \frac{\rho_s}{\rho_m} \quad [3]$$

D'où :

$$1 = M_f \times \frac{\rho_s}{\rho_f} + (1 - M_f) \times \frac{\rho_s}{\rho_m} + V_p \quad (3.1.3)$$

$$V_p = 1 - \rho_s \left(\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{1 - M_f}{\rho_m} \right) \quad (3.1.4)$$

Les calculs donnent :

$$V_p = 2.8 \pm 2.0 \%$$

L'écart-type obtenu est très grand en comparaison à la moyenne. Ceci provient de la précision des outils de mesure et de l'évaluation de la masse de lin dans les petits échantillons.

II.2. Mesure du volume de fibres par analyse de coupes histologiques

La seconde technique consiste à mesurer le volume de fibres en analysant des coupes histologiques sur le composite Lin/Elium. Les coupes histologiques réalisées sur les fibres techniques pour mesurer les diamètres et sections des lumens (Chapitre 2) sont faites à partir

de faisceaux noyés dans un bloc de paraffine. Dans le cas du composite, la résine Elium a une dureté plus grande que la paraffine et l'utilisation d'une lame diamant est nécessaire pour réaliser des sections minces. Les coupes sont réalisées à l'Institut d'Histologie de l'Université de Strasbourg. Un microtome de marque Leica Ultracut UCT est ainsi utilisé pour réaliser des sections de 7 μm d'épaisseur et sont ensuite placées sur les lames minces et colorées au bleu de toluidine pour faciliter l'observation des fibres au microscope optique. Les volumes de fibres sont calculés automatiquement à l'aide du logiciel ImageJ grâce à l'algorithme de traitement d'image de ImageJ. Les mesures ont été faites sur 22 coupes minces prises aléatoirement. Nous mesurons ainsi :

$$V_f = 38.4 \pm 2.7 \%$$

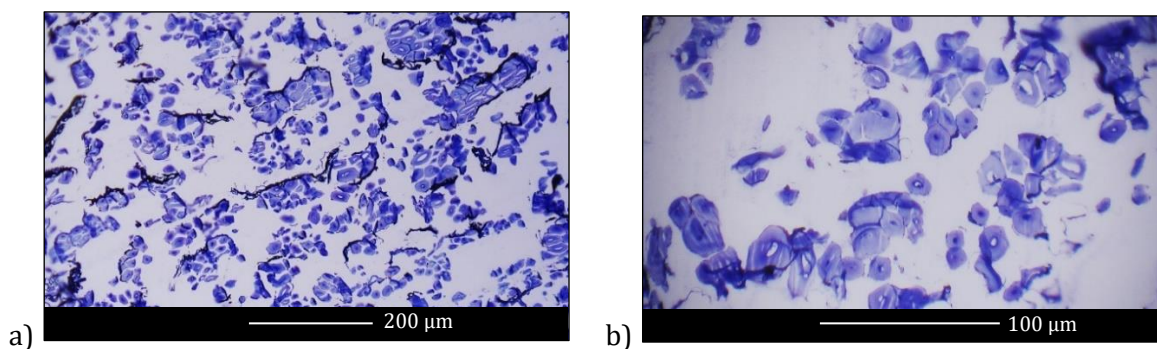
M_f est ainsi calculé par la formule : $M_f = V_f \times \frac{\rho_f}{\rho_s} = 44.4 \pm 3.1 \%$

Et d'après les précédentes formules $V_p = 1 - \rho_s \left(\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{1-M_f}{\rho_m} \right)$

D'où :

$$V_p = 3.1 \pm 0.6 \%$$

Cette mesure de porosité est indirecte et ce qui est mesuré est directement le volume de fibres occupé sur la section mince. Parmi les différents clichés traités, certains sont présents sur la Figure 81 : L'image a) correspond à une coupe histologique observés sous microscope optique dont les fibres ont été colorées pour faciliter leur identification. L'image b) correspond également à une coupe histologique colorée, mais à un grossissement plus important. L'image c) illustre le processus automatique de traitement d'image en deux seuils de couleur (*Thresholding*) pour avoir une image binaire qui permet l'identification des frontières des fibres (lumen compris), ainsi que le décompte des surfaces. L'image d) illustre un masque de superposition appliqué après le traitement d'image. Ce masque permet notamment d'identifier les fibres regroupées par faisceaux.



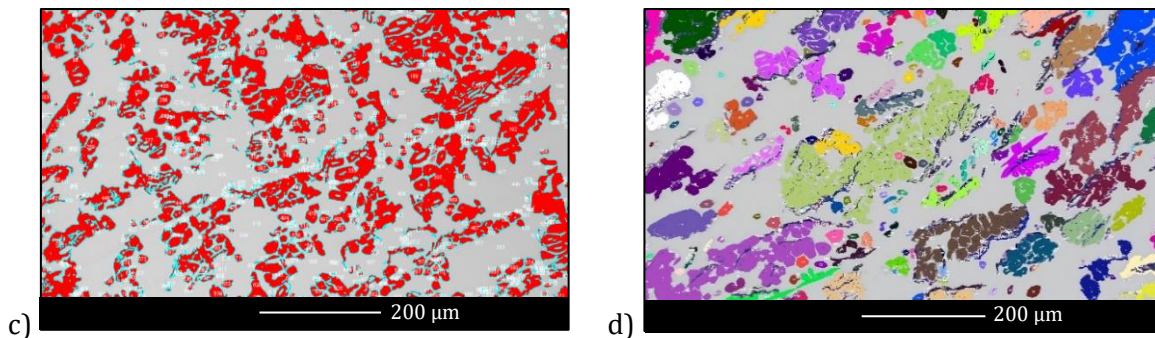


Figure 81 : a) et b) Coupes histologiques colorées du composite ; c) Reconnaissance automatique de surface des fibres ; d) Reconnaissance des contours des fibres

Le passage de la lame diamant au microtome permet d'avoir une section du composite très lisse et permet d'identifier très clairement les fibres techniques dans la résine Elium. La Figure 82 illustre les sections lisses sur : a) un empilement $[0]_{12}$ et b) sur un empilement $[0,90]_{3s}$. Sur la section de l'empilement $[0,90]_{3s}$, il peut être très clairement observé les successions d'orientation des plis dans le stratifié.

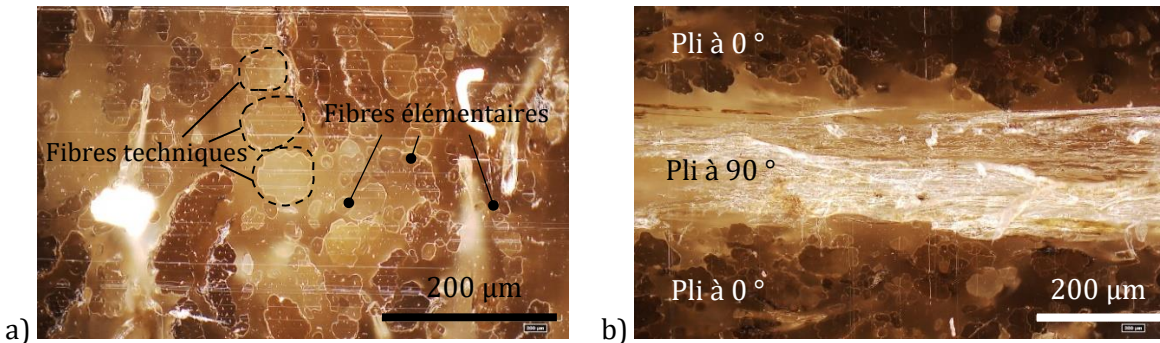


Figure 82 : Coupe lisse au microtome à lame diamant des composites : a) $[0]_{12}$; b) $[0,90]_{3s}$

Lors de l'analyse par comptage de surface automatique avec ImageJ, nous avons noté que selon la taille de l'image à analyser, le taux de fibres n'était pas constant. Nous avons donc cherché à mesurer un volume élémentaire représentatif (VER) afin de fiabiliser le calcul du taux de fibres.

II.3. Méthode de détermination du volume élémentaire représentatif

Pour mesurer le volume de fibres, il est nécessaire de connaître la surface minimale d'étude qui donne une valeur régulière du volume de fibres. Cette surface minimale s'apparente au volume élémentaire représentatif (VER) en surfacique. Dans notre étude, nous chercherons ainsi à déterminer la surface élémentaire de référence SER. Pour cela, différents carrés de surface sont étudiés en commençant par des surfaces de référence de $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ jusqu'à $470 \times 470 \mu\text{m}^2$. L'objectif est de savoir à partir de quelles surfaces de référence il n'y a plus de variation de mesure du volume de fibres. Les résultats sont illustrés sur la Figure 83. À partir d'une surface de $100000 \mu\text{m}^2$ (environ $316 \times 316 \mu\text{m}^2$), le plateau de 5 % de coefficient de variation (écart-type

sur moyenne) est atteint. Le dernier point de mesure de volume de fibres n'a pas de coefficient de variation car la mesure se fait sur toute l'image et donc, une seule valeur de volume de fibres est disponible. Pour les quatre premiers points, 15 mesures de V_f sont réalisées. Certes, plusieurs mesures de surfaces de $2500 \mu\text{m}^2$ ($50 \times 50 \mu\text{m}^2$) vont donner une valeur moyenne représentative, mais l'écart-type sera très grand. À cette section, le volume de fibres le plus faible mesuré sera de 7.1 % et le plus grand mesuré sera de 81.6 %.

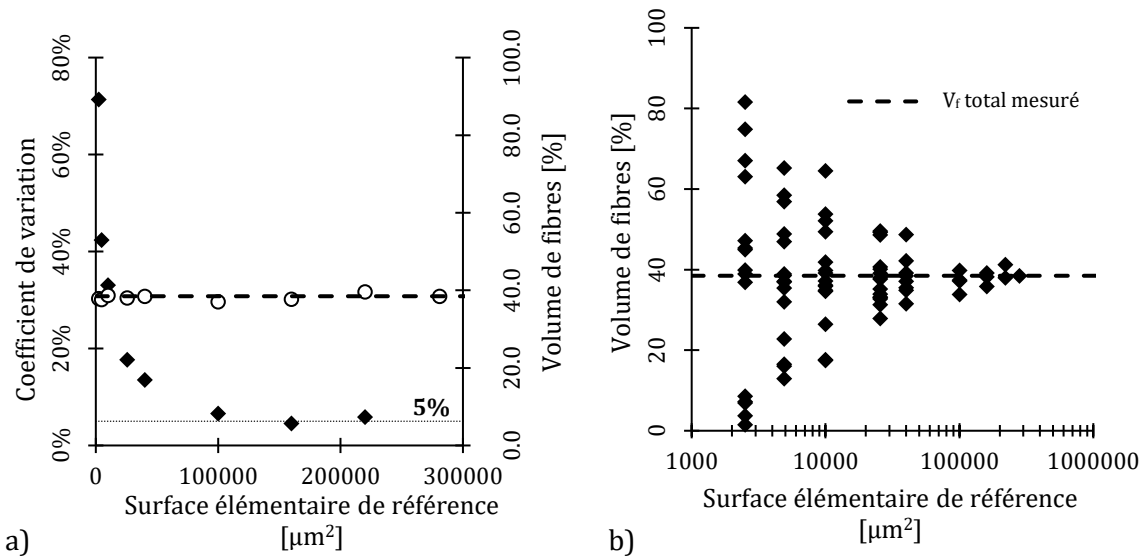


Figure 83 : Étude du volume de fibres en fonction de la section élémentaire de référence : a) ○ : moyenne de tous les V_f mesurés ; b) ◆ Différents V_f mesurés en fonction de la section considérée

Pour avoir une SER fiable pour un composite renforcé de fibres de lin, il est recommandé d'avoir les dimensions suivantes : $SER = (20 \times \overline{D}_{\text{fibre}})^2$. Si maintenant, un stratifié bi-directionnel est considéré, alors une surface de $400000 \mu\text{m}^2$ permettra de prendre en compte les différentes orientations des plis ainsi que de déterminer le volume de fibres représentatif. Dans notre étude, la SER est de $100000 \mu\text{m}^2$ (soit $316 \times 316 \mu\text{m}^2$), et semble donc cohérente avec l'épaisseur d'un pli composite qui est de $300 \mu\text{m}$.

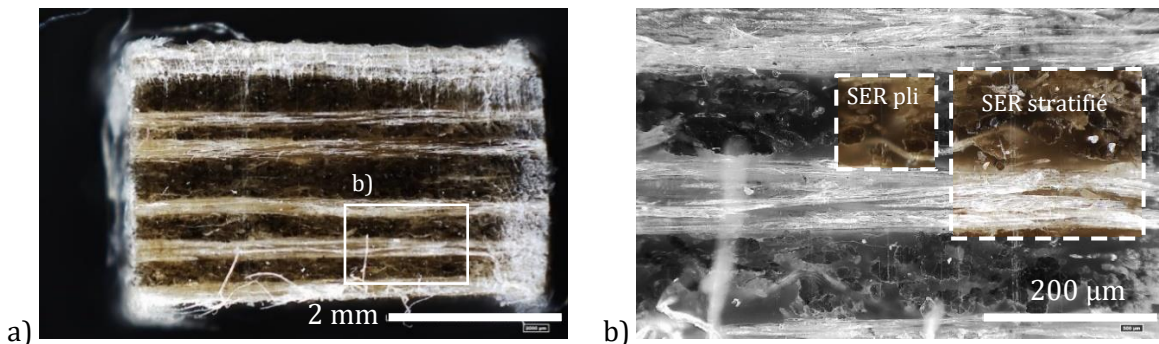


Figure 84 : a) Section lisse d'un stratifié bi-directionnel ; b) Mise en évidence de la SER pour un pli et pour le stratifié

II.4. Mesure de la porosité par tomographie

Des analyses tomographiques ont été réalisées au laboratoire LIST (Luxembourg Institute of Science and Technology), avec un tomographe CT5000-TEC pour mesurer le taux de porosité des composites Lin/Elium. Le tomographe permet une étude non destructive qui révèle les caractéristiques de la structure interne de l'échantillon. Cette technique est appliquée à différents échantillons unidirectionnels et bidirectionnels. La première série d'images (Figure 85) représente les résultats obtenus par tomographie sur un échantillon de composite UD $[0]_{12}$. a) et b) sont des images à deux positions différentes et c) représente l'échantillon dans sa totalité.

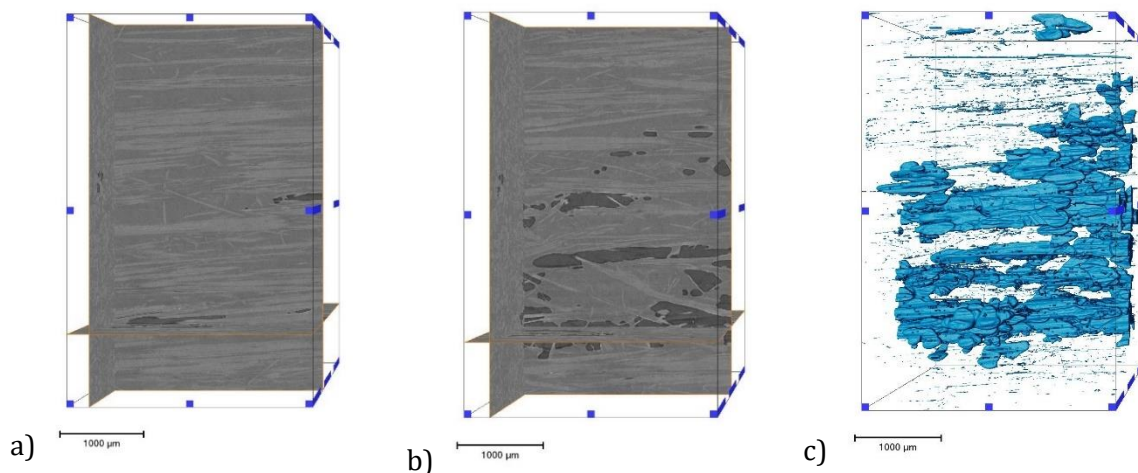


Figure 85 : Tomographie sur un échantillon de composite UD $[0]_{12}$: a) et b) Sections à deux positions différentes ; c) Mise en évidence des porosités ; Calcul de la porosité globale : $V_p = 3.91 \%$.

Dans les cas de figure étudiés, la porosité ne semble pas provenir des lumens des fibres, mais plutôt de bulles d'air à dimensions importantes apparues lors du procédé de fabrication des plaques composites. La deuxième série d'images (Figure 86) représente les résultats obtenus par tomographie sur un échantillon de l'empilement $[0,90]_{3s}$. a) et b) sont des images à deux positions différentes et représentant les deux orientations des plis dans le stratifié et l'image c) représente l'échantillon dans sa totalité.

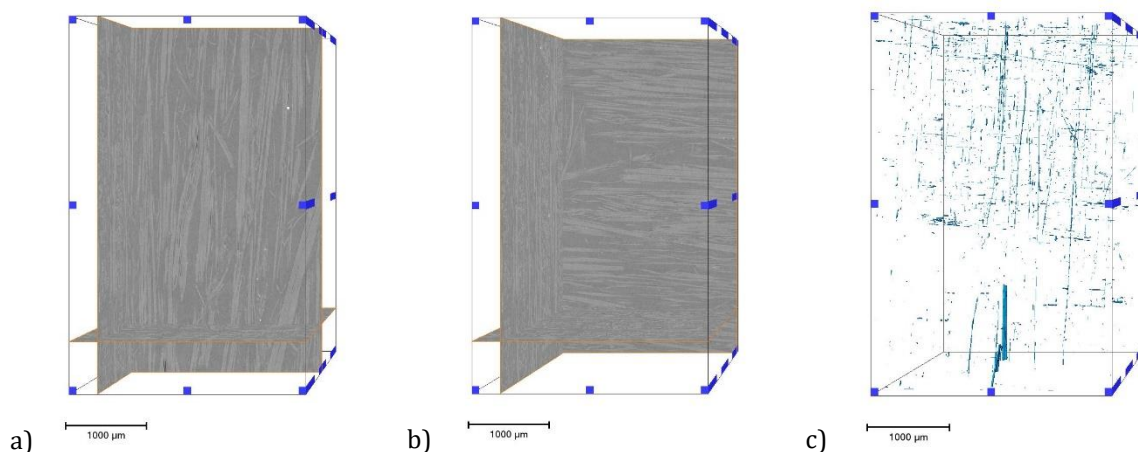


Figure 86 : Tomographie sur un échantillon de l'empilement $[0,90]_{3s}$: a) et b) Sections à deux positions différentes ; c) Mise en évidence des porosités ; Calcul de la porosité globale : $V_p = 0.06 \%$.

Ici, les porosités dans le stratifié semblent provenir principalement de l'intérieur des fibres élémentaires (dans le lumen) ou à l'échelle des faisceaux dans la lamelle moyenne, à l'interface fibre/fibre.

La Figure 87 nous montrent les deux types de porosités observées : a) Les porosités intrinsèques aux fibres techniques ou fibres élémentaires qui ont un taux très faible (environ 0.06 %). Et b) Les porosités occasionnées par le procédé de fabrication (bulles d'air) qui ont un taux plus élevé (environ 3.91 %).

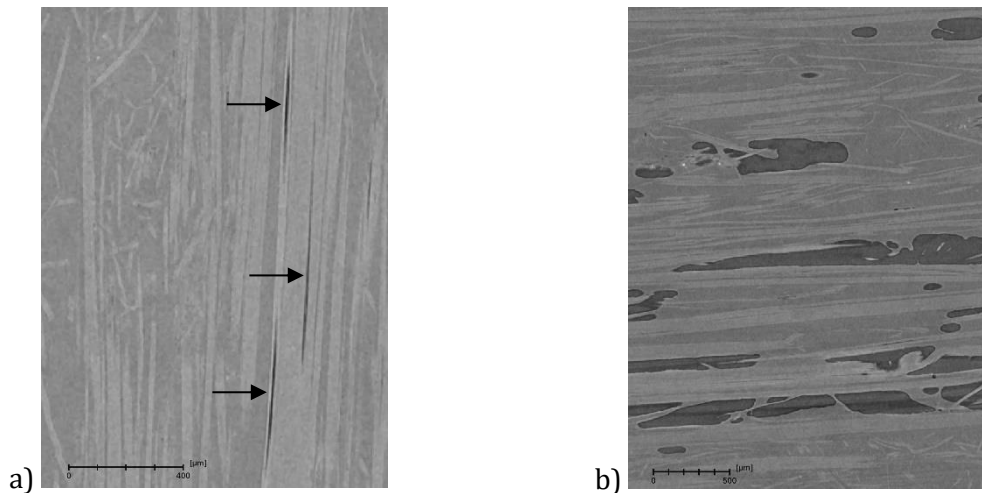


Figure 87 : Types de porosités observées : a) Dans la lamelle moyenne des fibres techniques, entre les fibres élémentaires ou lumen des fibres ; b) Porosités occasionnées par le procédé de fabrication (bulles d'air).

Les observations nous prouvent une très bonne imprégnation des fibres par la résine Elium. En effet, en analysant également les images de la Figure 49 et la Figure 88 a), la résine semble pénétrer la fibre élémentaire et combler le lumen sous l'action de l'infusion de la résine et de la pression appliquée. Sur la Figure 52 à l'échelle de la fibre technique, il est observé que le lumen occupe une surface importante dans la section de la fibre élémentaire (jusqu'à 8 % de la surface de la fibre). En comparaison, si on analyse les sections des composites Lin/Elium, on observe que les lumens observés ne sont pas aussi grand. Ainsi, les valeurs de porosité du lumen calculées à l'échelle de la fibre élémentaire ne semblent pas pouvoir s'appliquer à l'échelle du composite car la matrice va combler les pores. Ainsi, la résine semble pénétrer les fibres et combler les défauts. Cette conclusion est en accord avec les observations aux MEB sur le composite (Figure 88 a), où les lumens des fibres élémentaires semblent comblés par la résine. Cichocki et al. [126] ont également montré sur un composite Jute/Epoxy que le lumen des fibres était complètement comblé par la résine Epoxy (Figure 88 b). Ainsi, les fibres naturelles semblent bien s'imprégner de résines à faible viscosité. Les résines Epoxy ou Polyester utilisées par procédé d'infusion ont une viscosité à température ambiante comprise entre 100 et 300 mPa.s [211]. La résine Elium XO a une viscosité comparable à 100 mPa.s à 25 °C [43]. Donc l'hypothèse d'une bonne imprégnation des fibres naturelles avec la résine Elium se justifie. En

comparaison la viscosité de résine technique comme le PEEK, PA-6 ou PMMA se situe au-delà de 100000 mPa.s aux températures de fusion des polymères [211]. La question se pose alors d'une bonne imprégnation et du remplissage du lumen des fibres en cas d'utilisation de résine thermoplastique technique. La limite de viscosité de la résine pour le processus d'infusion est d'environ de 1000 mPa.s [211].

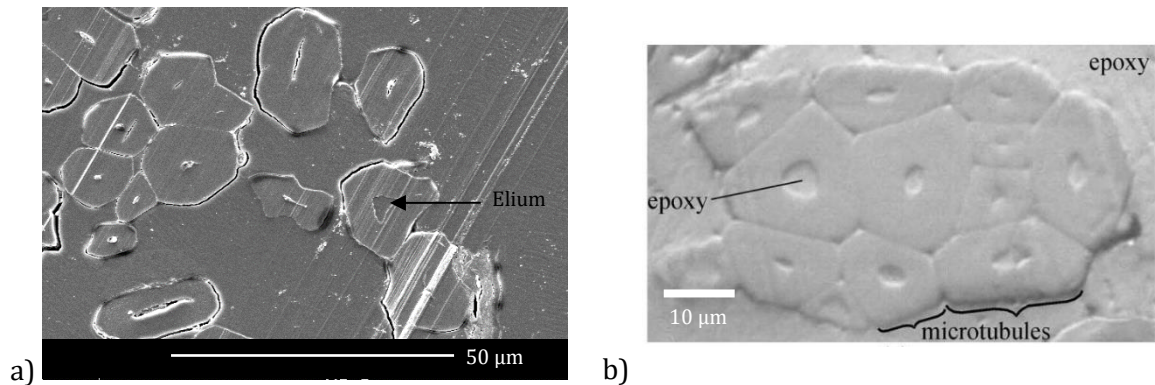


Figure 88 : a) Section du composite Lin/Elium – remplissage identifié d'un lumen d'une fibre par la résine Elium ; b) Observation microscopique sur composite Jute/Epoxy – remplissage des lumens par la résine Epoxy. Image de Cichocki et al. [126]

Dans les travaux de Fernandez et al. [88], ils ont montré que des traitements d'extraction chimique favorables des fibres induisent une individualisation des faisceaux de fibres en fibres élémentaires et favorisent la diffusion de la résine Epoxy à l'intérieur des fibres et entre les fibres élémentaires par des effets de pression et par capillarité. De plus, les nombreuses interactions interfibrillaires existant au sein des faisceaux sont partiellement dégradées par les traitements et remplacées par la formation d'une interface plus importante entre les fibres élémentaires et la matrice époxy, réduisant ainsi la porosité du composite. Finalement, la microstructure est plus homogène et les fibres élémentaires et les faisceaux de fibres sont mieux répartis au sein de la matrice Epoxy.

Ainsi, la porosité moyenne de 2.0 % mesurée sur les échantillons Lin/Elium vient principalement du procédé de fabrication où des bulles d'air peuvent apparaître. À savoir que la méthode au pycnomètre et par coupes histologiques ne permettent pas de différencier la porosité issue des interfaces fibre/fibre de celle issue du processus de fabrication. Les trois mesures de porosité par les trois techniques sur le composite unidirectionnel sont effectivement très proches les unes des autres. De plus, ce sont des valeurs théoriques rencontrées dans différentes publications de composite Lin/Elium. En effet Chilali et al. [151] calculent un $V_f = 37.1\%$ et $V_p = 4.9\%$.

Tableau 20 : Bilan des porosités mesurées par différentes techniques

	Porosité moyenne	Ecart-type	Nombre d'échantillons
Pycnomètre	2.8 %	2.0 %	6
Coupe histologique	3.1 %	0.6 %	22
Tomographe	2.0 %	1.7 %	3

L'analyse morphologique réalisée nous a permis d'identifier la microstructure du composite, de mesurer le taux de porosité et le volume de fibres nécessaire à la modélisation du comportement mécanique du composite. Ce composite étant utilisé pour dimensionner un drone, nous allons maintenant nous attacher à caractériser les effets de vitesse sur le comportement mécanique de notre composite. Les essais sont tous réalisés à température ambiante. Le Tableau 21 résume les essais réalisés à l'échelle du composite Lin/Elium.

Tableau 21 : Essais réalisés à l'échelle du composite. Les essais de compression dynamique sont réalisés à quatre vitesses de déformation différentes

Stratifiés testés :	[0] ₁₂	[0,90] _{3s}	[0] ₄₀	[0,90] _{10s}
Compression				
Quasi-statique			X	X
Intermédiaire			X	X
Dynamique			X	X
Traction				
Quasi-statique	X	X		
Intermédiaire		X		
Flexion				
Quasi-statique	X	X		

Partie 2 : Caractérisation expérimentale du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement du stratifié Lin/Elium

Dans cette partie, il sera question de réaliser la caractérisation mécanique du stratifié Lin/Elium en traction et compression quasi-statique. Dans un premier temps, nous caractériserons expérimentalement à température ambiante le comportement mécanique du composite Lin/Elium sous chargement quasi-statique pour différents empilements. Pour cela, nous avons réalisé des essais de traction et de compression en régime quasi-statique. L'objectif est de déterminer les modules apparents au niveau du composite puis d'identifier les coefficients de la matrice de rigidité du pli élémentaire. D'autre part, ces essais nous permettront de comprendre les mécanismes d'endommagement et de rupture des différents empilements. Cette étude préliminaire permettra également de mieux comprendre et d'interpréter les résultats concernant l'effet de la vitesse de déformation sur les composites.

I. Essais de traction en régime quasi-statique du composite

I.1. Méthode de traction en régime quasi-statique

Les essais de traction en quasi-statique sont réalisés sur une machine universelle Instron 5969 et selon la norme en vigueur 527-4. Cette norme indique d'utiliser les éprouvettes de types 3 rectangulaires de longueur 250 mm, de largeur 25 mm et d'une épaisseur comprise entre 2 et 10 mm. Un pli Lin/Elium a une épaisseur moyenne de 0.3 mm, les éprouvettes testées sont composées de 12 plis, les éprouvettes ont donc une épaisseur moyenne d'environ 3.6 mm. Des talons sont collés d'après la norme en vigueur avec une résine Epoxy L. Les talons de 2 mm d'épaisseur sont réalisés dans les plaques de fibres de verre orientés à 45 ° avec une couche de 35 µm cuivre en surface. Pour les essais en quasi-statique, la vitesse de la traverse a été sélectionnée à 2 mm/min. En quasi-statique, les éprouvettes aux orientations $[0]_{12}$, $[90]_{12}$, $[0,90]_{3s}$ et $[+45,-45]_{3s}$ sont testées. Une étude approfondie est effectuée sur le matériau en quasi-statique par des cycles de charges/décharges pour étudier l'endommagement du matériau composite.



Figure 89 : Montage Instron quasi-statique – Epruvette rectangulaire selon la norme 527-4 équipée d'un extensomètre bidimensionnel

Le calcul des contraintes et déformation en fonction de la force et déplacement mesurées pendant l'essai sont calculés selon les formules suivantes :

La déformation nominale s'exprime par la formule :

$$\epsilon_n = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3.2.1)$$

La contrainte nominale est calculée selon la formule :

$$\sigma_n = \frac{F}{S_0} \quad (3.2.2)$$

Avec S_0 , la section initiale et L_0 , la longueur initiale de référence.

I.2. Résultats des essais de traction en régime quasi-statique

Les courbes ci-dessous résument les résultats des essais de traction en quasi-statique sur différents empilements Lin/Elium. Les essais comprenant des charges/décharges (en pointillés) sont réalisés sur les empilements $[0]_{12}$, $[0,90]_{3s}$:

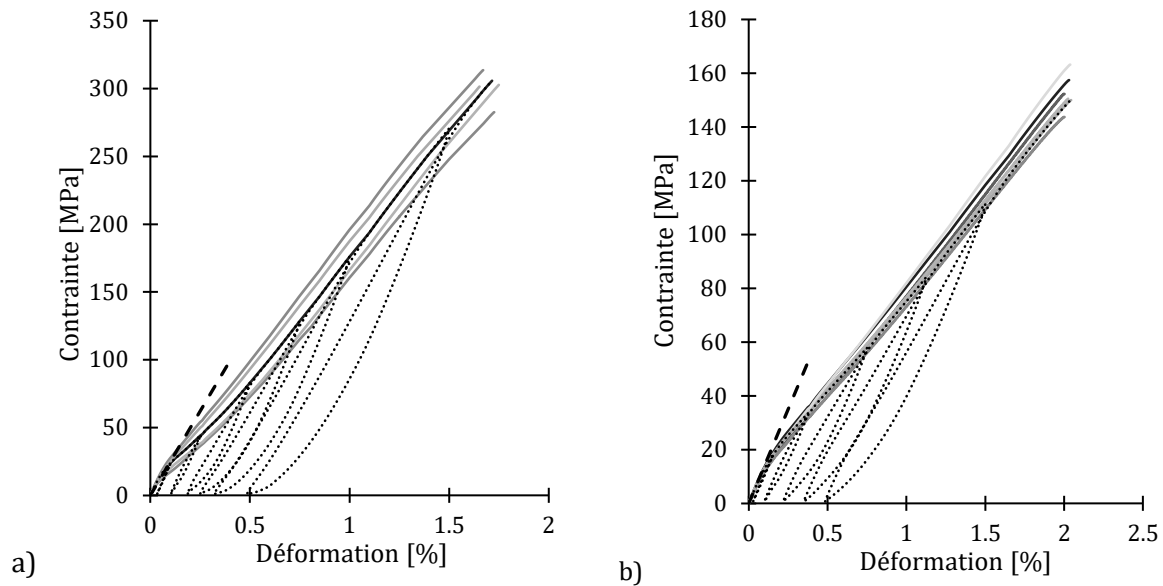


Figure 90 : Essais de traction en régime quasi-statique. Courbes nominales des stratifiés : a) $[0]_{12}$; b) $[0,90]_{3s}$

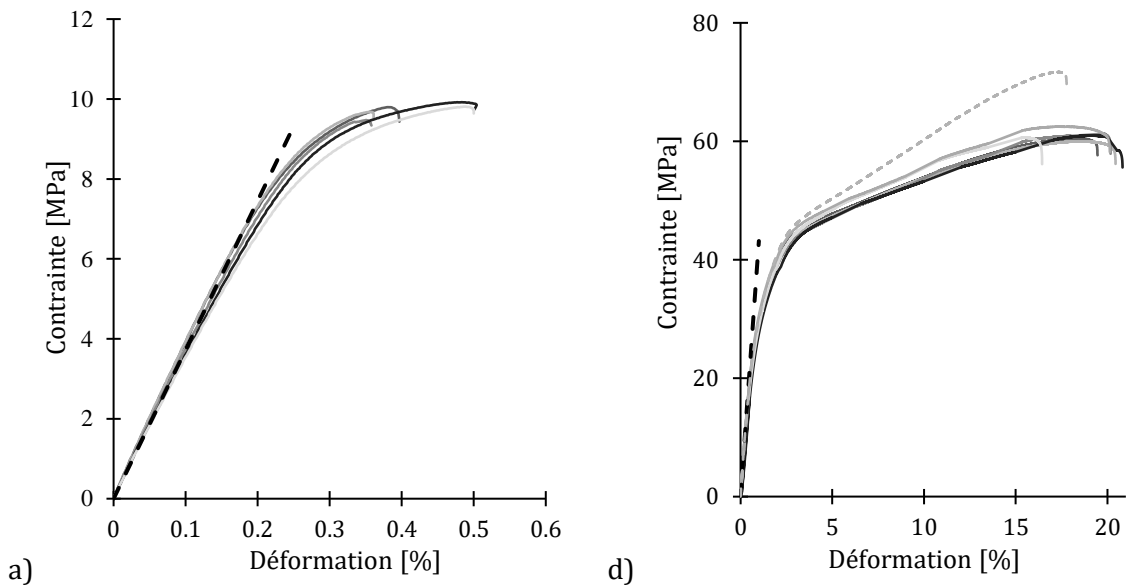


Figure 91 : Essais de traction en régime quasi-statique. Courbes des stratifiés : a) $[90]_{12}$; d) $[+45,-45]_{3s}$. En pointillé correspond la courbe contrainte-déformation vraie

La Figure 92 résume sur un graphique les quatre courbes contrainte-déformation des stratifiés étudiés.

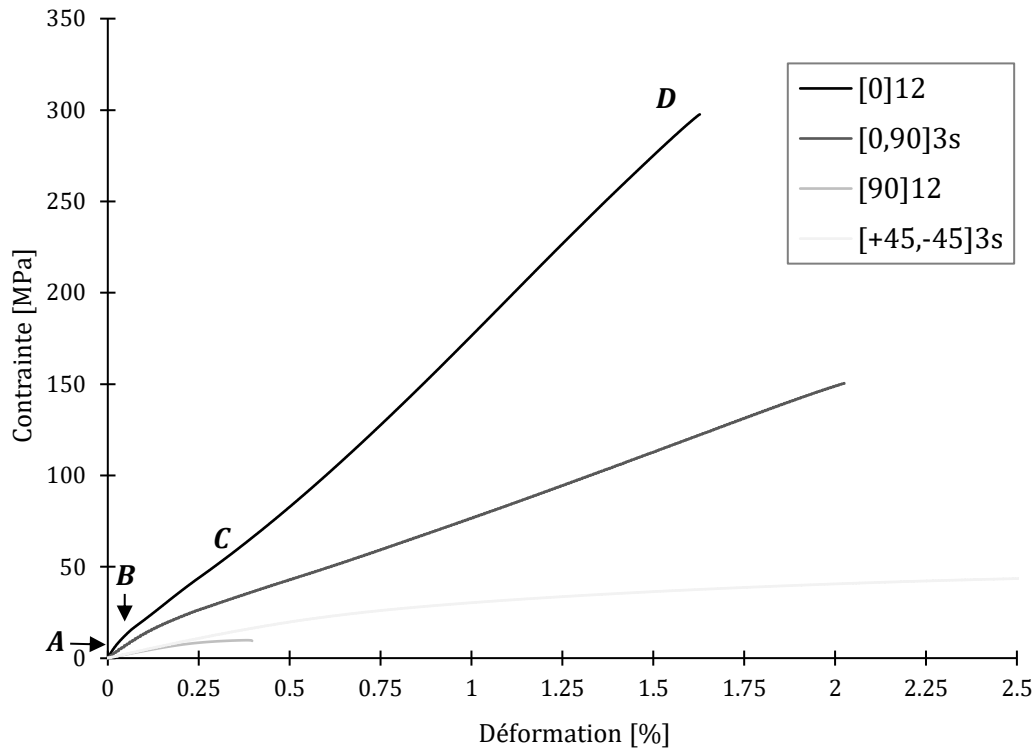


Figure 92 : Courbes contrainte-déformation en quasi-statique des stratifiés $[0]_{12}$, $[0,90]_{3s}$, $[90]_{12}$ et $[+45,-45]_{3s}$. La courbe contrainte-déformation correspondant au stratifié $[+45,-45]_{3s}$ a été tronquée à 2.5 % de déformation pour éviter de dilater l'échelle de l'axe des abscisses

Sous chargement monotone, il est observé une succession d'étapes lors des essais de traction des différents stratifiés (Figure 92) : Concernant le stratifié $[0]_{12}$, au début de l'essai de traction, il est observé une pente linéaire où est mesuré le module apparent du composite (A). Il est ensuite noté un changement de pente autour de 0.05 % de déformation avec l'apparition d'un « genou » sur la courbe contrainte-déformation (B). Dans la région (C) est observé une variation de la pente locale qui se traduit par une diminution légère de module puis une augmentation jusqu'à la rupture (D). Dans notre cas d'étude avec les cycles de charge/décharge (Figure 94), il est montré que le franchissement du genou est irréversible. Ce comportement est également observé dans les travaux de Hughes [212] et associe le franchissement du genou à une limite d'élasticité. Nous remarquons de même qu'un genou est présent sur la courbe contrainte-déformation du stratifié $[0,90]_{3s}$. La seconde observation sur le stratifié $[0,90]_{3s}$ est le fait que la valeur de la contrainte à rupture est approximativement la moitié de la valeur de la contrainte à rupture du stratifié $[0]_{12}$. L'hypothèse pour expliquer ce résultat serait qu'il y a moitié moins de fibre dans la direction longitudinale de traction dans le stratifié $[0,90]_{3s}$, que dans le stratifié $[0]_{12}$. La courbe contrainte-déformation du stratifié $[+45,-45]_{3s}$ présente une première pente élastique suivi d'une ductilité importante jusqu'à la rupture. En comparaison, la courbe contrainte-déformation du stratifié $[90]_{12}$ présente une rupture ductile.

Nous observons ainsi une haute contribution des fibres de lin dans la direction longitudinale de chargement du stratifié : Le module apparent et la contrainte à rupture du stratifié sont plus importants que la résine Elium seule (Tableau 22). Au contraire, les fibres ont un effet anti-renforcement au niveau de la contrainte à rupture dans la direction transversale du stratifié et conduisent à un stratifié dont la contrainte à rupture est inférieure à la matrice Elium seule. Cette observation va dans le sens des propriétés hautement anisotropes des fibres de lin et de leurs très faibles propriétés mécaniques transversales. Le module transversal du stratifié a un module apparent légèrement supérieur à celui de la résine seule.

Le tableau ci-dessous résume les résultats obtenus à la suite des essais de traction quasi-statique sur les empilements. Les modules apparents sont affichés.

Tableau 22 : Résultats essais de traction sur les différents stratifiés

	[0] ₁₂	[0,90] _{3s}	[90] ₁₂	[+45,-45] _{3s}	Elium XO [42], [43]
Moyenne module traction [GPa]	24.84	13.99	3.73	4.32	2.6
Ecart-type module traction [GPa]	1.99	0.83	0.19	0.19	-
Coefficient de variation [%]	8.0	5.9	5.1	4.4	-
Moyenne contrainte max. [MPa]	296.00	152.86	9.74	60.97	56
Ecart-type contrainte max. [MPa]	12.39	6.71	0.17	0.86	-
Coefficient de variation [%]	4.2	4.4	1.7	1.4	-
Moyenne déformation max. [%]	1.71	2.02	0.42	19.57	3.44
Ecart-type déformation max. [%]	0.04	0.02	0.007	1.60	-
Coefficient de variation [%]	2.3	1.1	1.7	8.2	-
Moyenne coefficient Poisson	0.29	0.24	-	0.10	0.4
Ecart-type coefficient Poisson	0.03	0.03	-	0.04	-
Coefficient de variation [%]	10.3	12.5	-	40	-

Note : Les données de déformation transverse fournies par l'extensomètre biaxial n'étaient pas exploitables lors de l'essai sur l'empilement [90]₁₂.

I.3. Analyse de l'endommagement et de la rupture des stratifiés

Pour étudier l'endommagement dans le stratifié, le cycle de charges/décharges est tracé et analysé (Figure 93). Le détail du début du cycle est tracé sur la Figure 94. La pente initiale lors de l'essai de traction est notée θ (Figure 94). La pente locale normalisée (E_{Loc}/E_0) est également tracée sur la Figure 93 et est calculée à chaque point de déformation ε_i sur l'intervalle $[\varepsilon_i ; \varepsilon_i + 2 \times 10^{-4}]$. En analysant les courbes tracées, il est observé une baisse du

module longitudinal, puis le passage d'un point d'inflexion (ou genou). Le premier cycle charge/décharge **1** est bien réversible sur la partie linéaire **A** (Figure 92). Puis, une légère augmentation est suivie d'une chute finale. Par rapport à la pente initiale, le module de traction sur la seconde pente (entre **C** et **D**) a été divisé par 1.4. La légère augmentation sur chaque cycle peut s'expliquer par l'augmentation du module de traction lors de la traction d'une fibre élémentaire. Sur chaque cycle est observé le genou, il est donc possible que durant la première partie élastique de la pente, soit bien observé le stick-slip des fibres élémentaires illustré dans la Figure 32 [119]. Après le point **B** peut être observé la rupture des liaisons hydrogènes. La pente du cycle **2** correspond à un maximum du module apparent. Du cycle 5 à 7 est également observé une augmentation de la pente initiale du cycle. On peut penser qu'à partir d'un niveau de déformation important, il y a effectivement le réalignement des microfibrilles qui rentre en jeu ainsi que la cellulose amorphe qui se cristallise sous l'effet de la traction (Figure 32). Cependant, passé le coude (**B**), le comportement n'est pas réversible (cycle charge/décharge **2**). D'autre part, il est observé que le genou est présent sur tous les cycles de charges décharge (Figure 93). Il y aurait donc réversibilité de l'endommagement du genou, mais non réversibilité de la déformation plastique après le genou. À noter également que le genou ne s'observe qu'en présence de plis 0° dans le stratifié. Ce phénomène est donc lié au comportement longitudinal des fibres de lin présenté dans le Chapitre 2. Monti et al. [42], [152] ont également montré que le phénomène de raidissement se produit à partir d'un certain seuil de déformation (cf. Chapitre 1).

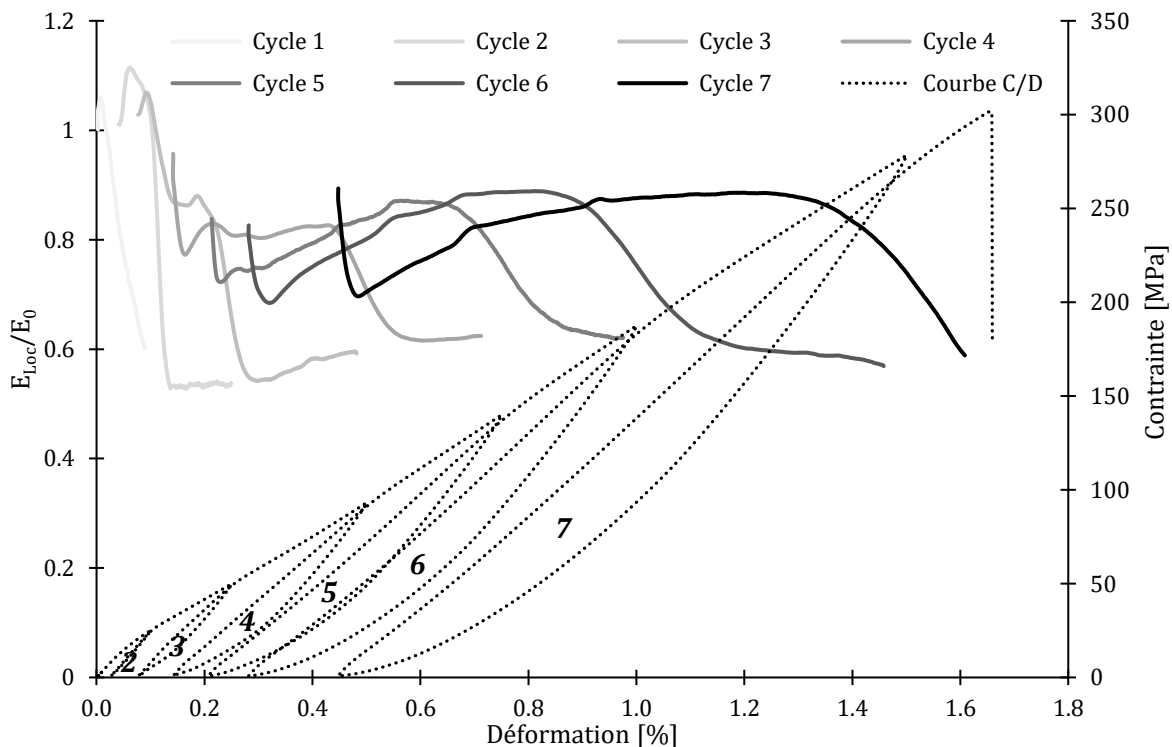


Figure 93 : Cycles charge/décharge sur l'empilement [0]₁₂ en quasi-statique - Pente locale sur chaque cycle de charge/décharge normalisée par rapport au module apparent initial

La figure suivante reprend le cycle de charge/décharge illustré en Figure 93. Le zoom sur le début de la courbe (< 0.3 %) permet de visualiser le premier cycle situé sur la pente initiale de la courbe contre-déformation, ainsi que le deuxième cycle se situant après le coude.

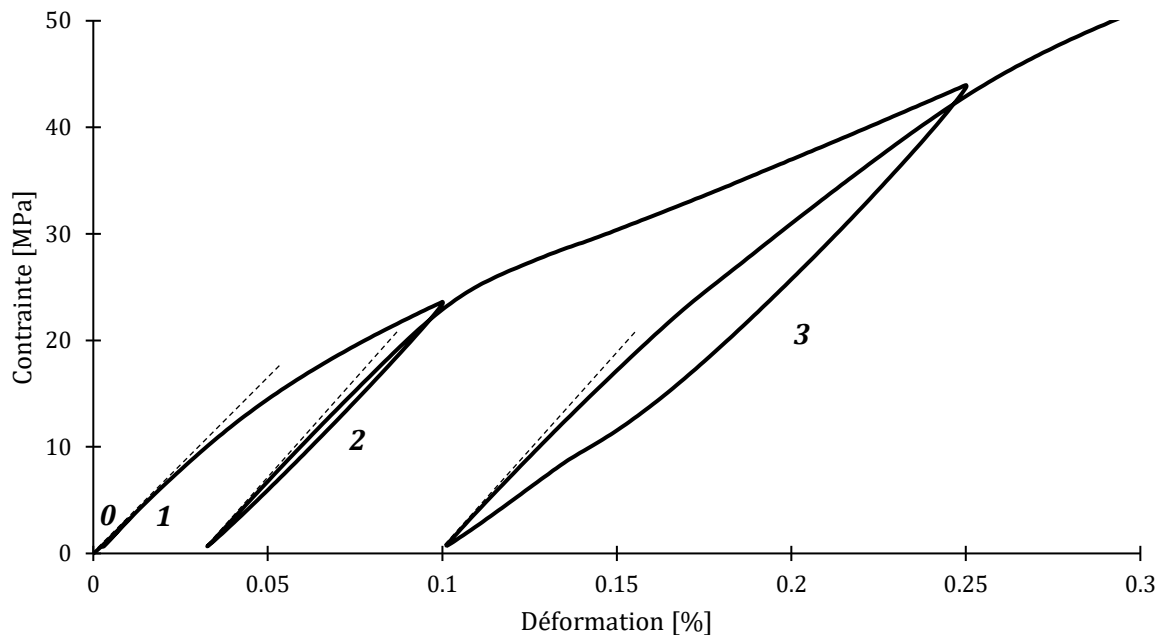


Figure 94 : Cycles charge/décharge sur l'empilement $[0]_{12}$ – Visualisation des pentes initiales servant au calcul des modules apparents des boucles d'hystérésis – Détails de 0 à 50 MPa et de 0 à 0.3 % de déformation

Une étude est réalisée sur l'endommagement durant l'essai. L'endommagement D est défini par $D_i = 1 - E_i/E_0$. Le module apparent E_i a été défini comme étant la pente initiale du cycle i . Le module apparent initial et l'endommagement sont tracés sur la Figure 95. Il est observé une baisse du module apparent à partir du cycle 2. On remarque que l'endommagement diminue entre 0 et 0.03 % de déformation, puis augmente jusqu'à 0.3 % pour ensuite diminuer jusqu'à la rupture de l'empilement. Le baisse de l'endommagement en fin d'essai de traction peut être expliqué par l'effet positif de l'augmentation de la rigidité des fibres élémentaires durant l'essai de traction. Shah [213] a également montré sur un stratifié unidirectionnel Lin/Polyester que le module apparent chutait de 50 % pour atteindre une valeur plateau. En comparaison, cette variation brutale de module ne s'observe pas sur un composite chargé de fibre de verre. C'est la raison pour laquelle ce comportement est intrinsèque aux fibres naturelles.

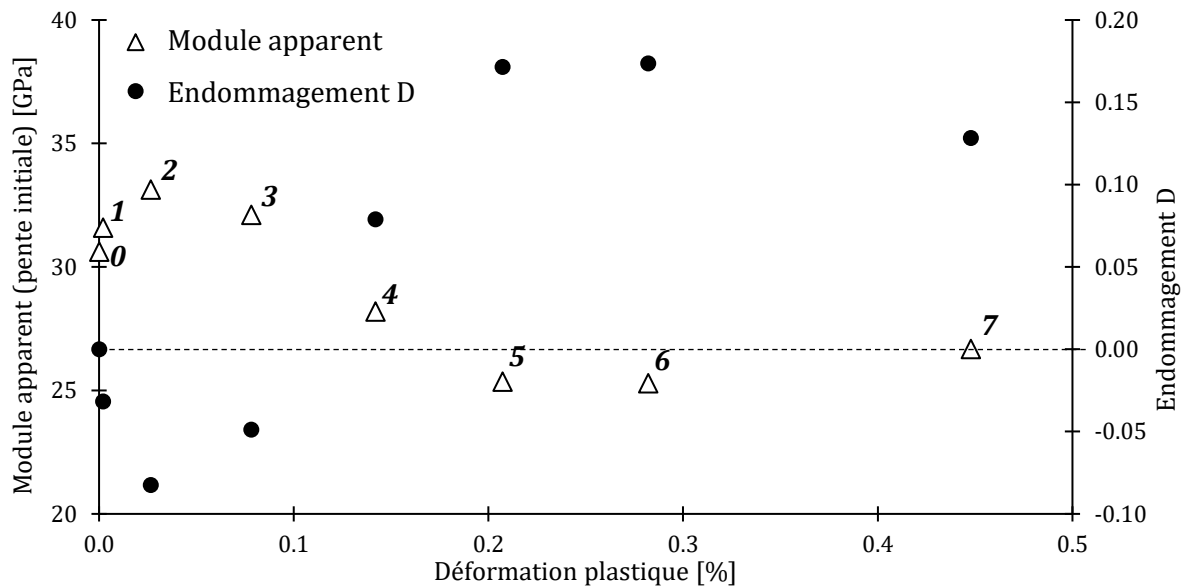


Figure 95 : Module d'Young suivant le cycle de charge/décharge : 0 (pente initiale) ; n (numéro du cycle charge/décharge) – Empilement [0]₁₂ en quasi-statique

Nous proposons de mesurer différemment le module apparent, comme étant la pente totale de la boucle d'hystérésis et non comme la pente initiale (Figure 96). Nous avons d'après la théorie d'endommagement de Kachanov-Rabotnov : $D_i' = 1 - E_i'/E_0$.

Nous mesurons l'endommagement pour les empilements [0]₁₂ et [0,90]_{3s} et les résultats sont les suivants : Il est ainsi remarqué que l'endommagement diminue au premier et deuxième cycles de charge/décharge et augmente à partir du troisième cycle. Pour l'empilement [0,90]_{3s}, l'endommagement évolue constamment jusqu'à la rupture du stratifié. Alors que pour l'empilement [0]₁₂, l'endommagement tend à diminuer à plus grande déformation, proche de la rupture. Dans l'empilement [0]₁₂, les fibres jouent un rôle positif de par l'augmentation de leur rigidité avant leur rupture (Figure 56) et semblent contrebalancer les effets d'endommagement de la résine. Cet effet est moins marqué pour l'empilement [0,90]_{3s} où moins de fibres sont dans la direction longitudinale. La Figure 95 et la Figure 96 apportent donc les mêmes conclusions à ce sujet et présente une évolution de l'endommagement comparable pour l'empilement [0]₁₂. Pour les deux empilements testés, nous pouvons également observer un raidissement lors des deux premiers cycles de chargement, mais qui est plus prononcé pour l'empilement [0]₁₂. D'après les essais sur les fibres élémentaires dans la littérature [119] et [120] (Figure 33), il est observé lors des cycles de charge/décharge qu'un raidissement apparaît déjà à un faible niveau de déformation sur la première boucle d'hystérésis (< 0.5 %). Ainsi, sur les deux premiers cycles de nos essais, à faible déformation, les fibres élémentaires se raidissent déjà et le stratifié ne subirait pas encore d'endommagement. Ceci peut expliquer la baisse de l'endommagement sur les premiers cycles, suivi d'une augmentation de l'endommagement sur les cycles suivants correspondant par exemple à des fissurations dans la matrice [42].

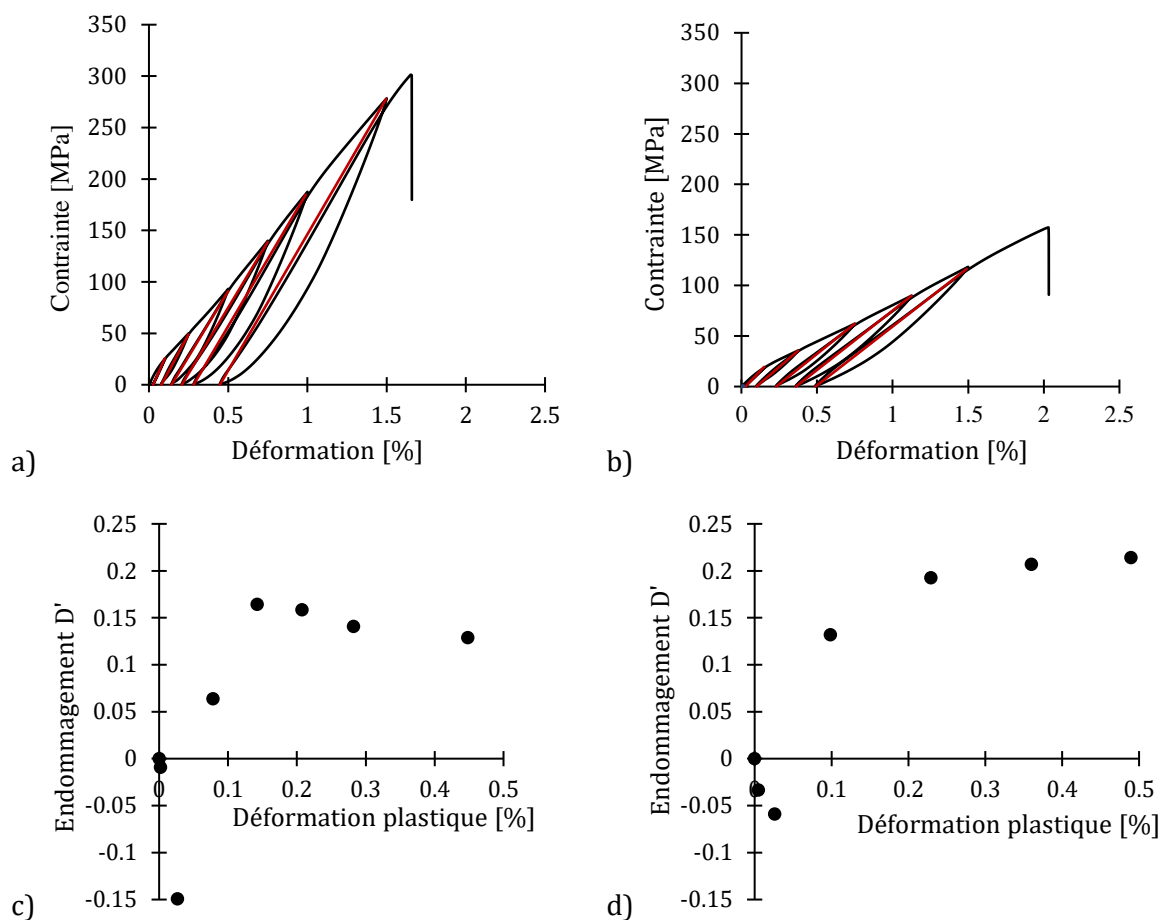


Figure 96 : Cycles charge/décharge en quasi-statique sur : a) l'empilement $[0]_{12}$; b) l'empilement $[0,90]_{3s}$ - Pente globale des cycles d'hystérésis sur chaque cycle de charge/décharge ; c) Endommagement associé de l'empilement $[0]_{12}$; d) Endommagement associé de l'empilement $[0,90]_{3s}$

Dans le paragraphe suivant sont étudiés les mécanismes de rupture des différents stratifiés. D'abord, concernant le stratifié UD $[0]_{12}$, la rupture des fibres conduit à la rupture du composite (Figure 97) : Pour les courbes contraintes-déformations de la Figure 97, une fibre « moyenne » a été choisie (déformation à rupture de 1.7 % et contrainte à rupture de 738 MPa). À ce stade de déformation, la résine est encore dans son domaine élastique.

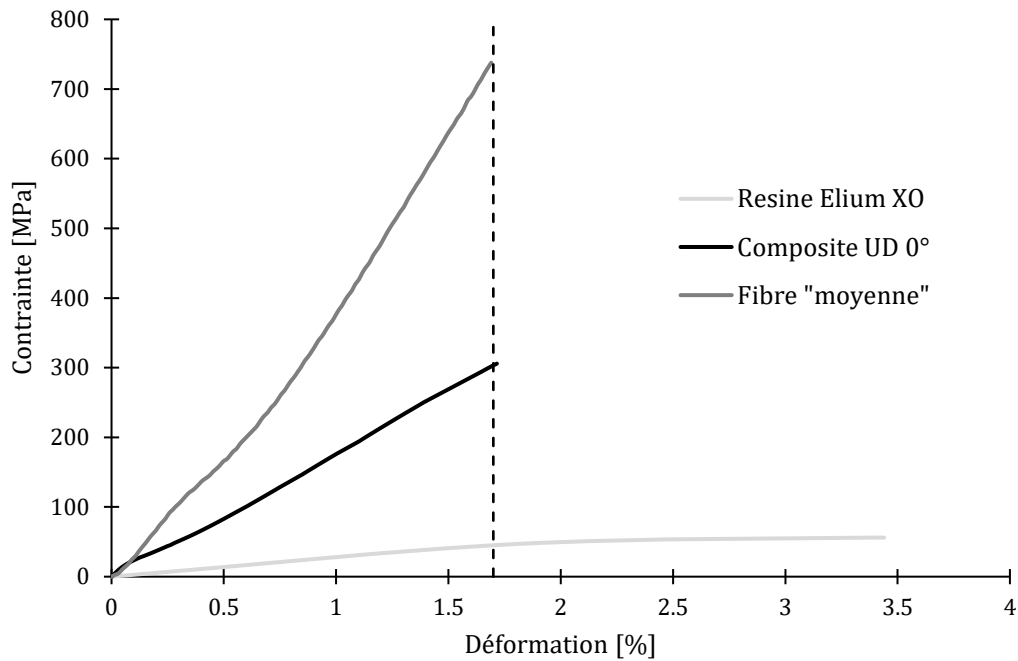


Figure 97 : Courbes contrainte-déformation en quasi-statique d'une fibre seule, de la résine seule et de l'empilement $[0]_{12}$. La courbe de la résine est issue de Monti [42]

Sur la figure suivante sont illustrés les faciès de ruptures sur les empilements $[90]_{12}$, $[0]_{12}$ et $[+45,-45]_{3s}$:

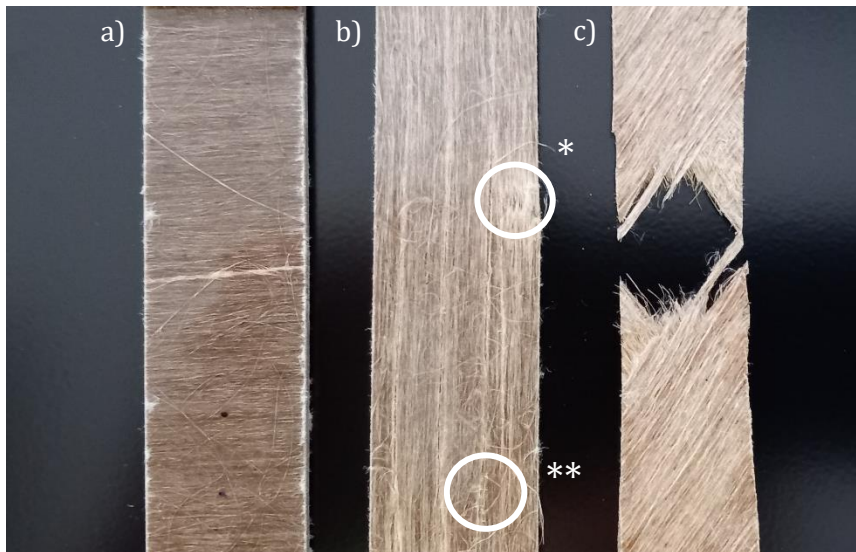


Figure 98 : Faciès de rupture des éprouvettes en régime quasi-statique : a) $[90]_{12}$; b) $[0]_{12}$; c) $[+45,-45]_{3s}$

Sur la Figure 98 a) il est observé que pour le stratifié $[90]_{12}$, la rupture nette se produit. Ce cas correspond à la rupture de la matrice entre les fibres. Concernant le stratifié $[0]_{12}$, une rupture des fibres va s'amorcer au niveau de la zone identifiée * et non sur toutes les fibres en même temps, puis la fissuration matricielle va se propager le long de la direction de traction (Figure 99). La rupture de l'empilement $[0]_{12}$ intervient en moyenne à 1.7 % de déformation, ce qui correspond à la déformation moyenne des fibres élémentaires de lin. De plus, Monti [42] a montré que sur un composite Lin/Elium, des décohésions des interfaces fibre/matrice

interviennent déjà à 50 % de la déformation maximale. On peut supposer que durant la traction, de l'endommagement apparaît à l'intérieur du composite, principalement de la décohésion. Aux premières ruptures de fibres la fissuration se propage selon des zones de décohésions et conduit à la rupture complète de l'éprouvette. Cette faible cohésion fibre/matrice pour les fibres de lin est décrite dans la littérature [161]. Concernant l'empilement $[+45,-45]_{3s}$, la rupture se produit parallèlement à la direction des fibres. Dans cette direction, la matrice est principalement sollicitée en cisaillement. Il est observé de plus un délaminage entre les différents plis de l'empilement.

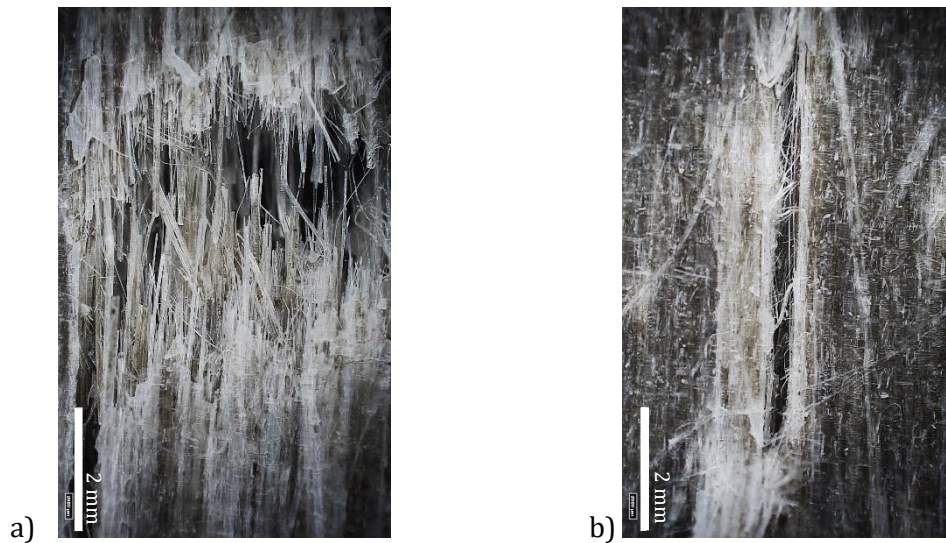


Figure 99 : Epreuve UD $[0]_{12}$ post-rupture : a) Observation zone *, rupture nette des fibres en traction ; b) Observation zone **, fissuration matricielle (Figure 98)

II. Essais de compression en régime quasi-statique du composite

II.1. Méthode de compression en régime quasi-statique

Les essais de compression quasi-statique sont réalisés sur la machine universelle Instron 5969 et selon la norme NF EN ISO 604. Les essais en quasi-statiques et vitesses intermédiaires sont définies par les vitesses de traverses suivantes : 2 mm/min, 50 mm/min et 500 mm/min. Les

faces des plateaux de compression en contact avec l'échantillon sont lubrifiées avec de la vaseline.

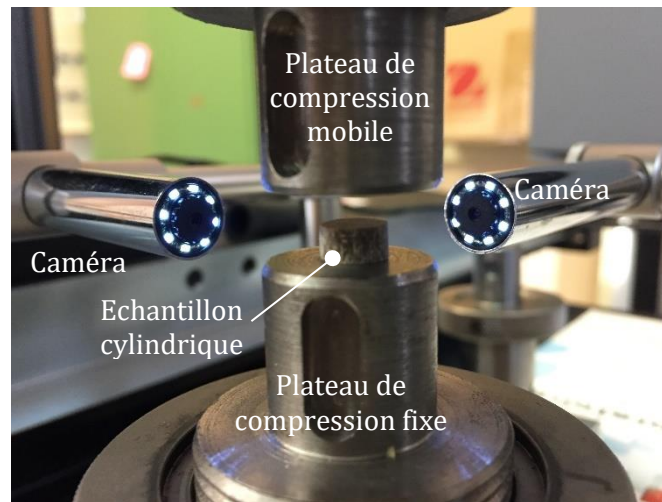


Figure 100 : Montage de compression pour régimes quasi-statique et intermédiaire à température ambiante

Le calcul des contraintes et déformation en fonction de la force et déplacement mesurés pendant l'essai est effectué selon les formules suivantes :

La déformation nominale s'exprime par la formule :

$$\varepsilon_n = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3.2.3)$$

La déformation vraie peut être calculée (notée index -t pour *true*)

$$\varepsilon_t = \ln(\varepsilon_n + 1) \quad (3.2.4)$$

La contrainte est calculée selon la formule

$$\sigma_n = \frac{F}{S_0} \quad (3.2.5)$$

Puis la contrainte vraie :

$$\sigma_t = \sigma_n(1 + \varepsilon_n) \quad (3.2.6)$$

Les normes NF EN ISO 604 (compression de cylindre) et NF EN ISO 14126 (compression des composites renforcés des fibres) proposent d'utiliser la contrainte et la déformation nominale.

II.2. Résultat des essais de compression en régime quasi-statique

Nous avons réalisé des essais en compression quasi-statique pour les différents stratifiés $[0]_{40}$, $[0,90]_{10s}$ et $[+45,-45]_{10s}$. Les essais ont été réalisés à la vitesse de 2 mm/min à température ambiante sur des échantillons cylindriques. Les courbes sont reportées sur la Figure 101. Chaque courbe peut être décomposée en 4 parties : Une première partie correspond à un pied de courbe, probablement dû au léger défaut de parallélisme entre les deux faces planes du cylindre. Une

deuxième partie linéaire permet de mesurer le module d'élasticité de l'empilement testé. Il s'agit du module apparent à partir duquel nous pourrions calculer les propriétés du pli Lin/Elium. Après cette phase linéaire, une non linéarité est observée jusqu'à atteindre un maximum en contrainte. La quatrième phase correspond à une décroissance de la courbe conduisant à la ruine du stratifié. Ces quatre phases sont présentes quelque soit l'orientation du stratifié. Par contre, la quatrième phase est légèrement différente en fonction de l'empilement. En effet, pour l'empilement unidirectionnel, une décroissance prononcée est observée après le pic alors que pour les deux autres empilements, un plateau semble atteint.

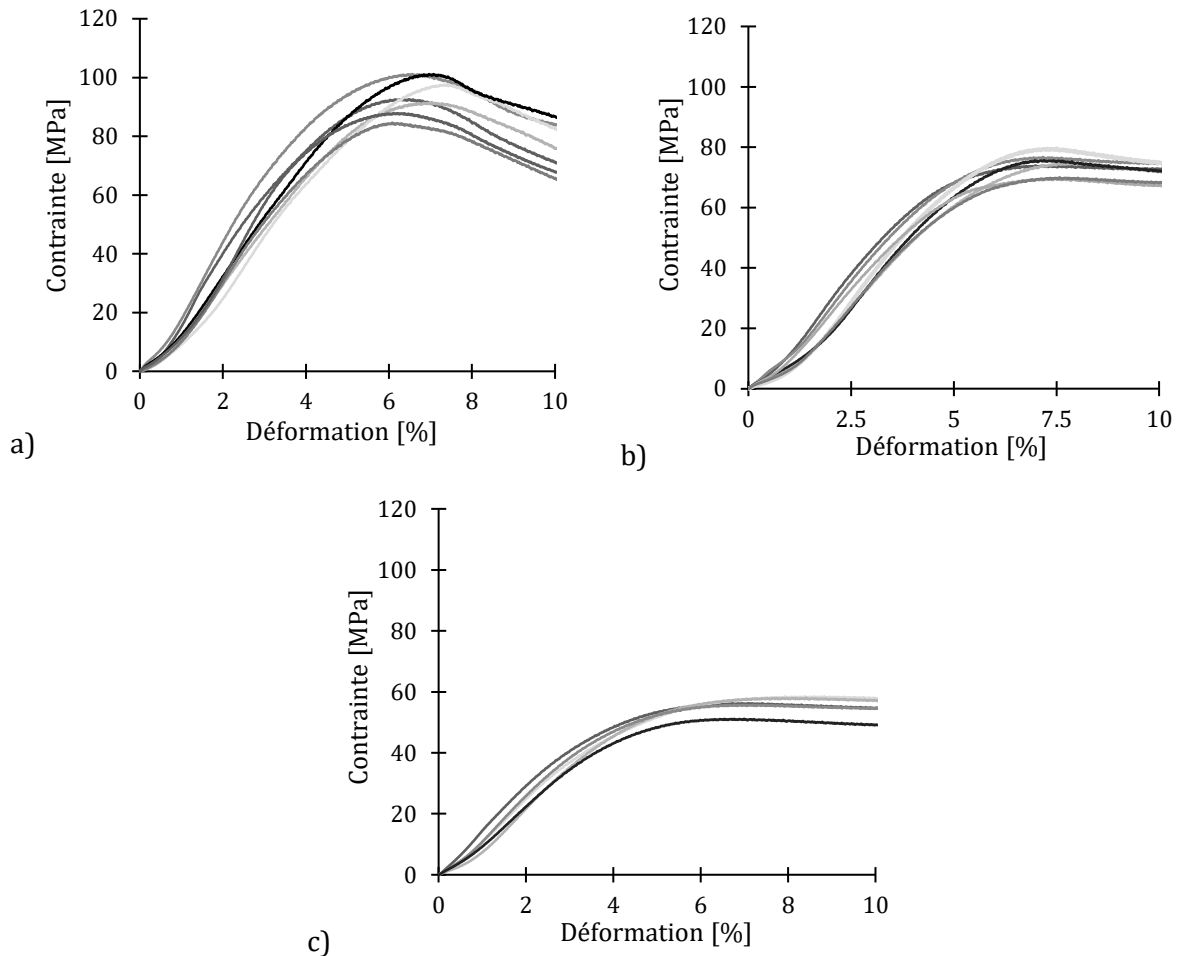


Figure 101 : Essais de compression sur éprouvettes cylindriques en régime quasi-statique : a) $[0]_{40}$; b) $[0,90]_{10s}$; c) $[+45,-45]_{10s}$

Sur chacune de ces courbes, le module apparent, la contrainte maximale et la déformation à rupture sont mesurées et reportées Tableau 23. Comme pour des composites plus classiques, la rigidité et la contrainte maximale est plus élevée pour le stratifié unidirectionnel, suivi par l'empilement $[0,90]_{10s}$ puis par l'empilement $[+45,-45]_{10s}$. La déformation maximale de l'UD $[0]_{40}$ est par contre inférieure à l'empilement $[0,90]_{10s}$ et $[+45,-45]_{10s}$, la ductilité de la matrice étant davantage sollicitée pour l'empilement $[+45,-45]_{10s}$.

Tableau 23 : Résultats des essais de compression

	[0] ₄₀	[0,90] _{10s}	[+45,-45] _{10s}
Moyenne module compression [GPa]	2.10	1.65	1.42
Ecart-type module compression [GPa]	0.19	0.10	0.10
Coefficient de variation [%]	9.0	6.1	7.0
Moyenne contrainte maximale [MPa]	93.32	74.36	55.92
Ecart-type contrainte maximale [MPa]	6.10	3.58	2.92
Coefficient de variation [%]	6.5	4.8	5.2
Moyenne déformation à contrainte max. [%]	6.66	7.44	7.68
Ecart-type déformation à contrainte max. [%]	0.46	0.33	0.90
Coefficient de variation [%]	6.9	4.4	11.7

II.3. Mesure du coefficient de Poisson en régime quasi-statique

Le dispositif de caméras illustré sur Figure 100 permet d'enregistrer les déformations de l'éprouvette entre les plateaux de compression. Le coefficient de Poisson est ainsi mesuré par corrélation d'images avec le logiciel Gom Correlate. Le coefficient de Poisson sur la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation est ainsi calculé par la formule suivante :

$$\nu_{lt} = \frac{-\varepsilon_t}{\varepsilon_l} \quad (3.2.7)$$

Pour illustration, les mesures de la déformation longitudinale et transversale lors de différents cycles charge/décharge tracées sur la Figure 102 :

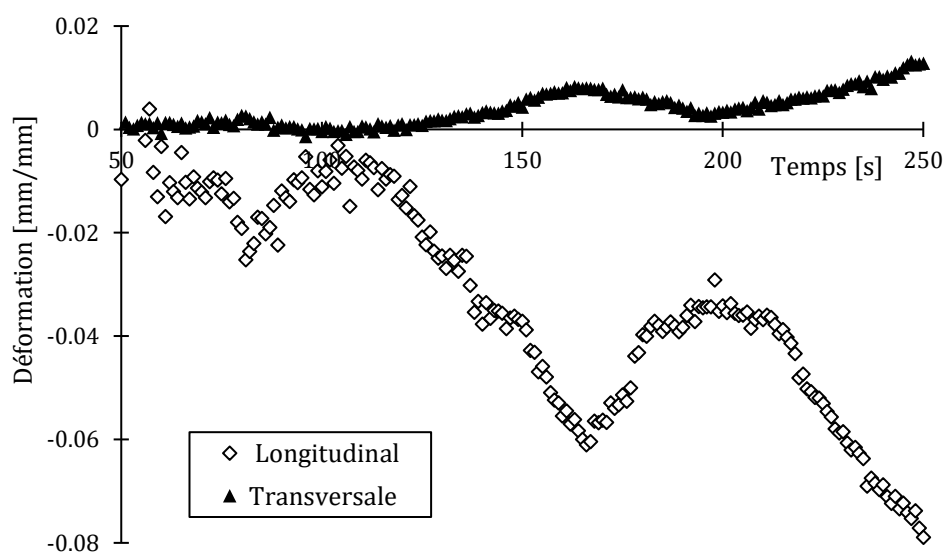


Figure 102 : Corrélation d'images sur des cycles de charge/décharge

Les résultats sur les empilements $[0]_{40}$ et $[0,90]_{10s}$ donnent sur trois échantillons :

$$\nu_{lt}^{0^\circ} = 0.198 \pm 0.038$$

$$\nu_{lt}^{(0,90)^\circ} = 0.257 \pm 0.087$$

II.4. Étude des mécanismes d'endommagement

Comme pour les essais de traction, nous réalisons des essais de charge/décharge afin de caractériser l'endommagement pour identifier les mécanismes de déformation du composite Lin/Elium. Nous avons réalisé des essais de charge/décharge sur chacun des empilements. Nous avons réalisé un suivi par caméra sur la face de l'échantillon afin de pouvoir visualiser l'évolution macroscopique des dommages et analyser la rupture des éprouvettes en compression. Ce suivi par caméra permet ainsi de comprendre les mécanismes de rupture. Les courbes sont tracées dans la Figure 103. Nous pouvons observer que les boucles d'hystérésis apparaissent lors des charges/décharges. Généralement, l'apparition des boucles d'hystérésis est due au fait que les variations de la charge se font avec un certain retard par rapport à la décharge, ce retard produisant des discontinuités lors des inversions de la variation de la charge. L'hystérésis est associée à une dissipation d'énergie. La surface intérieure du cycle d'hystérésis correspond à l'énergie utilisée pour parcourir le cycle (et transformée en chaleur).

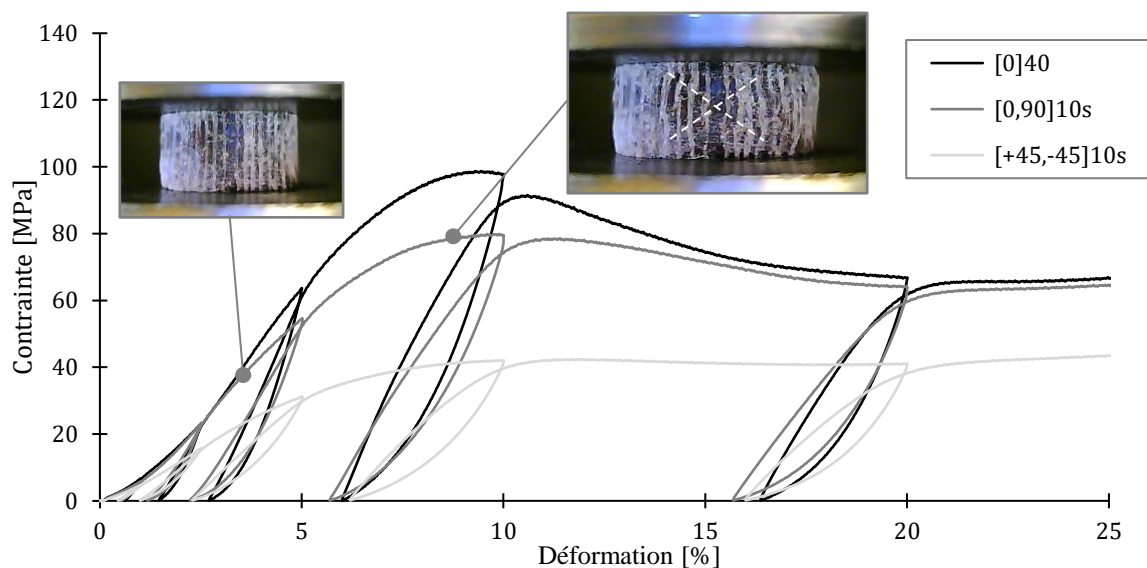


Figure 103 : Essais charge/décharge en régime quasi-statique sur échantillons $[0]_{40}$, $[0,90]_{10s}$, $[+45,-45]_{10s}$. Visualisation de la rupture de l'éprouvette au maximum de la courbe sur l'échantillon $[0,90]_{10s}$

Est tracé sur la Figure 104 l'évolution du rapport E_i / E_0 en fonction de la déformation plastique. Le module apparent E_i a été défini comme étant la pente initiale du cycle i . On remarque que la pente locale tend à augmenter entre 0 et 6 % de déformation, puis semble diminuer au dernier cycle de charge/décharge situé après la rupture du composite en compression. Il pourrait se

produire un effet de compaction dans les empilements qui tend à faire diminuer les porosités et combler les défauts jusqu'à la ruine de l'échantillon.

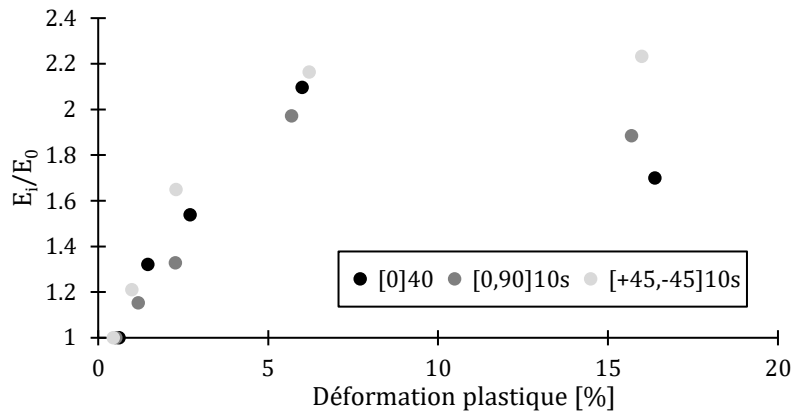


Figure 104 : Évolution du rapport entre le module apparent du cycle i et du module initial dans les empilements $[0]_{40}$, $[0,90]_{10s}$, $[+45,-45]_{10s}$

Au maximum de la courbe contrainte-déformation se produit la rupture du composite et elle se produit ainsi :

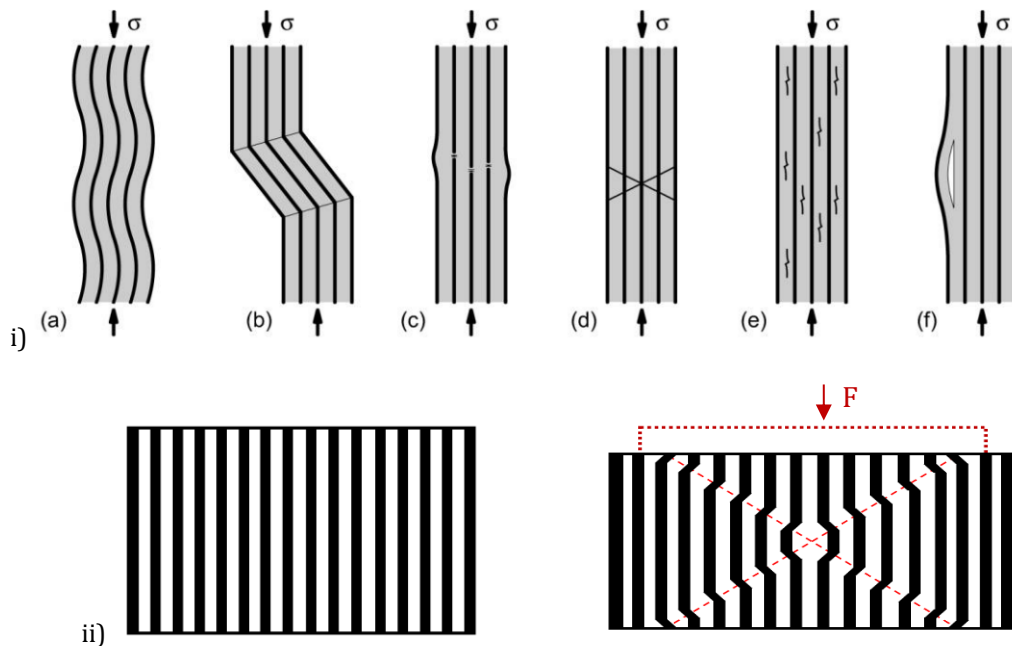


Figure 105 : i) Ruptures caractéristiques possibles de composites : (a) Micro flambement élastique (buckling) ; (b) Vrillage des fibres (kinking) ; (c) Broyage des fibres (crushing) ; (d) Formation de bandes de cisaillement (shear bands) ; (e) Fissuration matricielle (f) Délamination par flambage [214]–[216] . ii) Rupture des éprouvettes cylindriques Lin/Elium en compression

Sur les éprouvettes cylindriques est observée une rupture par bandes de cisaillement d'environ 30° (d). Cette valeur est présentée dans les travaux de Budiansky et al. pour la rupture des fibres en compression [215]. Baley et al. étudient également en compression des composites renforcés de fibres de lin [167]. Dans cette étude, ils identifient une rupture des fibres en compression par vrillage (b) (*kinking*). Ces phénomènes interviennent à l'apex de la courbe. À un plus grand niveau de déformation, il est observé un important délaminage par flambage (f).

Partie 3 : Caractérisation expérimentale du comportement mécanique du stratifié Lin/Elium sur une large plage de vitesse

I. Influence de la vitesse de déformation sur le comportement en compression stratifié Lin/Elium

I.1. Caractérisation expérimentale du comportement en vitesse

Dans cette partie, nous étudions l'effet de la vitesse de déformation sur une large plage de vitesse de déformation pour des sollicitations de compression. Les différentes vitesses de déformation sont les suivantes : 0.0008 s^{-1} , 0.2 s^{-1} , 2 s^{-1} , 497 s^{-1} , 933 s^{-1} , 1655 s^{-1} , 2318 s^{-1} . Les essais de compression quasi-statique sont réalisés sur une machine universelle bi colonne Instron 5969 équipée d'une cellule de force de 50 kN. Les essais en quasi-statiques et vitesses intermédiaires sont définis par les vitesses de traverses suivantes : 2 mm/min, 50 mm/min et 500 mm/min. Les faces des plateaux de compression en contact avec l'échantillon sont lubrifiées avec de la vaseline.

Les essais de compression dynamiques sont réalisés sur un système de barre d'Hopkinson maison. Le projectile est lancé par le canon à air comprimé délivrant une pression de 0.4 à 4 bars correspondant à une plage de vitesses d'essais comprises entre 2 et 10 m/s. Sur ce montage, nous ne pouvons pas garantir une vitesse constante de l'essai. Voici par exemple les écart-types mesurés autour d'une vitesse sélectionnée :

Tableau 24 : Vitesses de déformation obtenues sur la barre d'Hopkinson

Vitesse de déformation	Nombre de tests	Ecart-type	Variation
497 s^{-1}	10	92 s^{-1}	18 %
933 s^{-1}	10	101 s^{-1}	11 %
1655 s^{-1}	5	135 s^{-1}	8 %
2318 s^{-1}	5	70 s^{-1}	3 %

La frise suivante résume les vitesses de déformation atteintes en compression ainsi que les dispositifs expérimentaux associés :

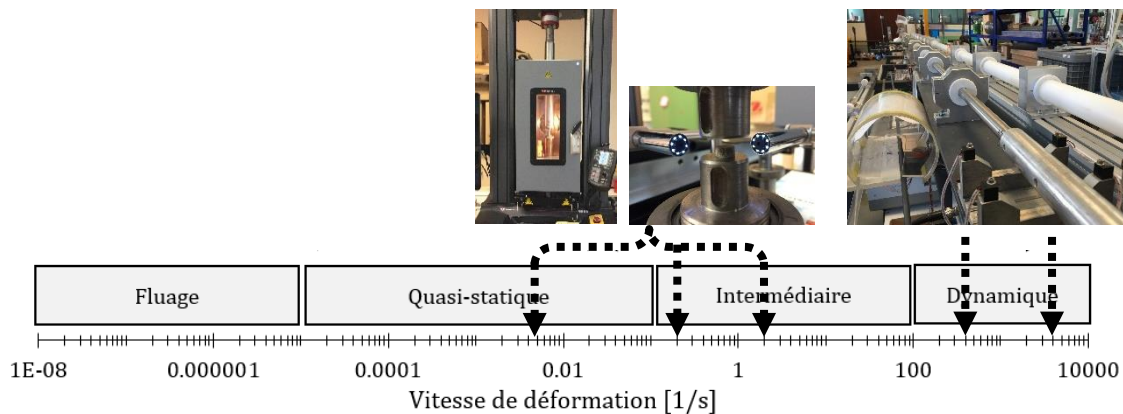


Figure 106 : Vitesses de déformation testées en traction placées sur la frise (Régimes quasi-statique, intermédiaire et dynamique). Vignettes dans l'ordre : Machine de compression universelle Inston (avec enceinte thermique) ; Barre d'Hopkinson maison

Le montage de barre d'Hopkinson maison se présente comme suit :

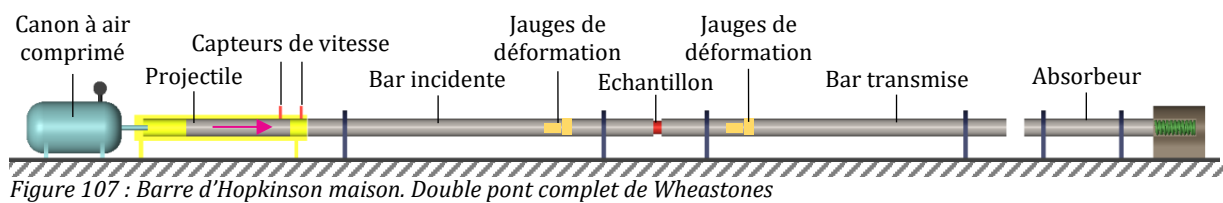


Figure 107 : Barre d'Hopkinson maison. Double pont complet de Wheastones

Les paramètres de la barre maison sont présentés dans le Tableau 25 :

Tableau 25 : Paramètres du montage barre d'Hopkinson

	Projectile	Incidente	Transmise
Longueur barres [mm]	1000	2903	2901
Dist. Jauges/échantillon[mm]	-	1419	1401
Diamètre [mm]	22	22	22
Densité [kg/m ³]	7950	7950	7950
Vitesse de l'onde [m/s]	4875	4875	4875

Les éprouvettes sont des cylindres d'élanement $L/D = 0.5$. De nombreuses publications introduisent ce rapport d'aspect en commençant par Davies [161]–[165], [217]. Plus le rapport L/D est faible et plus les frottements à l'interface échantillon/mors sont importants. Cependant, il est important de choisir un rapport L/D faible pour limiter les forces d'inertie dans l'échantillon.

En dynamique, il est important de prendre en compte les forces d'inertie dans l'échantillon. Lorsqu'une éprouvette est chargée, une certaine force est nécessaire pour dépasser la résistance

intrinsèque du matériau, tandis qu'une autre force est nécessaire pour accélérer le matériau jusqu'à une haute vitesse de déformation, dans les directions axiales et radiales. Nous avons ainsi : $\sigma_{\text{tot}} = f(\dot{\epsilon}, \ddot{\epsilon})$. Le terme $\ddot{\epsilon}$ provient de la composante d'inertie radiale dans le matériau [49], [162], [218]–[221]. La résistance intrinsèque est définie comme le point de contrainte au-delà duquel la contrainte décroît avec la déformation.

$$\sigma_{\text{tot}}(\dot{\epsilon}, \ddot{\epsilon}) = \sigma_s + \rho_b \left(\frac{L^2}{6} - \frac{\nu_s^2 D^2}{16} \right) \dot{\epsilon}^2 + \rho_b \left(\frac{L^2}{6} - \frac{\nu_s^2 D^2}{8} \right) \ddot{\epsilon} - \frac{\rho_b L V_T}{2} \quad (3.3.1)$$

σ_s est la résistance intrinsèque du matériau, ν_s est le coefficient de Poisson du matériaux testé et ρ_b est la masse volumique de la barre.

Pour négliger les effets d'inertie, le terme en $\ddot{\epsilon}$ s'annule si $\frac{L^2}{6} = \frac{\nu_s^2 D^2}{8}$ soit $\frac{\sqrt{3}\nu_s}{2} = \frac{L}{D}$

Une hypothèse classiquement posée est de considérer que le matériau est incompressible en dynamique, alors nous avons $\nu_s = 0.5$, d'où $\frac{L}{D} = \frac{\sqrt{3}}{4} = 0.43$. Si on considère $\nu_s = 0.2$, alors $\frac{L}{D} = 0.17$. Mais ces dimensions pour les composites induisent trop de frottements et Davie et Hunter [162] ont prouvé que le rapport L/D proche de 1 permet de négliger les frottements. Il est donc nécessaire d'avoir un rapport L/D faible, proche de 0.17 pour limiter les effets d'inertie et également proche de 1 pour limiter les frottements. Pour les composites biosourcés, le rapport optimal qui offre le meilleur compromis et qui est utilisé dans de nombreuses publications est ainsi 0.5 [161]–[165], [217], [220]. Cette valeur est également proche de 0.43 considérant l'incompressibilité du matériau.

L'échantillon cylindrique est pris en sandwich entre la barre incidente et la barre transmise (Figure 107 & Figure 108) où la lubrification entre les différentes faces est rigoureusement effectuée en appliquant de la vaseline. Lorsqu'un échantillon est placé entre les barres et lors de l'impact, l'hypothèse de l'équilibre des forces est retenue (équation 3.3.4). Les forces exercées sur les surfaces de l'échantillon sont mises en évidence sur la Figure 108.

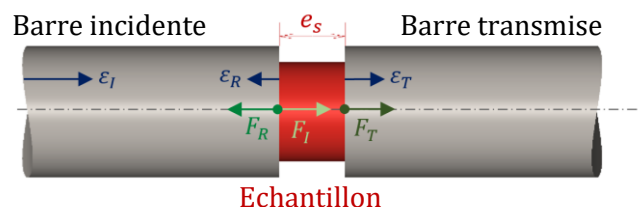
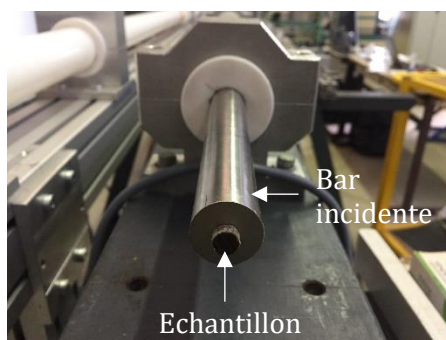


Figure 108 : Interface Barres/Échantillon sur le montage et représentation schématique

Tableau 26 : Définition des termes utilisés dans la présentation des équations

S_b	Section des barres
E_b	Module d'Young des barres
c_b	Vitesse de l'onde
$e_s(t) = L$	Épaisseur de l'échantillon
$S_s(t)$	Section de l'échantillon
ν	Coefficient de Poisson
Indice I	Signal incident
Indice T	Signal transmis
Indice R	Signal réfléchi

Pour analyser les signaux et obtenir les courbes contraintes/déformations, les équations suivantes sont utilisées :

F_1 est la force appliquée sur la surface de l'échantillon en contact avec la barre incidente. F_2 est la force totale appliquée sur la surface de l'échantillon en contact avec la barre transmise.

$$F_1 = F_I + F_R = E_b(\varepsilon_I + \varepsilon_R)S_b \quad (3.3.2)$$

$$F_2 = F_T = E_b(\varepsilon_T)S_b \quad (3.3.3)$$

En supposant l'équilibre des efforts alors :

$$F_1 = F_2 \rightarrow \varepsilon_I + \varepsilon_R = \varepsilon_T \rightarrow \varepsilon_I - \varepsilon_T = -\varepsilon_R \quad (3.3.4)$$

Ensuite, le calcul de la vitesse de déformation nominale est effectué : (noté index -n pour *nominal*)

$$\dot{\varepsilon}_n(t) = \frac{c_b}{e_s(0)} (\varepsilon_I(t) - \varepsilon_T(t) - \varepsilon_R(t)) = -\frac{2 c_b}{e_s(0)} \varepsilon_R(t) \quad (3.3.5)$$

La déformation nominale peut ensuite être calculée par :

$$\varepsilon_n(t) = \frac{c_b}{e_s(0)} \int_0^t (\varepsilon_I(t) - \varepsilon_T(t) - \varepsilon_R(t)) dt = -\frac{2 c_b}{e_s(0)} \int_0^t \varepsilon_R(t) dt \quad (3.3.6)$$

Enfin, la déformation vraie peut être calculée (notée index -t pour *true*)

$$\varepsilon_t(t) = \ln(\varepsilon_n(t) + 1) \quad (3.3.7)$$

Et la vitesse de déformation vraie est définie par :

$$\dot{\varepsilon}_t(t) = \frac{\dot{\varepsilon}_n(t)}{1 - \varepsilon_n(t)} \quad (3.3.8)$$

Enfin, il est possible de calculer la contrainte nominale :

$$\sigma_n(t) = \frac{E_b S_b}{2 S_s(0)} (\varepsilon_I(t) + \varepsilon_R(t) + \varepsilon_T(t)) = \frac{E_b S_b}{S_s(0)} \varepsilon_T(t) \quad (3.3.9)$$

Puis la contrainte vraie :

$$\sigma_t(t) = \sigma_n(t)(1 + \varepsilon_n(t))^{2\nu} \quad (3.3.10)$$

En compression dynamique, la phase élastique étant réduite, l'hypothèse de l'incompressibilité est utilisée. Ainsi, le coefficient de Poisson vaut $\nu = 0.5$.

Les trois signaux incident, réfléchi et transmis sont utilisés pour tracer la courbe contrainte-déformation. La Figure 109 correspond aux signaux obtenus avec un test de compression dynamique sur l'échantillon Lin/Elium.

Selon l'équation 3.3.4 et l'équilibre des forces, la somme des signaux incidents et réfléchis est égale au signal transmis.

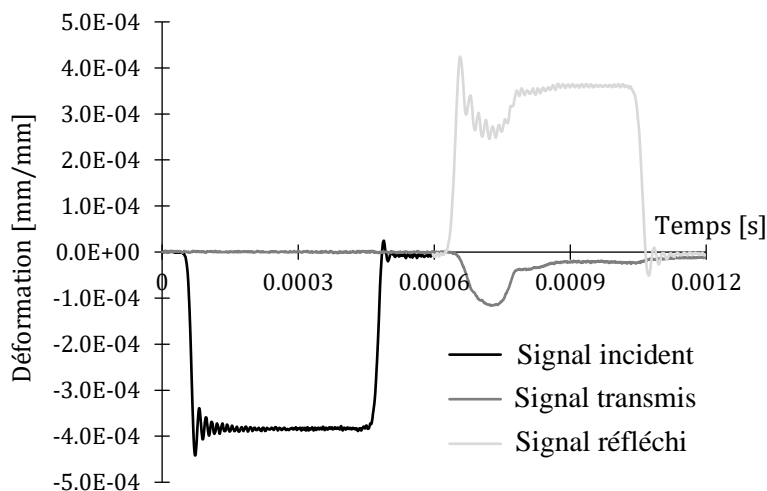


Figure 109 : Signaux typiques après un test de compression sur SHPB - Vitesse de déformation à 860 s^{-1} sur un échantillon cylindrique [0]₄₀

Ensuite, les signaux sont traités à l'aide du logiciel David LMS (G. Gary). Un programme de traitement maison a également été développé sous Matlab, exportant automatiquement les courbes contrainte-déformation vraie et nominale au format .txt (Annexe V). Ce programme automatique permet de traiter rapidement une grande quantité de données, mais nécessite des signaux sans défaut (comme sur la Figure 109). Si les signaux comportent des défauts, alors il faut passer sur le logiciel David LMS qui offre une plus grande flexibilité et davantage de contrôles manuels lors du traitement.

L'impédance du matériau de la barre est égal à $Z_B = c_b \times \rho_b = 3.87 \times 10^7 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$. Celle de l'échantillon est égal à $Z_s = c_s \times \rho_s = 1130 \times 1252.5 = 1.42 \times 10^6 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$

Le coefficient β qui permet de transformer des volts en déformation est défini par la formule suivante :

$$\beta = \frac{2}{U_{\text{alim}} \times G \times K \times (1 + \nu_b)} = \frac{2}{5 \times 300 \times 2.1 \times (1 + 0.3)} = 4.84 \times 10^{-4} \quad (3.3.11)$$

Avec U_{alim} la tension d'alimentation, G le gain et ν_b le coefficient de Poisson de la barre.

I.2. Résultats

I.2.1. Résultats en régimes quasi-statique et intermédiaire en compression

Les courbes contrainte-déformation ci-dessous (Figure 110) résument les essais de compression sur éprouvette $[0]_{40}$ aux vitesses de déformation 0.008 s^{-1} , 0.2 s^{-1} et 2 s^{-1} .

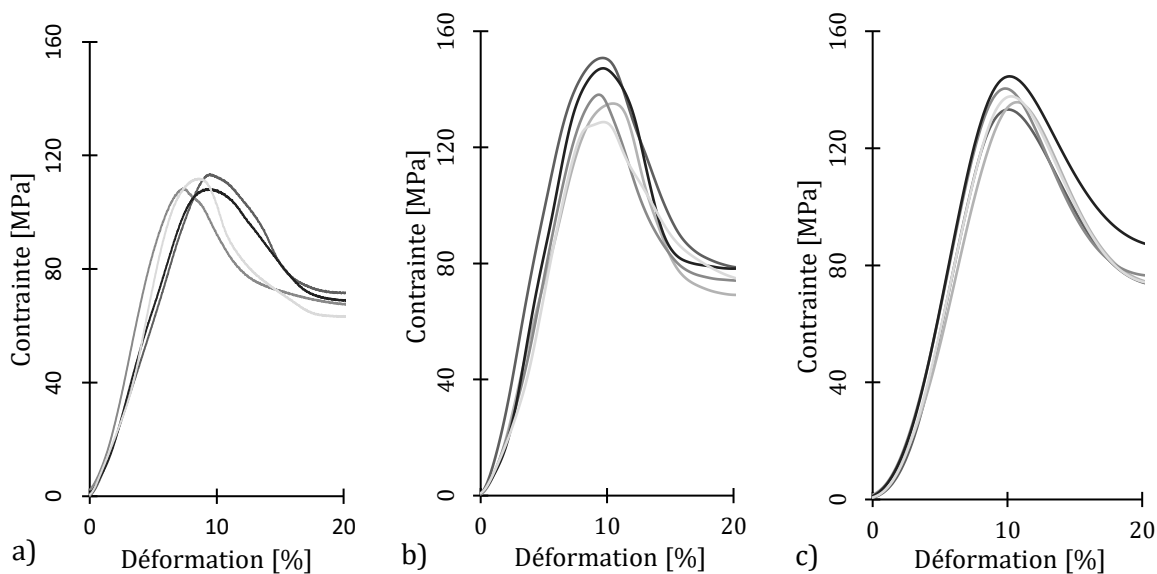


Figure 110 : Essais de compression sur stratifié $[0]_{40}$ - Vitesses de déformation testées : a) 0.008 s^{-1} ; b) 0.2 s^{-1} ; c) 2 s^{-1}

A partir de ces courbes, les modules apparents, la contrainte maximale et déformation à la contrainte maximale sont mesurés pour les différents empilements.

Tableau 27 : Résultat des essais en compression à différentes vitesses de déformation

	2 mm/min 0.0008 s^{-1}	50 mm/min 0.2 s^{-1}	500 mm/min 2 s^{-1}
Moyenne module compression [GPa]	2.06	2.55	2.11
Ecart-type module compression [GPa]	0.43	0.25	0.12
Coefficient de variation [%]	20.9	9.80	5.97
Moyenne contrainte maximale [MPa]	109.61	139.54	138.31
Ecart-type contrainte maximale [MPa]	2.93	8.11	4.37
Coefficient de variation [%]	2.67	5.81	3.16

Moyenne déformation à contrainte max. [%]	7.57	6.39	8.22
Ecart-type déformation à contrainte max. [%]	1.53	0.80	0.39
Coefficient de variation [%]	20.2	12.5	4.74

Si on analyse de plus près les courbes de compression, nous pouvons observer que le pied de courbe obtenu à une vitesse intermédiaire, est plus important que celui observé en quasi-statique. La raison vient du fait qu'en quasi-statique, une précharge de 20 N est effectuée. Cette valeur de précharge respecte la condition mentionnée dans la norme NF EN ISO 604, à savoir : $0 \leq F_{\text{précharge}} \leq F_{\text{max}} \times 10^{-2}$. Soit, $\leq F_{\text{précharge}} \leq 50$ N. En vitesse intermédiaire, pour garantir une vitesse constante de la traverse et éviter les effets d'accélération, la précharge ne peut pas être effectuée. Ainsi, le pied de courbe correspond à un léger défaut de parallélisme au niveau des plateaux de la machine universelle de compression.

Pour étudier l'effet de la vitesse, nous reprenons la méthodologie présentée pour les fibres élémentaires. Ainsi, les facteurs de sensibilité à la vitesse sont :

Tableau 28 : Coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation pour la contrainte maximale et le module de compression

	$\beta^\sigma = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)} \Big _{\epsilon_{\text{rupture}}}$	$n^\sigma = \frac{\log(\sigma_2/\sigma_1)}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)} \Big _{\epsilon_{\text{rupture}}}$
0.008 s ⁻¹ à 0.2 s ⁻¹	21.4 MPa	0.074
0.2 s ⁻¹ à 2 s ⁻¹	-1.2 MPa	-0.004

	$\beta^E = \frac{E_2 - E_1}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)}$	$n^E = \frac{\log(E_2/E_1)}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)}$
0.008 s ⁻¹ à 0.2 s ⁻¹	0.3 GPa	0.067
0.2 s ⁻¹ à 2 s ⁻¹	-0.4 GPa	-0.082

Nous pouvons observer que la sensibilité à la vitesse de déformation est plus importante pour la contrainte maximale que le module de compression. Ceci se visualise également sur la Figure 110.

Les coefficients de sensibilité à la vitesse β^σ et n^σ calculés entre 0.2 s⁻¹ à 2 s⁻¹ sont moins important que ceux entre les vitesses de déformation 0.008 s⁻¹ à 0.2 s⁻¹. À noter que la différence entre les valeurs des contraintes mécaniques entre 0.2 s⁻¹ et 2 s⁻¹ est en réalité comprise dans les barres d'erreur. Ainsi, les valeurs des coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation ne sont pertinentes qu'entre le régime quasi-statique et le régime intermédiaire. Les valeurs des

coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation ne sont pas pertinentes entre les vitesses 0.2 s^{-1} et 2 s^{-1} .

I.2.2. Résultats effet de la vitesse de déformation en régime dynamique

L'empilement $[0]_{40}$ a été testé en compression dynamique à quatre vitesses différentes : 497 s^{-1} , $1,933 \text{ s}^{-1}$, 1655 s^{-1} et à 2318 s^{-1} . Ces vitesses de déformation correspondent aux vitesses du projectile de 2.7 m/s , 5.1 m/s , 9.1 m/s et 12.7 m/s respectivement. Les limites de vitesse de déformation atteintes avec notre système de barre d'Hopkinson ont été explorées et rapportées dans la Figure 111. Afin de mieux appréhender l'influence de la vitesse, un essai de compression quasi-statique réalisé à une vitesse de 2 mm/min , soit une vitesse de déformation de 0.008 s^{-1} a été ajouté aux courbes d'essais. Pour chaque essai, au moins six échantillons sont testés. Les courbes aux vitesses de déformation 0.008 s^{-1} , 497 s^{-1} et 2318 s^{-1} sont représentées sur la Figure 111. Les courbes obtenues en dynamique sont similaires à celle obtenue en compression quasi-statique. Nous pouvons observer une très légère non linéarité du comportement dès le début de l'essai (pied de courbe) occasionné possiblement par les défauts de parallélisme entre les faces des échantillons et des plateaux de compression et les barres d'impact. Le pied de courbe est suivi d'une pente linéaire qui s'adoucit en approchant du maximum en contrainte. Ensuite, le composite se dégrade fortement ce qui se caractérise par une chute de la contrainte complexe à analyser en raison de la ruine de l'échantillon.

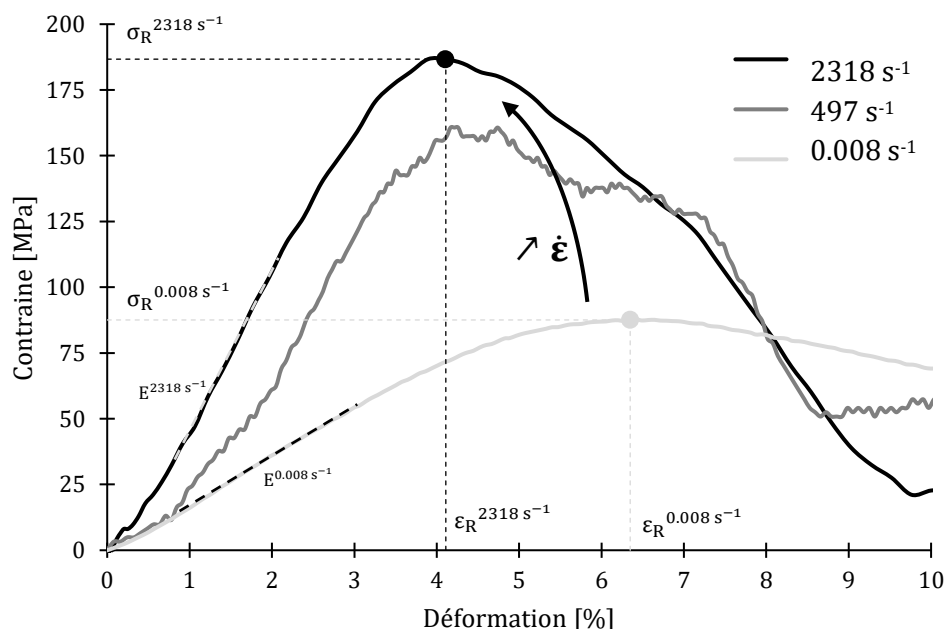


Figure 111 : Comparaison de courbes contraintes déformation à différentes vitesses de déformation

Pour la déformation à la contrainte maximale ϵ_R et la contrainte maximale σ_R , il est rencontré dans la littérature les notations : ϵ_{pk} et σ_{pk} . Cette notation vaut pour *peak* (contrainte pic) [222].

A partir de ces courbes contrainte-déformation sur tous les essais, nous pouvons identifier le module apparent, la contrainte et la déformation maximale du stratifié (Figure 111). La principale observation est l'augmentation de la contrainte maximale et du module élastique avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

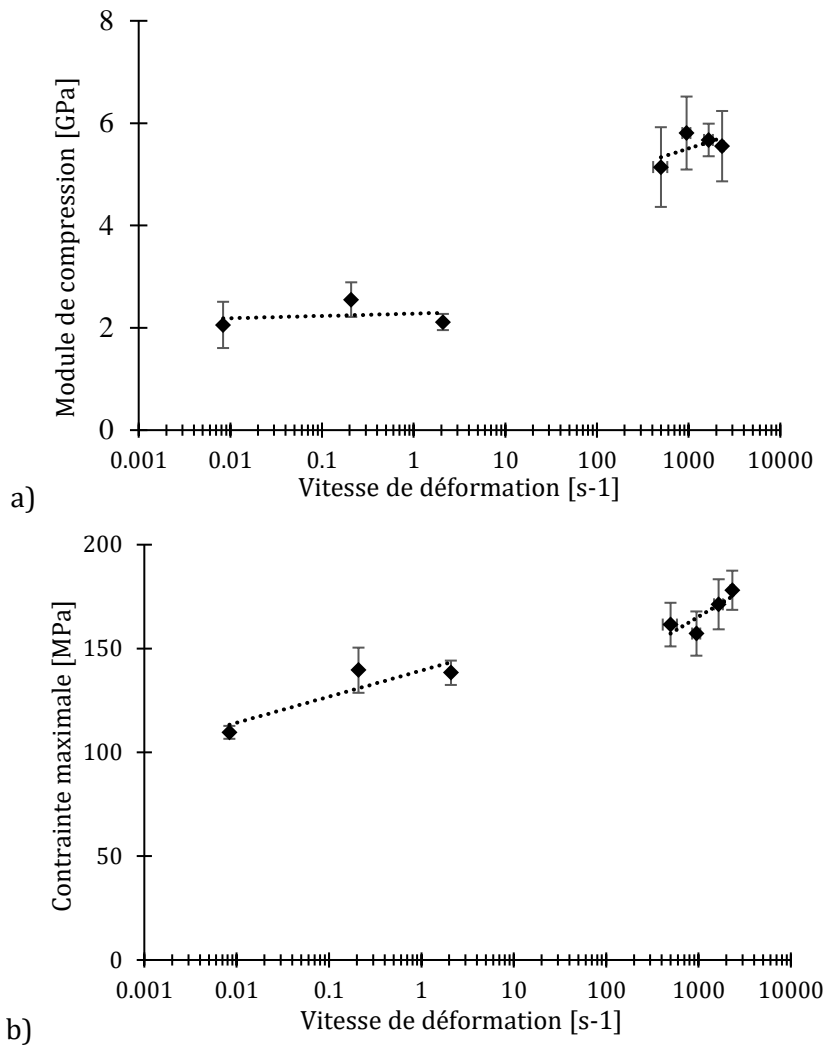


Figure 112 : Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte maximale et le module de compression de l'empilement $[0]_{40}$ (vitesses de déformation calculées : 0.008 s^{-1} , 0.2 s^{-1} , 2 s^{-1} , 497 s^{-1} , 949 s^{-1} , 1655 s^{-1} et 2318 s^{-1})

La sensibilité à la vitesse de déformation pour le chargement dynamique est étudiée sur un stratifié $[0]_{40}$ afin de mieux comprendre les mécanismes impliqués dans le chargement dynamique. Comme observé pour les publications de composites stratifiés dédiés aux composites biosourcés, la pente initiale et la contrainte maximale augmentent avec l'augmentation de la vitesse de déformation [161], [168], [169], [217].

La Figure 112 résume les propriétés mécaniques aux différentes vitesses de déformation étudiées. La vitesse visée n'est jamais exactement la même entre chaque essai en raison du

montage (friction, incertitude sur la pression), c'est pourquoi les barres d'erreur sont également tracées pour la vitesse de déformation. Ensuite, la Figure 113 montre les spécimens après les essais à différentes vitesses de déformation. Les essais quasi-statiques montrent qu'après avoir atteint la contrainte maximale en compression, une délamination importante se produit et les plis vont glisser les uns sur les autres, ce qui induit une transition d'une section circulaire à une section elliptique. À la fin des essais à haute vitesse de déformation, les éprouvettes subissent une déformation très importante et un écrasement complet des éprouvettes. Il est également important de noter que plus le vitesse de déformation augmente, plus la déformation totale de l'éprouvette à la fin de l'essai augmente.

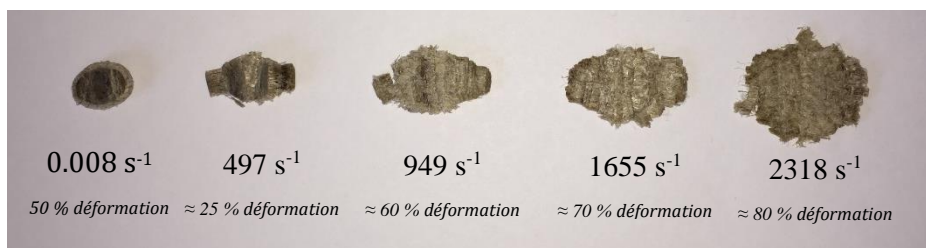


Figure 113 : Echantillons après les essais à différentes valeurs de vitesses de déformation. Délamination importante après la contrainte maximale

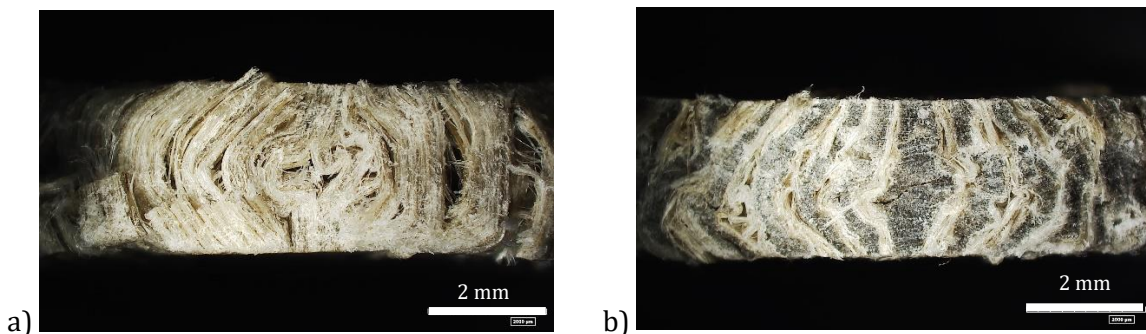


Figure 114 : Echantillons après rupture : a) $[0]_{40}$; b) $[0,90]_{10s}$. Mise en évidence de la rupture du composite par compaction, flambage des fibres et délamination

En accord avec nos données expérimentales, et comme rapporté dans la littérature pour les composites stratifiés [169], [172], [223], une expression logarithmique peut être utilisée pour modéliser la sensibilité à la vitesse de déformation du composite. Cette équation prend en compte l'augmentation du module de compression lorsque la vitesse de déformation augmente (Figure 112 a) et l'augmentation de la contrainte maximale lorsque la vitesse de déformation augmente (Figure 112 b).

$$E(\dot{\epsilon}) = A \times \ln(\dot{\epsilon}) + B \quad (3.3.12) \quad \sigma_R(\dot{\epsilon}) = C \times \ln(\dot{\epsilon}) + D \quad (3.3.13)$$

$$\epsilon_R(\dot{\epsilon}) = E \times \ln(\dot{\epsilon}) + F \quad (3.3.14)$$

A = 0.28 et B = 2.06, C = 5.46, D = 109.61, E = -0.25 et F = 7.57. De plus, il est possible de calculer la sensibilité à la vitesse de déformation d'après les formules présentées dans les travaux de Omar et al. [195] et Nakai et al. [196]. La valeur des paramètres sont présentés dans le Tableau 29 et le Tableau 30 :

Tableau 29 : Paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation sur la contrainte maximale

Plages de vitesses	$\beta^\sigma = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)} \Big _{\epsilon_{rupture}}$	$n^\sigma = \frac{\log(\sigma_2/\sigma_1)}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)} \Big _{\epsilon_{rupture}}$
0.008 s ⁻¹ – 2 s ⁻¹	11.9 MPa	0.04
2 s ⁻¹ – 497 s ⁻¹	9.8 MPa	0.03
497 s ⁻¹ – 2318 s ⁻¹	24.7 MPa	0.06

Tableau 30 : Paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation sur le module de compression

Plages de vitesses	$\beta^E = \frac{E_2 - E_1}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)}$	$n^E = \frac{\log(E_2/E_1)}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)}$
0.008 s ⁻¹ – 2 s ⁻¹	0.02 GPa	0.01
2 s ⁻¹ – 497 s ⁻¹	1.3 GPa	0.16
497 s ⁻¹ – 2318 s ⁻¹	0.6 GPa	0.05

La sensibilité à la vitesse de déformation est plus importante pour la contrainte à rupture que pour le module de compression.

On peut noter que la sensibilité à la vitesse de déformation est plus élevée pour le module de compression de 497 s⁻¹ à 2318 s⁻¹ que de 0.008 s⁻¹ à 2 s⁻¹. Ces résultats montrent que le comportement du matériau change à un point de transition et qu'il est nécessaire d'effectuer des tests supplémentaires à des vitesses de déformation intermédiaires. L'activation de la transition de mobilité moléculaire se produit entre 10 s⁻¹ et 500 s⁻¹ [49].

I.2.3. Modélisation du comportement mécanique en compression

Pour modéliser le comportement mécanique du matériau en compression nous utilisons également les équations de Weibull basé sur le modèle constitutif d'endommagement en compression [222], [224], [225].

$$\sigma(\epsilon) = E \times \epsilon \times \exp\left(-\left(\frac{\epsilon}{q}\right)^p\right) \quad (3.3.15)$$

Avec :

$$p = \frac{1}{\ln\left(\frac{E_c \epsilon_{Rc}}{\sigma_{Rc}}\right)} \quad (3.3.16)$$

$$q = \frac{\epsilon_R}{\left(\frac{1}{p}\right)^{1/p}} \quad (3.3.17)$$

p et q sont les paramètres de distribution de Weibull. Avec p , le module de Weibull.

Soit, dans l'équation 3.3.15 :

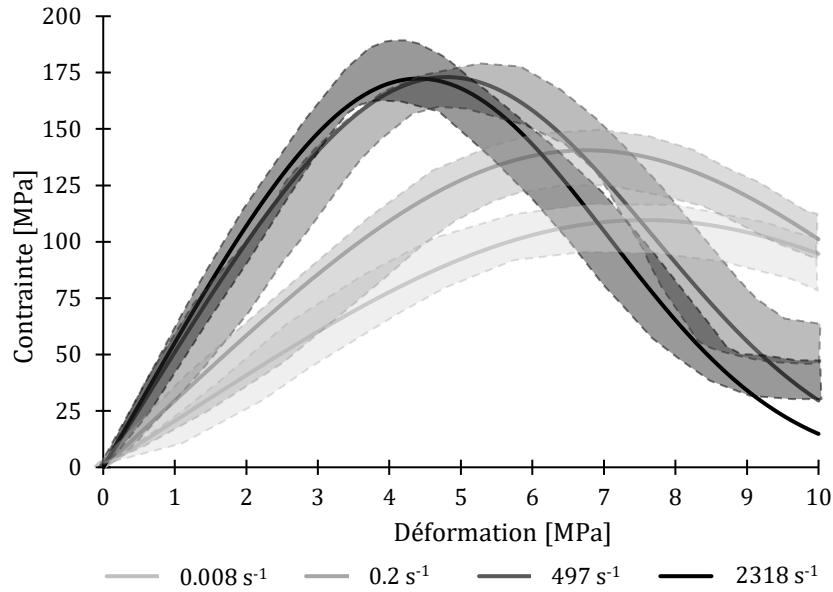
$$\sigma(\varepsilon) = E \times \varepsilon \times \exp\left(-\left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R}\right)^p \left(\frac{1}{p}\right)\right) \quad (3.3.18)$$

La valeur du module de Weibull p est calculée avec les résultats de l'essai en quasi-statique qui servent de valeurs de référence : σ_{Rc} est la contrainte à rupture (pic de la valeur de contrainte), ε_{Rc} est la déformation à la contrainte pic (Figure 111) et enfin E_c est le module utilisé comme référence en quasi-statique $\dot{\varepsilon} = 0.008 \text{ s}^{-1}$. Nous avons ainsi $p = 2.85$. L'objectif est maintenant de voir si nous pouvons exprimer les données expérimentales avec une fonction dépendante à la vitesse de déformation. Nous adaptons ainsi l'équation 3.3.18 pour prendre en compte l'effet de la vitesse de déformation avec $\varepsilon_R(\dot{\varepsilon})$ et $E(\dot{\varepsilon})$. Soit :

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = E(\dot{\varepsilon}) \times \varepsilon \times \exp\left(-\left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R(\dot{\varepsilon})}\right)^p \left(\frac{1}{p}\right)\right) \quad (3.3.19)$$

Une confrontation entre la modélisation et les résultats expérimentaux est réalisée et affichée dans la Figure 115. Il est ainsi remarqué que globalement, le modèle ci-dessus suit la tendance des résultats expérimentaux. Mais, plus en détail, à la vitesse de 2 s^{-1} (non représenté sur la Figure 115 pour plus de clarté), le modèle sur-estime la contrainte et le module de compression. L'erreur relative est importante pour la vitesse de déformation 2 s^{-1} (cf. Tableau 31). Cette erreur importante peut venir du fait que la machine Instron universelle soit moins adaptée pour les vitesses de déformation intermédiaires.

Les imprécisions du modèle peuvent venir de la détermination des paramètres qui sont calculés à partir des courbes contrainte-déformation. Des variabilités en dynamique peuvent intervenir notamment sur le traitement des essais réalisés sur la barre d'Hopkinson. En effet, il peut y avoir des variations sur la vitesse du projectile, des variations sur la morphologie des échantillons et également un questionnement sur l'hypothèse du moment où a lieu l'équilibre des forces dans l'échantillon.



Résultats expérimentaux : : 0.008 s⁻¹ ; : 0.2 s⁻¹ ; : 497 s⁻¹ ; : 2318 s⁻¹

Figure 115 : Confrontation entre les équations de modélisation (traits pleins en légende) et les essais expérimentaux de compression (Zone de remplissage)

Le tableau ci-dessous résume l'erreur relative entre les valeurs expérimentales et celles issues de la relation constitutive :

Tableau 31 : Erreur relative entre les valeurs expérimentales et celles issues de la relation constitutive à chaque vitesse de déformation

Vitesses de déformation	$\delta E(\dot{\epsilon})$	$\delta \sigma_R(\dot{\epsilon})$	$\delta \varepsilon_R(\dot{\epsilon})$
0.008 s ⁻¹	0.0 %	0.0 %	0.0 %
0.2 s ⁻¹	13.6 %	9.7 %	5.4 %
2 s ⁻¹	41.2 %	1.0 %	33.2 %
497 s ⁻¹	0.4 %	4.8 %	0.8 %
949 s ⁻¹	9.5 %	9.2 %	9.8 %
1655 s ⁻¹	4.0 %	2.8 %	16.8 %
2318 s ⁻¹	0.0 %	0.0 %	0.0 %
<i>Moyennes :</i>	<i>13.7 %</i>	<i>5.5 %</i>	<i>13.2 %</i>

Les différentes conclusions apportées par cette étude de l'effet de vitesse sur le composite sont les suivantes :

- Le composite biosourcé renforcé par des fibres de lin est très sensible à la vitesse de déformation avec une augmentation de 109.6 MPa à 178.1 MPa sur la contrainte maximale

entre les vitesses de déformation 0.008 s^{-1} et 2318 s^{-1} et une augmentation de 2.1 GPa à 5.6 GPa du module de traction entre ces deux vitesses.

- L'effet est opposé sur la déformation maximale, avec une diminution de 7.6 % à 4.4 % de déformation avec l'augmentation de la vitesse de déformation.
- Pour affiner le modèle, il serait nécessaire de réaliser des essais supplémentaires à différentes vitesses de déformation, notamment à des vitesses de déformation comprises entre 10 s^{-1} et 500 s^{-1} .
- En complément de ce travail, une étude avec l'effet de la température est à mener dans le but d'obtenir une équivalence vitesse/température sur le composite.

I.2.4. Effet de l'orientation et de la vitesse de déformation

Dans cette partie, la sensibilité à la vitesse de déformation sur les différents empilements $0]_{40}$, $[0,90]_{10s}$ et $[+45,-45]_{10s}$ est identifiée. Les essais quasi-statiques (notés QS) sont réalisés à une vitesse de 2 mm/min, soit une vitesse de déformation de 0.008 s^{-1} . Les essais dynamiques (notés SHPB) sont réalisés à une vitesse de 4.7 m/s, soit une vitesse de déformation moyenne de 860 s^{-1} . Pour chaque essai, au moins six échantillons sont testés. La principale observation est l'augmentation de la contrainte maximale et du module élastique avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Nous observons également que lorsque l'orientation des fibres s'éloigne de la direction de chargement, les propriétés mécaniques diminuent. Des tendances similaires ont été obtenues pour le chargement dynamique. Les Figure 116 et Figure 117 résument les différents tests effectués sur les stratifiés avec des chargements quasi-statiques et dynamiques.

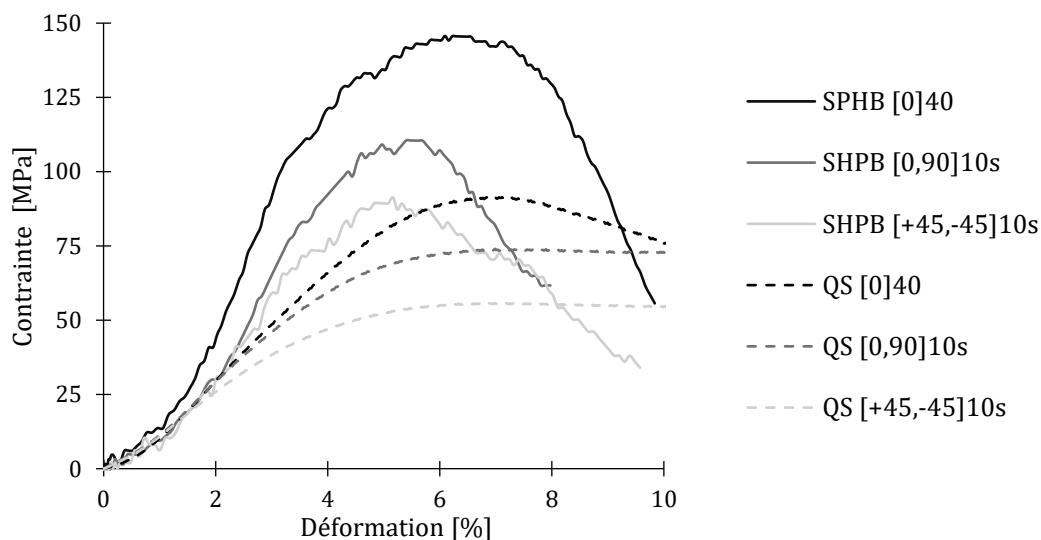


Figure 116 : Effet de l'empilement en quasi-statique à 0.008 s^{-1} (noté QS) et en dynamique à 860 s^{-1} (noté SHPB – pour Split Hopkinson Pressure Bar)

Les propriétés mécaniques - module élastique, contrainte maximale et déformation maximale - sont représentées sous forme d'histogrammes pour mettre en évidence l'augmentation du module et de la contrainte maximale avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Les barres d'erreur tout au long de cette étude sont définies comme des intervalles de confiance par la formule : $IT = \bar{X} \pm 3 \times \sigma / \sqrt{n}$. avec \bar{X} , la moyenne des résultats, σ l'écart-type et n , le nombre d'échantillons testés. L'effet de la vitesse est opposé pour la déformation à rupture avec une diminution lorsque la vitesse de déformation augmente. Il est également intéressant de noter que le stratifié unidirectionnel $[0]_{40}$ présente les meilleures propriétés mécaniques, car toutes les fibres sont dans la direction longitudinale de chargement. Cependant, en compression, la matrice jouera un rôle dominant et la résistance sera inférieure à une contrainte de traction [152], [226], [227]. Comme il a été présenté précédemment, nous observons une baisse de la déformation à la contrainte maximale avec l'augmentation de la vitesse de déformation pour tous les empilements. Cependant, le type d'empilement ne semble pas avoir d'effet significatif sur la déformation à la contrainte maximale car les différences des valeurs sont comprises dans les barres d'erreur.

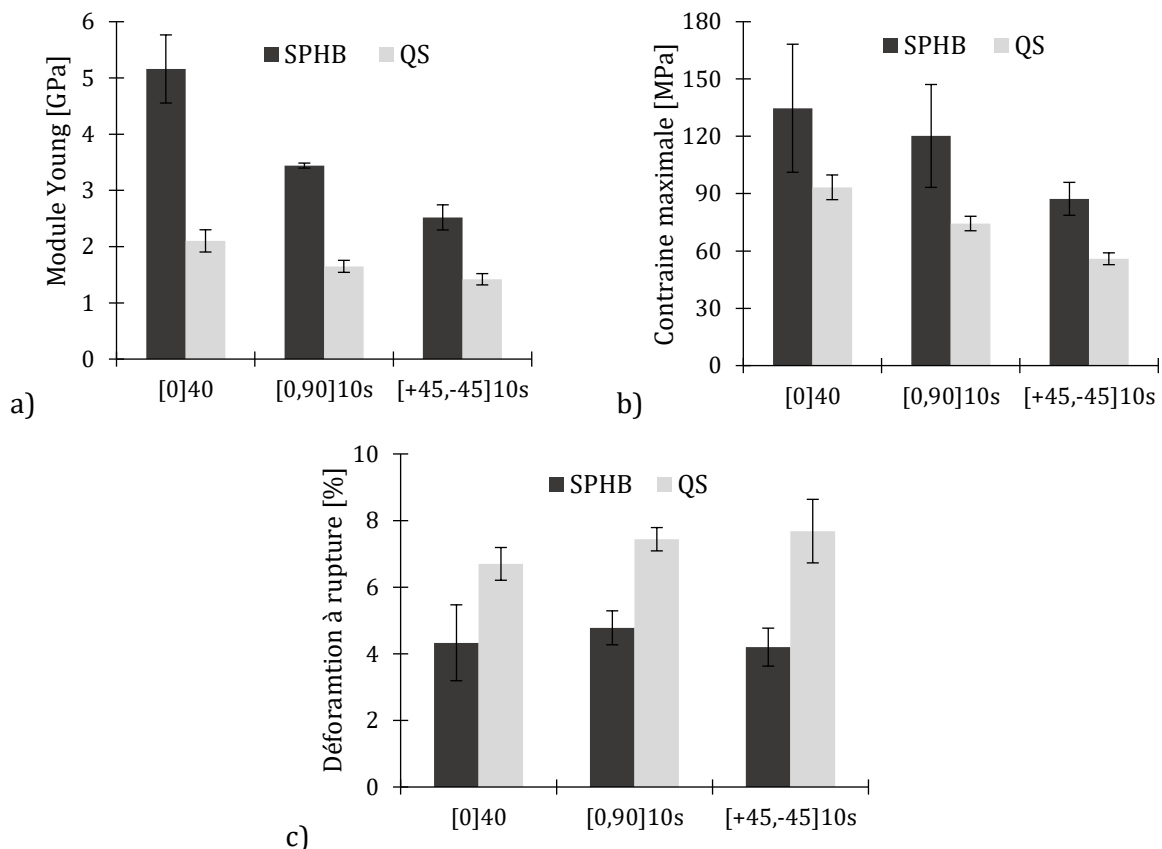


Figure 117 : Bilan des essais sur les stratifiés $[0]_{40}$, $[0,90]_{10s}$ et $[+45,-45]_{10s}$ en quasi-statique (0.008 s^{-1}) et dynamique (860 s^{-1})

A terme, les essais sur les empilements $[0]_{40}$, $[0,90]_{10s}$ et $[+45,-45]_{10s}$ permettent de caractériser le pli composite en compression. Les procédures sont expliquées dans la Partie 4 de ce chapitre et sont appliquées sur les résultats en traction quasi-statique.

II. Effets de la vitesse de déformation en traction

II.1. Matériau et méthode

Dans cette partie, nous étudions l'effet de la vitesse de déformation pour des sollicitations de traction. Les différentes vitesses sont les suivantes : 2 mm/min, 1 m/s et 3.9 m/s. Les essais quasi-statiques sont réalisés sur le machine universelle Instron 5969. Des essais au régime intermédiaire sont réalisés sur machine de traction hydraulique et sur un puits de chute.

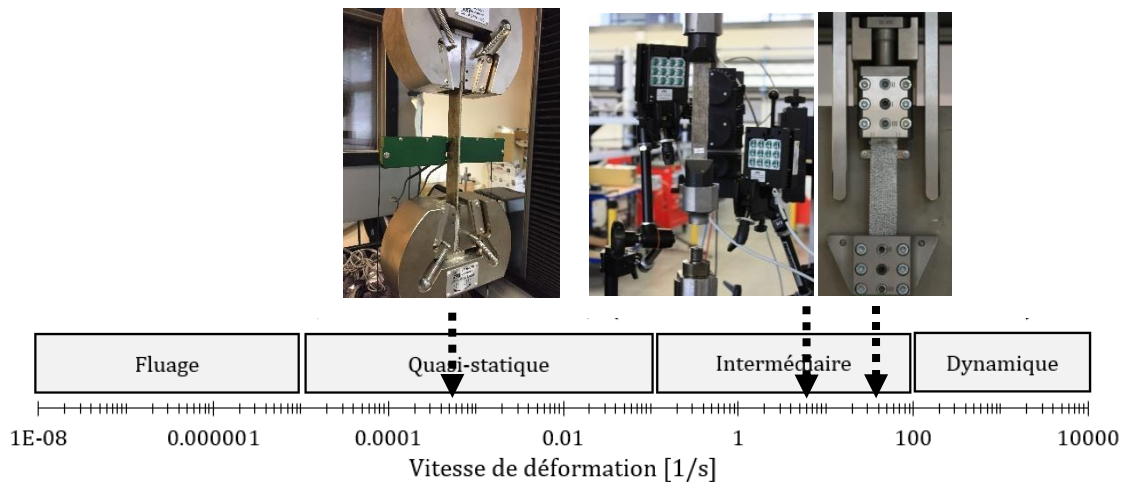


Figure 118 : Vitesses de déformation testées en traction placées sur la frise (Régimes quasi-statique et intermédiaire).
Vignettes dans l'ordre : Machine de traction universelle Instron ; machine de traction hydraulique ; Tour de chute

❖ Machine hydraulique

Les essais de traction sur machine hydraulique ont été réalisés à l'UPHF (Université Polytechnique Hauts-de-France) à Valenciennes. Les essais sont réalisés sur les éprouvettes $[0,90]_{3s}$ à la vitesse de 1 m/s. Les éprouvettes sont rectangulaires de longueur 250 mm, de largeur 25 mm et d'une épaisseur moyenne d'environ 3.6 mm. Des talons de 1 mm d'épaisseur en acier sont collés avec une résine Epoxy. Sur ce dispositif, six éprouvettes sont testées, mais certaines ont rompues prématurément durant l'essai. Ainsi, seuls trois essais sont exploitables.

❖ Puits de chute

Les essais en puits de chute ont été réalisés à l'ISL (Institut Saint-Louis). Les essais sont réalisés sur les éprouvettes $[0,90]_{3s}$ à la vitesse de 3.9 m/s. Les éprouvettes sont rectangulaires de longueur 200 mm, de largeur 16 mm et d'une épaisseur moyenne d'environ 3.6 mm. Des talons de 2 mm sont collés, selon la norme en vigueur, avec une résine Epoxy L. Ce sont les mêmes que ceux utilisés en traction quasi-statique. Sur ce dispositif, six éprouvettes sont testées.

II.2. Résultats effets de la vitesse de déformation en traction

II.2.1. Régime intermédiaire – Machine hydraulique

Les courbes obtenues sur machine hydraulique sont tracées sur la Figure 119. Afin d'analyser l'influence de la vitesse, nous avons reporté un essai quasi-statique en pointillé. Le comportement obtenu est similaire au comportement en quasi-statique : Deux pentes sont observées avec une pente initiale sur laquelle est mesurée le module apparent de l'empilement $[0,90]_{3s}$. Puis, une pente finale. Cependant, le genou très marqué en régime quasi-statique (flèche pointillée) semble moins marqué pour les essais en régime intermédiaire (flèche pleine). En mesurant les pentes des courbes associées, le module initial et le module final des éprouvettes testés en régime intermédiaire ne semble pas impacté par l'augmentation de la vitesse (Tableau 32). L'écart-type des mesures des modules apparents est supérieur à l'écart entre les moyennes des modules apparents. Le seul phénomène qui peut s'observer sur les courbes contrainte-déformation est le décalage du coude à un niveau de déformation plus grand (0.43 % au lieu de 0.09 % de déformation). Les énergies nécessaires à rupture des éprouvettes permettront de comparer les essais à différentes vitesses entre eux. Les mesures des énergies de rupture sont reportés dans le Tableau 34.

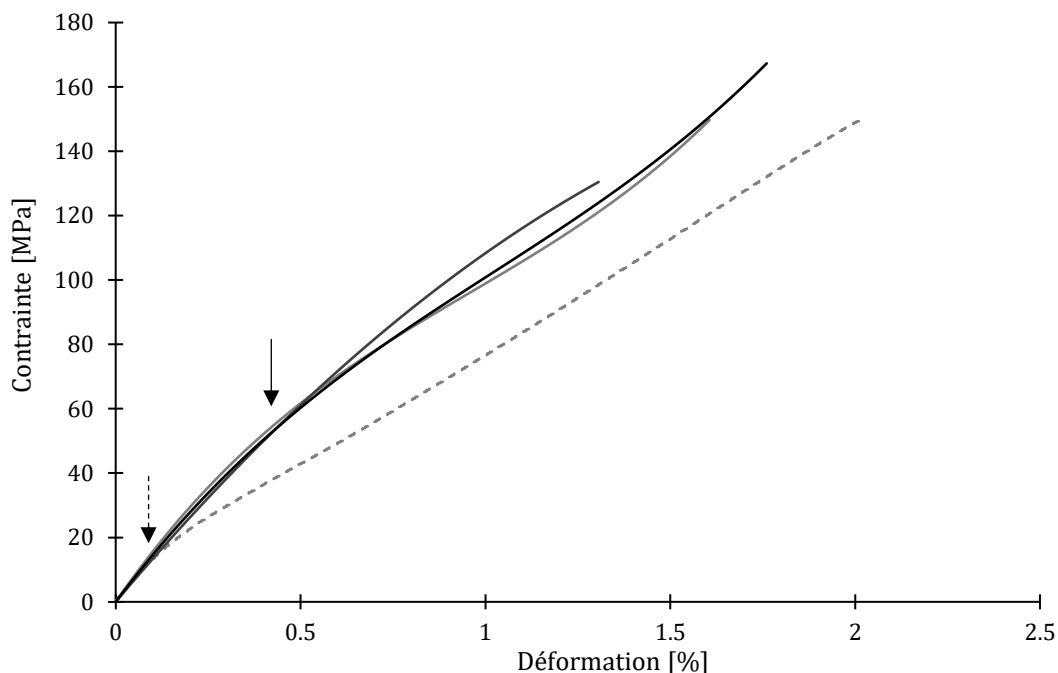


Figure 119 : Essais de traction sur stratifié $[0,90]_{3s}$. Traits pleins : Traction hydraulique à $6.7 s^{-1}$; Traits pointillés : Traction quasi-statique à $0.0002 s^{-1}$

II.2.2. Régime intermédiaire - Puits de chute

Les courbes contrainte-déformation obtenues à partir d'essais sur puits de chute présentent une variabilité des résultats. Il est possible de remarquer un pied de courbe qui correspondrait au défaut de parallélisme des impacteurs parallèles lors de l'impact. En effet, la machine est

constituée de deux impacteurs parallèles qui entraînent le mors mobile. Or d'après les images d'acquisition, les impacteurs ont un léger décalage lors de l'impact. Les courbes contrainte-déformation obtenues par les essais avec le puits de chute sont différentes que celles obtenues par les essais en quasi-statique. On peut se demander si c'est réellement le genou identifié par la flèche pleine sur la Figure 121 ou la conséquence d'autres mécanismes associés à l'endommagement de l'empilement lors de l'essai à vitesse intermédiaire par puits de chute. La pente observée sur la partie après le pied de courbe est plus raide que la pente observée en quasi-statique. À la vue du comportement très différent à cette vitesse en comparaison aux essais réalisés en quasi-statique, on peut se questionner sur la pertinence de ces résultats et de la mesure des propriétés mécaniques à cette vitesse. Cependant, l'énergie de rupture peut être mesurée pour être comparée aux essais en quasi-statique et aux essais de traction hydraulique. Enfin, la déformation est calculée par corrélation d'image à l'aide du logiciel Gom Correlate et illustrée sur la Figure 120.

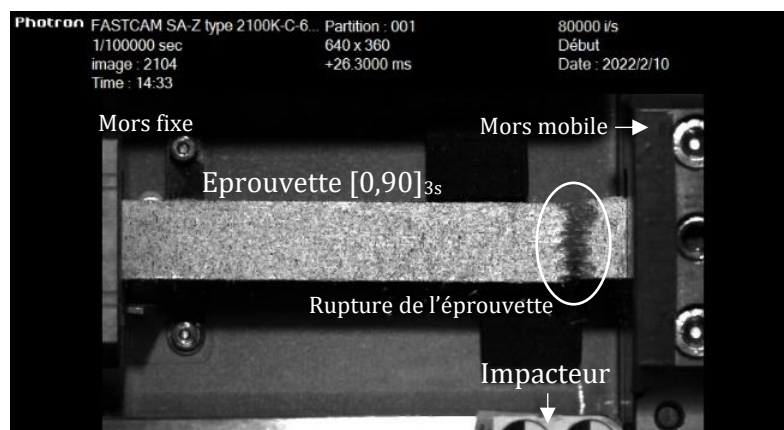


Figure 120 : Corrélation d'images sur l'éprouvette [0,90]_{3s} peinte par un mouchetis et identification de la zone de rupture de l'éprouvette

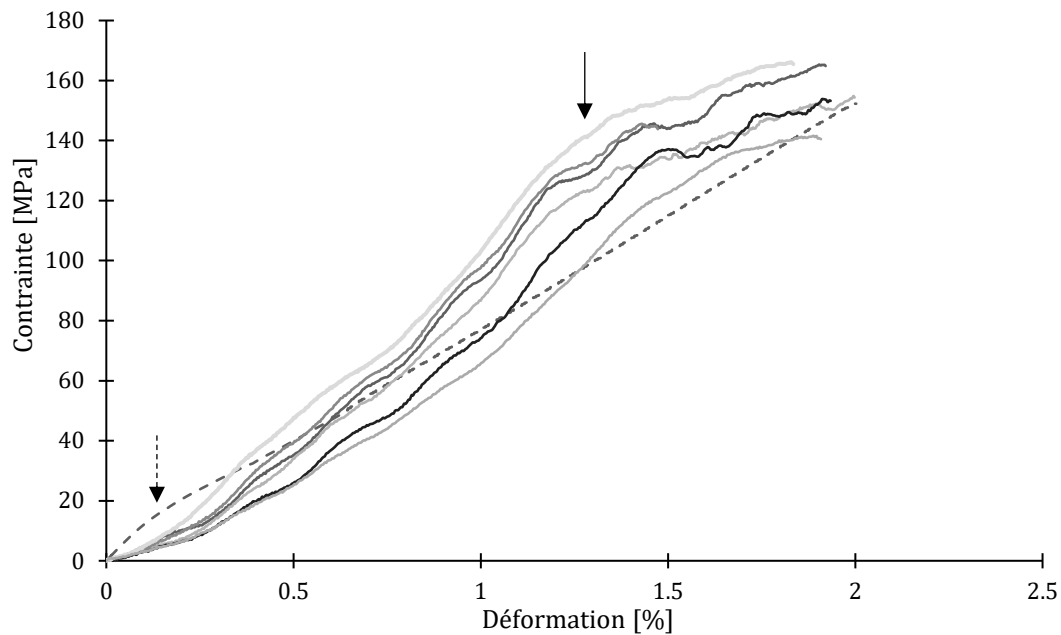


Figure 121 : Essais de traction sur stratifié $[0,90]_{3s}$. Traits pleins : Traction tour de chute à 39 s^{-1} ; Trait pointillés : Traction quasi-statique à 0.0002 s^{-1}

Les résultats des essais de traction en régimes quasi-statiques et intermédiaires sont résumés dans le Tableau 32. Sur les essais de traction en quasi-statique et sur la machine hydraulique, le module apparent est mesuré au début de la courbe avant le genou et le module final est mesuré après le genou. Pour les essais de traction sur puits de chute, le module apparent moyen du stratifié est mesuré sur la pente maximale.

Tableau 32 : Propriétés mécaniques en traction en fonction de la vitesse de déformation. Valeurs moyennes et écarts-types entre parenthèses

	Vitesse de déformation [s^{-1}]	Module apparent [GPa]	Module final [GPa]	Contrainte à rupture [MPa]	Déformation à rupture [%]
Quasi-statique	0.0002	13.7 (1.0)	7.2 (0.3)	152.9 (6.7)	2.02 (0.02)
Hydraulique	6.7	14.5 (1.1)	7.7 (0.9)	149.2 (18.4)	1.56 (0.23)
Puits de chute	39	13.2 (2.0)	-	156.4 (10.4)	1.66 (0.20)

L'énergie de déformation est définie comme étant l'aire sous la courbe force-allongement. Ainsi, l'énergie à rupture est définie par :

$$U^{\text{Tot}} = \int_0^{\varepsilon_{\text{max}}} F. dl \quad (3.3.20)$$

Tableau 33 : Coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation pour la contrainte maximale et le module apparent de traction

	$\beta^\sigma = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)} \Big _{\epsilon_{rupture}}$	$n^\sigma = \frac{\log(\sigma_2/\sigma_1)}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)} \Big _{\epsilon_{rupture}}$
0.0002 s ⁻¹ à 6.7 s ⁻¹	-0.8 MPa	-0.002
6.7 s ⁻¹ à 39 s ⁻¹	9.4 MPa	0.027

	$\beta^E = \frac{E_2 - E_1}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)}$	$n^E = \frac{\log(E_2/E_1)}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)}$
0.0002 s ⁻¹ à 6.7 s ⁻¹	0.2 GPa	0.005
6.7 s ⁻¹ à 39 s ⁻¹	-1.7 GPa	-0.053

Nous pouvons observer que la sensibilité à la vitesse de déformation est très faible à ces régimes de vitesse. Les valeurs entre les différentes vitesses sont comprises dans les barres d'erreur ce qui nous empêche de conclure de façon satisfaisante sur l'effet de la vitesse de déformation à ces régimes en traction. C'est pour cela que nous allons plutôt étudier l'énergie de rupture sur chaque essai. Le Tableau 34 résume les énergies mesurées pour les trois types d'essais.

Tableau 34 : Energie absorbée des éprouvettes en fonction des vitesses de déformation

	Quasi-statique	Hydraulique	Tour de chute
Energie absorbée [J]	15.97 (1.10)	8.57 (2.17)	7.38 (1.58)

Ces valeurs reportées sur un graphique se présentent ainsi :

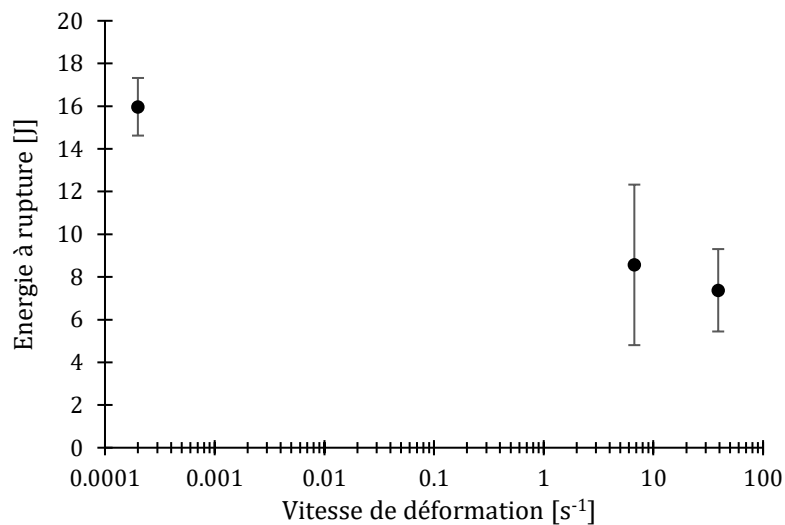


Figure 122 : Energie de rupture pour chaque vitesse de déformation : 0.0002 s⁻¹, 6.7 s⁻¹ et 39 s⁻¹

La Figure 122 illustre la décroissance logarithmique de l'énergie de rupture en fonction de la vitesse de déformation. Cette baisse de l'énergie pourrait s'expliquer par la baisse des propriétés mécaniques mesurées à l'échelle de la fibre élémentaire dans le Chapitre 1 en fonction de la vitesse de déformation.

Partie 4 : Approche multi-échelle : Homogénéisation de l'échelle du stratifié à l'échelle des composants du pli.

L'étude en quasi-statique contribue à la prolongation de l'étude réalisée sur l'homogénéisation de la fibre élémentaire en quasi-statique. En effet, le modèle d'homogénéisation développé en partie précédente sera étendu à l'échelle du stratifié composite. L'objectif est ainsi à terme de prédire les propriétés du composite en quasi-statique en connaissant les propriétés nanoscopiques des biomolécules. Pour, *in fine*, réaliser la chaîne d'homogénéisation en partant de l'échelle nanoscopique jusqu'à l'échelle mésoscopique du stratifié.

I. Identification des composantes du tenseur de rigidité par la théorie des stratifiés

Dans cette partie, l'objectif est de déterminer les propriétés élastiques du pli composite à partir des valeurs expérimentales obtenues lors des essais de traction sur le stratifié. Les essais de traction vont permettre d'obtenir ces coefficients. Les quatre différents essais sur les stratifiés $[0]_{12}$, $[90]_{12}$, $[0,90]_{3s}$ et $[+45,-45]_{3s}$ permettent d'identifier les coefficients de la matrice de rigidité du pli. Dans notre étude, dans le repère local lié au pli, l est la direction longitudinale des fibres dans un pli unidirectionnel, t est la direction transversale des fibres dans un pli unidirectionnel. Dans le repère global lié au stratifié, x est la direction longitudinale de traction et y est la direction transversale de traction (Figure 123).

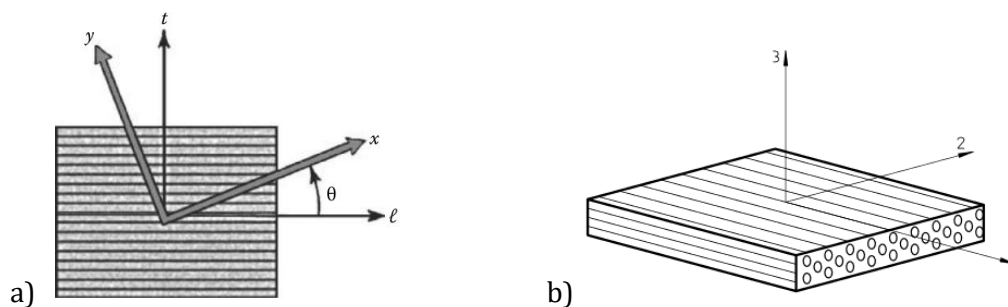


Figure 123 : a) Pli composite avec ses repères d'orientation : (x, y) repère de traction et (l, t) repère du pli composite ;
b) Directions longitudinale (1) et transversales (2 et 3) du pli composite

La matrice de souplesse suivant le repère de la Figure 123 est définie par l'équation suivante (Matrice correspondant à un composite orthotrope) :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{13} \\ \gamma_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{21}}{E_2} & -\frac{\nu_{31}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{32}}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{13}}{E_1} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{13}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} \quad (3.4.1)$$

E_1, E_2 et E_3 sont les modules élastiques longitudinaux

G_{12}, G_{23} et G_{13} sont les modules de cisaillement

$\nu_{12}, \nu_{13}, \nu_{21}, \nu_{23}, \nu_{31}, \nu_{31}$ sont les coefficients de Poisson

La symétrie de la matrice induit :

$$\frac{\nu_{21}}{E_2} = \frac{\nu_{12}}{E_1} ; \frac{\nu_{31}}{E_3} = \frac{\nu_{13}}{E_1} ; \frac{\nu_{32}}{E_3} = \frac{\nu_{23}}{E_2} \quad (3.4.2)$$

Le composite testé est considéré isotrope transverse avec la direction longitudinale (1) notée l et les deux directions transverses (2 et 3) équivalentes notées t . Ainsi, nous avons 5 constantes élastiques indépendantes :

- Module d'Young dans la direction longitudinale : E_l
- Module d'Young dans la direction transverse : E_t
- Module de cisaillement dans le plan 12 ou 13 : G_{lt}
- Coefficients de Poisson : ν_{lt} et ν_{tl}

Note : Le module de cisaillement reflétant l'isotropie transverse dans le plan 23 peut être calculé par la formule :

$$G_{23} = \frac{E_t}{2(1 + \nu_t)} \quad (3.4.3)$$

La matrice de souplesse (3.4.1) dans le repère du pli devient alors :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_l \\ \varepsilon_t \\ \gamma_{lt} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_l} & -\frac{\nu_{lt}}{E_t} & 0 \\ -\frac{\nu_{tl}}{E_l} & \frac{1}{E_t} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{lt}} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma_l \\ \sigma_t \\ \tau_{lt} \end{bmatrix} \quad (3.4.4)$$

La matrice de rigidité dans le repère du pli est ensuite calculée :

$$\begin{bmatrix} \sigma_l \\ \sigma_t \\ \tau_{lt} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{E_l}{(1 - \nu_{lt}\nu_{tl})} & \frac{\nu_{tl}E_l}{(1 - \nu_{lt}\nu_{tl})} & 0 \\ \frac{\nu_{lt}E_t}{(1 - \nu_{lt}\nu_{tl})} & \frac{E_t}{(1 - \nu_{lt}\nu_{tl})} & 0 \\ 0 & 0 & G_{lt} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_l \\ \varepsilon_t \\ \gamma_{lt} \end{bmatrix} \quad (3.4.5)$$

Dans la suite, nous noterons :

$$\bar{E}_l = \frac{E_l}{(1 - \nu_{lt}\nu_{tl})} \quad (3.4.6)$$

$$\bar{E}_t = \frac{E_t}{(1 - \nu_{lt}\nu_{tl})} \quad (3.4.7)$$

Si nous considérons le repère (x, y) dont la direction x correspondant à la direction de traction et θ , l'angle entre le repère (x, y) et (l, t).

Ainsi, la matrice de rigidité dans le repère de traction est définie par la matrice suivante avec la matrice de rotation [T] :

$$[\sigma]_{(x,y)} = [T] \cdot [\sigma]_{(l,t)} \quad (3.4.8)$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(\theta)^2 & \sin(\theta)^2 & 2\cos(\theta)\sin(\theta) \\ \sin(\theta)^2 & \cos(\theta)^2 & -2\cos(\theta)\sin(\theta) \\ -\cos(\theta)\sin(\theta) & \cos(\theta)\sin(\theta) & (\cos(\theta)^2 - \sin(\theta)^2) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma_l \\ \sigma_t \\ \tau_{lt} \end{bmatrix} \quad (3.4.9)$$

Soit avec (3.4.5) et (3.4.9) :

$$\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = [T] \cdot \begin{bmatrix} \bar{E}_l & \nu_{tl}\bar{E}_l & 0 \\ \nu_{lt}\bar{E}_t & \bar{E}_t & 0 \\ 0 & 0 & G_{lt} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_l \\ \varepsilon_t \\ \gamma_{lt} \end{bmatrix} = [T] \cdot \begin{bmatrix} \bar{E}_l & \nu_{tl}\bar{E}_l & 0 \\ \nu_{lt}\bar{E}_t & \bar{E}_t & 0 \\ 0 & 0 & G_{lt} \end{bmatrix} \cdot {}^t[T] \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} \quad (3.4.10)$$

Nous avons donc :

$$\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{E}_{11} & \bar{E}_{12} & \bar{E}_{13} \\ \bar{E}_{21} & \bar{E}_{22} & \bar{E}_{23} \\ \bar{E}_{31} & \bar{E}_{32} & \bar{E}_{33} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} \quad (3.4.11)$$

$$\text{Avec : } \begin{cases} \bar{E}_{11}(\theta) = c^4\bar{E}_l + s^4\bar{E}_t + 2c^2s^2(\nu_{lt}\bar{E}_l + 2G_{lt}) \\ \bar{E}_{22}(\theta) = s^4\bar{E}_l + c^4\bar{E}_t + 2c^2s^2(\nu_{tl}\bar{E}_l + 2G_{lt}) \\ \bar{E}_{33}(\theta) = c^2s^2(\bar{E}_l + \bar{E}_t - 2\nu_{tl}\bar{E}_l) + (c^2 - s^2)^2G_{lt} \\ \bar{E}_{12}(\theta) = c^2s^2(\bar{E}_l + \bar{E}_t - 4G_{lt}) + (c^4 + s^4)\nu_{tl}\bar{E}_l \\ \bar{E}_{13}(\theta) = -cs(c^2\bar{E}_l - s^2\bar{E}_t - (c^2 - s^2)(\nu_{lt}\bar{E}_l + 2G_{lt})) \\ \bar{E}_{23}(\theta) = -cs(s^2\bar{E}_l - c^2\bar{E}_t + (c^2 - s^2)(\nu_{tl}\bar{E}_l + 2G_{lt})) \end{cases} \quad (3.4.12)$$

$$c = \cos(\theta) \text{ et } s = \sin(\theta)$$

Pour passer du pli composite au stratifié composite, nous appliquons la relation suivante [3] :

$$\begin{bmatrix} \sigma_x^c \\ \sigma_y^c \\ \tau_{xy}^c \end{bmatrix} = \frac{1}{h} \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & 0 \\ A_{21} & A_{22} & 0 \\ 0 & 0 & A_{33} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_x^c \\ \varepsilon_y^c \\ \gamma_{xy}^c \end{bmatrix} \quad (3.4.13)$$

Cette équation est valable dans le cas d'un stratifié symétrique, ce qui est le cas avec les stratifiés testés.

Avec h , l'épaisseur du stratifié et les coefficients A_{ij} sont définies par [3] :

$$A_{ij} = \sum_{k=1}^{n^{\text{ième pli}}} \bar{E}_{ij}^{-k} \times e_k \quad (3.4.14)$$

e_k est l'épaisseur du pli k

Comme les épaisseurs de plis sont les mêmes quelque soit l'orientation, nous avons alors :

$$\frac{1}{h} A_{ij} = p_{\%}^{0^\circ} \times \bar{E}_{ij}^{0^\circ} + p_{\%}^{90^\circ} \times \bar{E}_{ij}^{90^\circ} + p_{\%}^{+45^\circ} \times \bar{E}_{ij}^{+45^\circ} + p_{\%}^{-45^\circ} \times \bar{E}_{ij}^{-45^\circ} \quad (3.4.15)$$

Soit pour les essais de traction :

$$\begin{bmatrix} \sigma_x^c \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} = \left(p_{\%}^{0^\circ} \begin{bmatrix} \bar{E}_{11} & \bar{E}_{12} & \bar{E}_{13} \\ \bar{E}_{21} & \bar{E}_{22} & \bar{E}_{23} \\ \bar{E}_{31} & \bar{E}_{32} & \bar{E}_{33} \end{bmatrix}^{0^\circ} + p_{\%}^{90^\circ} \begin{bmatrix} \bar{E}_{11} & \bar{E}_{12} & \bar{E}_{13} \\ \bar{E}_{21} & \bar{E}_{22} & \bar{E}_{23} \\ \bar{E}_{31} & \bar{E}_{32} & \bar{E}_{33} \end{bmatrix}^{90^\circ} + p_{\%}^{\pm 45^\circ} \begin{bmatrix} \bar{E}_{11} & \bar{E}_{12} & \bar{E}_{13} \\ \bar{E}_{21} & \bar{E}_{22} & \bar{E}_{23} \\ \bar{E}_{31} & \bar{E}_{32} & \bar{E}_{33} \end{bmatrix}^{\pm 45^\circ} \right) \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_x^c \\ \varepsilon_y^c \\ 0 \end{bmatrix} \quad (3.4.16)$$

Les valeurs de contraintes et déformations sont calculées à 0.02 % pour être sur la première partie élastique A (Figure 92).

I.1. Détermination des coefficients élastiques

❖ Essai sur l'empilement $[0]_{12}$

Proportion de plis :

$$p_{\%}^{0^\circ} = 1 ; p_{\%}^{90^\circ} = 0 ; p_{\%}^{\pm 45^\circ} = 0$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_x^0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} = \left(1 \times \begin{bmatrix} \bar{E}_{11} & \bar{E}_{12} & \bar{E}_{13} \\ \bar{E}_{21} & \bar{E}_{22} & \bar{E}_{23} \\ \bar{E}_{31} & \bar{E}_{32} & \bar{E}_{33} \end{bmatrix}^{0^\circ} \right) \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_x^0 \\ \varepsilon_y^0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad (3.4.17)$$

La résolution du système nous donne ainsi :

$$\nu_{lt} = -\frac{\varepsilon_y^0}{\varepsilon_x^0} = 0.288 \quad (3.4.18)$$

$$E_1 = \frac{\sigma_x^0}{\varepsilon_x^0} = 24839 \text{ MPa} \quad (3.4.19)$$

❖ **Essai sur l'empilement [0, 90]_{3s}**

$$p_{\%}^{0^\circ} = 0.5 ; p_{\%}^{90^\circ} = 0.5 ; p_{\%}^{\pm 45^\circ} = 0$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_x^{0,90} \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} = \left(0.5 \times \begin{bmatrix} \overline{E}_{11} & \overline{E}_{12} & \overline{E}_{13} \\ \overline{E}_{21} & \overline{E}_{22} & \overline{E}_{23} \\ \overline{E}_{31} & \overline{E}_{32} & \overline{E}_{33} \end{bmatrix} + 0.5 \times \begin{bmatrix} \overline{E}_{11} & \overline{E}_{12} & \overline{E}_{13} \\ \overline{E}_{21} & \overline{E}_{22} & \overline{E}_{23} \\ \overline{E}_{31} & \overline{E}_{32} & \overline{E}_{33} \end{bmatrix}^{90} \right) \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_x^{0,90} \\ \varepsilon_y^{0,90} \\ 0 \end{bmatrix} \quad (3.4.20)$$

La résolution du système nous donne ainsi :

$$E_t = \frac{E_l(E_l \varepsilon_x^{0,90} - 2\sigma_x^{0,90})}{2E_l \nu_{lt} \varepsilon_y^{0,90} + 2\nu_{lt}^2 \sigma_x^{0,90} + E_l \varepsilon_x^{0,90}} = 3293 \text{ MPa} \quad (3.4.21)$$

$$\nu_{tl} = \frac{(E_l \varepsilon_x^{0,90} - 2\sigma_x^{0,90})\nu_{lt}}{2E_l \nu_{lt} \varepsilon_y^{0,90} + 2\nu_{lt}^2 \sigma_x^{0,90} + E_l \varepsilon_x^{0,90}} = 0.038 \quad (3.4.22)$$

La résolution de l'équation est réalisée sous Maple

❖ **Essai sur l'empilement [+45, -45]_{3s}**

$$p_{\%}^{0^\circ} = 0 ; p_{\%}^{90^\circ} = 0 ; p_{\%}^{\pm 45^\circ} = 1$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_x^{\pm 45} \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} = \left(1 \times \begin{bmatrix} \overline{E}_{11} & \overline{E}_{12} & \overline{E}_{13} \\ \overline{E}_{21} & \overline{E}_{22} & \overline{E}_{23} \\ \overline{E}_{31} & \overline{E}_{32} & \overline{E}_{33} \end{bmatrix}^{\pm 45} \right) \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_x^{\pm 45} \\ \varepsilon_y^{\pm 45} \\ 0 \end{bmatrix} \quad (3.4.23)$$

Ces essais permettent de déterminer le module de cisaillement G_{lt} :

$$G_{lt} = -\frac{1}{4} \frac{(2E_l \nu_{tl} \varepsilon_x^{45} + 2E_l \nu_{tl} \varepsilon_y^{45} + 4\nu_{tl} \nu_{lt} \sigma_x^{45} + E_l \varepsilon_x^{45} + E_l \varepsilon_y^{45} + E_t \varepsilon_x^{45} + E_t \varepsilon_y^{45} - 4\sigma_x^{45})}{(\nu_{tl} \nu_{lt} - 1)(\varepsilon_x^{45} - \varepsilon_y^{45})} \quad (3.4.24)$$

$$G_{lt} = 1618 \text{ MPa}$$

La résolution de l'équation est réalisée sous Maple.

Ainsi, après ces essais et la détermination des coefficients de la matrice, la matrice de rigidité du pli se présente ainsi :

$$\begin{bmatrix} \sigma_l \\ \sigma_t \\ \tau_{lt} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \overline{E}_l & \nu_{tl} \overline{E}_l & 0 \\ \nu_{tl} \overline{E}_t & \overline{E}_t & 0 \\ 0 & 0 & \overline{G}_{lt} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 25153 & 1088 & 0 \\ 1088 & 3774 & 0 \\ 0 & 0 & 1618 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_l \\ \varepsilon_t \\ \gamma_{lt} \end{bmatrix}$$

I.2. Validation des calculs de la matrice de rigidité

Le module transverse E_t a été calculé grâce aux stratifiés [0]₁₂ et [0,90]_{3s}. Il est également possible d'effectuer des essais sur le stratifié [90]₁₂ pour obtenir directement le module transverse expérimental et comparer les deux méthodes :

❖ **Essai sur l'empilement [90]₁₂**

$$p_{\%}^{0^{\circ}} = 0 ; p_{\%}^{90^{\circ}} = 1 ; p_{\%}^{\pm 45^{\circ}} = 0$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_x^{90} \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} = \left(1 \times \begin{bmatrix} \overline{E}_{11} & \overline{E}_{12} & \overline{E}_{13} \\ \overline{E}_{21} & \overline{E}_{22} & \overline{E}_{23} \\ \overline{E}_{31} & \overline{E}_{32} & \overline{E}_{33} \end{bmatrix}^{90} \right) \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_x^{90} \\ \varepsilon_y^{90} \\ 0 \end{bmatrix} \quad (3.4.25)$$

La résolution de l'équation nous donne ainsi :

- $E_t^{\text{exp}} = \frac{\sigma_x^{90}}{\varepsilon_x^{90}} = 3727 \text{ MPa}$

Sachant que la méthode détermination par essais sur les stratifiés [0]₁₂ et [0,90]_{3s} nous donnait un module calculé : $E_t^{\text{calc}} = 3293 \text{ MPa}$

L'erreur relative entre la valeur expérimentale directe et la valeur calculée vaut :

$$\delta^t = \frac{|E_t^{\text{exp}} - E_t^{\text{calc}}|}{E_t^{\text{calc}}} = 13.2 \%$$

Enfin, il est également possible de faire un essai de vérification pour tester la matrice de rigidité.

Pour cela, des essais sont menés sur un stratifié [+22.5, -67.5]_{3s}

❖ **Essai sur l'empilement [+22.5, -67.5]_{3s}**

Les courbes contrainte-déformation de cet empilement sont tracées dans la Figure 124 :

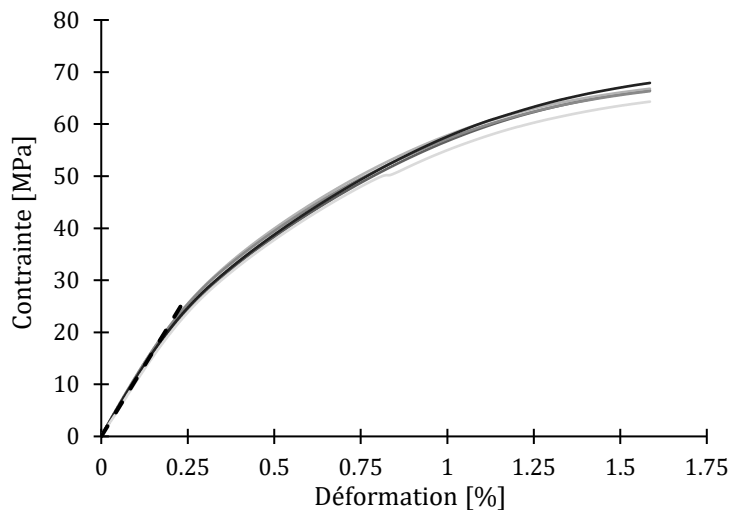


Figure 124 : Essais de traction sur stratifié [+22.5, -67.5]_{3s}

Expérimentalement, le module apparent du stratifié a été calculé à :

- $E_x^{+22.5, -67.5} = 10890 \text{ MPa}$

Maintenant, en utilisant la matrice de rigidité du pli et la relation constitutive avec le stratifié [+22.5, -67.5]_{3s} :

Avec $p_{\%}^{+22.5^{\circ}} = 0.5 ; p_{\%}^{-67.5^{\circ}} = 0.5 ;$

$$\frac{1}{h}A^{+22.5,-67.5} = 0.5 \times \begin{bmatrix} \overline{E}_{11} & \overline{E}_{12} & \overline{E}_{13} \\ \overline{E}_{21} & \overline{E}_{22} & \overline{E}_{23} \\ \overline{E}_{31} & \overline{E}_{32} & \overline{E}_{33} \end{bmatrix}^{22.5} + 0.5 \times \begin{bmatrix} \overline{E}_{11} & \overline{E}_{12} & \overline{E}_{13} \\ \overline{E}_{21} & \overline{E}_{22} & \overline{E}_{23} \\ \overline{E}_{31} & \overline{E}_{32} & \overline{E}_{33} \end{bmatrix}^{67.5}$$

$$\frac{1}{h}A^{+22.5,-67.5} = \begin{bmatrix} 11928 & 3623 & 0 \\ 3623 & 11928 & 0 \\ 0 & 0 & 4153 \end{bmatrix}^{+22.5,-67.5} \quad (3.4.26)$$

Ainsi, $\overline{E}_{11}^{+22.5,-67.5} = 11928$ MPa.

L'erreur relative entre la valeur expérimentale directe et la valeur calculée vaut :

$$\delta^{+22.5,-67.5} = \frac{|\overline{E}_{11}^{+22.5,-67.5} - E_x^{+22.5,-67.5}|}{\overline{E}_{11}^{+22.5,-67.5}} = 8.7 \%$$

La matrice de rigidité du pli composite expérimentale peut ainsi prédire le module apparent du composite à environ entre 10 % près.

Maintenant que nous avons la matrice de rigidité du pli validée, nous pouvons appliquer les modèles d'homogénéisation théoriques. L'objectif est de prédire les propriétés du pli composite connaissant les propriétés des fibres, de la résine et de la fraction en fibres dans le composite

I.3. Modélisation de la contrainte à rupture du pli élémentaire

Nous allons dans cette partie, confronter la contrainte à rupture longitudinale et transverse du pli à un modèle simple basée sur la loi des mélanges. En effet, dans la littérature, la contrainte à rupture dans la direction longitudinale des fibres peut être décrite par une simple loi des mélanges [3] :

$$\sigma_{Rl} = \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (3.4.27)$$

σ_{Rl} est le contrainte à rupture du composite dans la direction longitudinale.

Selon l'hypothèse de l'iso-strain, à la rupture des fibres, dans la partie élastique de la résine :

$$\varepsilon_m = \varepsilon_f \text{ d'où } \sigma_m = \sigma_{fL} \times \frac{E_m}{E_{fL}}$$

$$\sigma_{Rl} = \sigma_{f1} \left(V_f + \frac{E_m}{E_{f1}} (1 - V_f) \right) \quad (3.4.28)$$

Les valeurs sont résumées ci-après :

Contrainte à rupture expérimentale	Contrainte à rupture homogénéisée	Erreur relative
296.0 MPa	292.5 MPa	1.2 %

Nous pouvons voir que ce modèle est suffisant pour décrire la contrainte longitudinale du pli lin/Elium. De plus, pour déterminer la contrainte à rupture transverse du composite, nous allons utiliser le modèle de Reuss. Mais, la valeur de la contrainte à rupture transverse de la fibre élémentaire n'a pas été identifiée et est surtout très complexe à caractériser expérimentalement. L'objectif ici va donc être de se servir du modèle d'homogénéisation de Reuss pour calculer une valeur théorique de la résistance transverse d'une fibre élémentaire en utilisant la valeur expérimentale de la contrainte transverse du pli élémentaire identifié précédemment. Ainsi :

$$\sigma_{Rt} = \frac{\sigma_m \sigma_{ft}}{\sigma_{ft}(1 - V_f) + \sigma_m V_f} \quad (3.4.29)$$

$$\sigma_{ft} = -\frac{-\sigma_m \sigma_{Rt} V_f}{\sigma_{Rt}(1 - V_f) - \sigma_m} = 4.30 \text{ MPa} \quad (3.4.30)$$

La valeur obtenue de la contrainte à rupture transverse des fibres élémentaires est très faible pour satisfaire à l'équation d'homogénéisation. Cette faible valeur pourrait s'expliquer par le fait que les chaînes de celluloses ne sont pas orientées dans la direction transverse et que les constituants prépondérants assurant la résistance de la fibre dans la direction transverse sont l'hémicellulose et la matrice polymérique amorphe. La différence entre la valeur longitudinale et transversale illustre la forte anisotropie des fibres de lin. L'idéal serait de pouvoir tester les fibres de lin dans la direction transverse et de tester le modèle d'homogénéisation à l'échelle du composite.

Note : Si nous faisons l'hypothèse forte de la formule d'une simple homogénéisation moyenne (Il y a 6 plis à 0° et 6 plis à 90° dans le stratifié symétrique [0,90]_{3s}) d'où :

$$\sigma_R^{[0,90]_{3s}} = \frac{1}{2} \sigma_R^{[0]_{12}} + \frac{1}{2} \sigma_R^{[90]_{12}} \quad (3.4.31)$$

De même, avec l'hypothèse forte :

$$E_x^{[0,90]_{3s}} = \frac{1}{2} E_x^{[0]_{12}} + \frac{1}{2} E_x^{[90]_{12}} \quad (3.4.32)$$

Nous obtenons les résultats théoriques suivants comparés aux données expérimentales :

Tableau 35 : Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs issues d'une simple homogénéisation

	Valeurs expérimentales	Simple homogénéisation	Erreur relative
Module d'Young [0,90] _{3s}	13.99 GPa	14.28 GPa	2.04 %
Contrainte à rupture [0,90] _{3s}	152.86 MPa	152.87 MPa	≈ 0 %

Nous pouvons voir que dans un premier temps, les modèles d'homogénéisations classiques prédisent de façon satisfaisante les propriétés mécaniques du stratifié. Cependant, les modèles découlent d'hypothèses fortes sur les modèles d'homogénéisations. Dans la suite de l'étude, nous

proposons des comparaisons entre des modèles d'homogénéisations plus complets et prenant en compte notamment la morphologie et l'organisation des fibres de lin dans la résine Elium.

II. Approche micro-méso pour le calcul des coefficients d'élasticité du pli élémentaire à partir des composants élémentaires

Rappelons que l'objectif final est de pouvoir prédire les propriétés du composite stratifié lin/Elium à partir des propriétés des bio-molécules. Nous avons dans le Chapitre 2 réalisé un premier niveau de calcul d'homogénéisation pour passer des propriétés des biomolécules vers les propriétés des fibres élémentaires. Maintenant, nous allons réaliser un nouveau calcul d'homogénéisation pour déterminer les propriétés mécaniques du pli élémentaire en fonction de ses composants à savoir les fibres et la matrice. Pour cela, plusieurs modèles d'homogénéisation vont être étudiés. L'objectif est d'identifier le modèle le plus pertinent pour prédire le plus précisément les propriétés du composite connaissant les propriétés des fibres élémentaires et de la matrice.

II.1. Définition des modèles d'homogénéisation

II.1.1. Modèles de Voigt et Reuss

Dans la Partie 2, une modélisation de Halpin-Tsai permet de prédire les propriétés mécaniques d'une fibre élémentaire. La première homogénéisation testée à l'échelle mésoscopique du pli est celle de Voigt en longitudinal et Reuss en transversal. Ces modèles sont couramment utilisés pour les composites conventionnel et les composites biosourcés [104], [188].

Les formules sont écrites ci-après :

$$E_l = E_{f_l} V_f + E_m (1 - V_f) \quad (3.4.33)$$

$$E_t = \frac{E_{f_t} \times E_m}{E_{f_t} (1 - V_f) + E_m V_f} \quad (3.4.34)$$

$$G_{lt} = \frac{G_{f_{lt}} G_m}{G_{f_{LT}} (1 - V_f) + G_m V_f} \quad (3.4.35)$$

$$\nu_{lt} = \nu_{f_{lt}} V_f + \nu_m (1 - V_f) \quad (3.4.36)$$

En première approximation, ces modèles d'homogénéisation permettent de remonter au module longitudinal et module transversal théoriques d'une fibre élémentaire connaissant le module d'Young de la résine Elium. Cette approche est utilisée par Thomason et al. [64] :

$$E_l^{\text{exp}} = 24839 \text{ MPa} = E_{f_l} V_f + E_m (1 - V_f) \rightarrow E_{f_l} = \frac{E_l^{\text{exp}} - E_m (1 - V_f)}{V_f}$$

$$E_t^{\text{exp}} = 3727 \text{ MPa} = \frac{E_{f_t} \times E_m}{E_{f_t} (1 - V_f) + E_m V_f} \rightarrow E_{f_t} = \frac{-E_m V_f E_t^{\text{exp}}}{E_t^{\text{exp}} (1 - V_f) - E_m}$$

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 36 : Comparaison expérimentale et homogénéisation du module transverse et longitudinal

	Modélisation (Chapitre 2)	Valeur théorique par homogénéisation	Erreur relative
Module longitudinal fibre E_{f_l}	61.5 GPa	61.1 GPa	0.7 %
Module transversal fibre E_{f_t}	11.8 GPa	12.7 GPa	7.1 %

La valeur du module longitudinal de la fibre correspond à la valeur obtenue expérimentalement au Chapitre 2. La valeur du module transversal de la fibre correspond à la valeur obtenue par modélisation au Chapitre 2.

Comme nous l'avons vu dans l'étude bibliographique, le modèle de Voigt fonctionne très convenablement pour le module longitudinal des composites biosourcés. Cependant, une étude complémentaire est menée à la suite pour préciser la valeur du module transversal.

II.1.2. Homogénéisation par les formules de Halpin-Tsai

Dans le but d'obtenir des formules fiables et simples pour la prédiction des modules homogénéisés, Halpin et Tsai (1969) ont proposé des équations obtenues essentiellement par interpolation de résultats obtenus par des théories micromécaniques différentes [104], [188].

Le module longitudinal du pli est défini par :

$$E_l = \frac{(1 + \xi \eta_l V_f) E_m}{1 - \eta_l V_f} \quad (3.4.37)$$

$$\eta_l = \frac{E_{f_l}/E_m - 1}{E_{f_l}/E_m + \xi_l} \text{ avec } \xi_l = 2 \left(\frac{L}{D} \right) + V_f^{10} \quad (3.4.38)$$

Le module transverse du pli est défini par :

$$E_t = \frac{(1 + \xi \eta_t V_f) E_m}{1 - \eta_t V_f} \quad (3.4.39)$$

$$\eta_t = \frac{E_{ft}/E_m - 1}{E_{ft}/E_m + \xi_t} \text{ avec } \xi_t = 2 + V_f^{10} \quad (3.4.40)$$

Le module de cisaillement du pli est défini par :

$$G_{lt} = \frac{(1 + \xi\eta_{lt}V_f)G_m}{1 - \eta_{lt}V_f} \quad (3.4.41)$$

$$\eta_{lt} = \frac{G_{flt}/G_m - 1}{G_{flt}/G_m + \xi_{lt}} \text{ avec } \xi_{lt} = 1 + V_f^{10} \quad (3.4.42)$$

$$\nu_{lt} = \nu_{flt}V_f + \nu_m(1 - V_f) \quad (3.4.43)$$

Note, pour le modèle d'Halpin-Tsai, le coefficient L/D pour les fibres de lin a été défini à 1700 [17], [32], [33], [65], [91]-[94].

II.1.3. Modèle de Hirsch

Nous avons vu que ce modèle se prêtait bien aux composites biosourcés avec $\beta = 0.4$ [189], [191]. La différence ici est que l'on ne considère pas de fibre isotrope et nous utilisons le module traverse des fibres pour l'utilisation du modèle de Hirsch.

$$E_t = \beta \left(E_{ft}V_f + E_m(1 - V_f) \right) + (1 - \beta) \frac{E_{ft}E_m}{E_{ft}(1 - V_f) - E_mV_f} \quad (3.4.44)$$

II.1.4. Modèle d'Ekvall

Ekvall (1961) a proposé une modification des formules précédentes pour prendre en compte l'état de contrainte triaxial induit dans la matrice par la présence des fibres :

$$E_l = E_{ft}V_f + E_m'(1 - V_f) \quad (3.4.45)$$

Puis :

$$E_t = \frac{E_{ft} \times E_m'}{E_{ft}(1 - V_f)(1 - \nu_m^2) + E_m'V_f} \quad (3.4.46)$$

$$\text{Avec } E_m' = \frac{E_m}{1 - 2\nu_m^2} \quad (3.4.47)$$

II.1.5. Modèle de Tsai avec contiguïté

La disposition des fibres n'est généralement pas régulière dans le composite. Les fibres semblent se disposer de façon aléatoire. Certaines fibres peuvent ainsi être en contact entre elles et cela peut, au moins en partie, préjuger l'adhérence à la matrice, tandis que d'autres

seront isolées. Évidemment, plus la fraction volumique des fibres est grande, plus il est probable que celles-ci se trouvent proches et en contact. Cet aspect peut être considéré par le biais du facteur de contiguïté C , introduit par Tsai (1964). C varie entre 0 (fibres isolées), et 1 (fibres toutes en contact). Dans la réalité, la valeur de C augmente avec le V_f .

$$E_l = k(E_{f_l}V_f + E_m(1 - V_f)) \quad (3.4.48)$$

k est le facteur de mauvaise alignement des fibres

Le module transversal est défini par :

$$E_t = \alpha[(1 - C)\beta + C \times \gamma] \quad (3.4.49)$$

$$\alpha = 2[1 - \nu_{lt_f} + (\nu_{lt_f} - \nu_m)V_m] \quad (3.4.50)$$

$$\beta = \frac{K_{f_t}(2K_m + G_m) - G_m(K_{f_t} - K_m)V_m}{(2K_m + G_m) + 2(K_{f_t} - K_m)V_m} \quad (3.4.51)$$

$$\gamma = \frac{K_{f_t}(2K_m + G_{lt_f}) - G_{lt_f}(K_{f_t} - K_m)V_m}{(2K_m + G_{lt_f}) + 2(K_{f_t} - K_m)V_m} \quad (3.4.52)$$

$$K_{f_l} = \frac{E_{f_l}}{2(1 - \nu_{lt_f})}; K_{f_t} = \frac{E_{f_t}}{2(1 - \nu_{lt_f})}; K_m = \frac{E_m}{2(1 - \nu_m)} \quad (3.4.53)$$

$$G_m = \frac{E_m}{2(1 - \nu_m)} \quad (3.4.54)$$

$$G_{lt} = (1 - C)G_m\alpha + CG_{lt_f}\beta \quad (3.4.55)$$

$$\alpha = \frac{2G_{lt_f} - (G_{lt_f} - G_m)V_m}{2G_m + (G_{lt_f} - G_m)V_m} \quad (3.4.56)$$

$$\beta = \frac{(G_{lt_f} + G_m) - (G_{lt_f} - G_m)V_m}{(G_{lt_f} + G_m) + (G_{lt_f} - G_m)V_m} \quad (3.4.57)$$

$$\nu_{lt} = (1 - C)\alpha + C\beta \quad (3.4.58)$$

$$\alpha = \frac{K_{f_l}\nu_{lt_f}(2K_m + G_m)V_f + K_m\nu_m(2K_{f_l} + G_m)V_m}{K_{f_l}(2K_m + G_m) - G_m(K_{f_l} - K_m)V_m} \quad (3.4.59)$$

$$\beta = \frac{K_{f_l}\nu_{lt_f}(2K_m + G_{lt_f})V_f + K_m\nu_m(2K_{f_l} + G_{lt_f})V_m}{K_{f_l}(2K_m + G_m) - G_f(K_{f_l} - K_m)V_m} \quad (3.4.60)$$

II.2. Comparaison des modèles avec les données expérimentales

Les données expérimentales sont tracées avec les barres d'erreur $CI = t_{2.5\%}^{n-1} \times \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$ pour une confiance de 99 %. Pour les données expérimentales, le volume de fibres utilisé est celui calculé à partir des coupes histologiques sur le composite à savoir $V_f = 38 \pm 3.1 \%$.

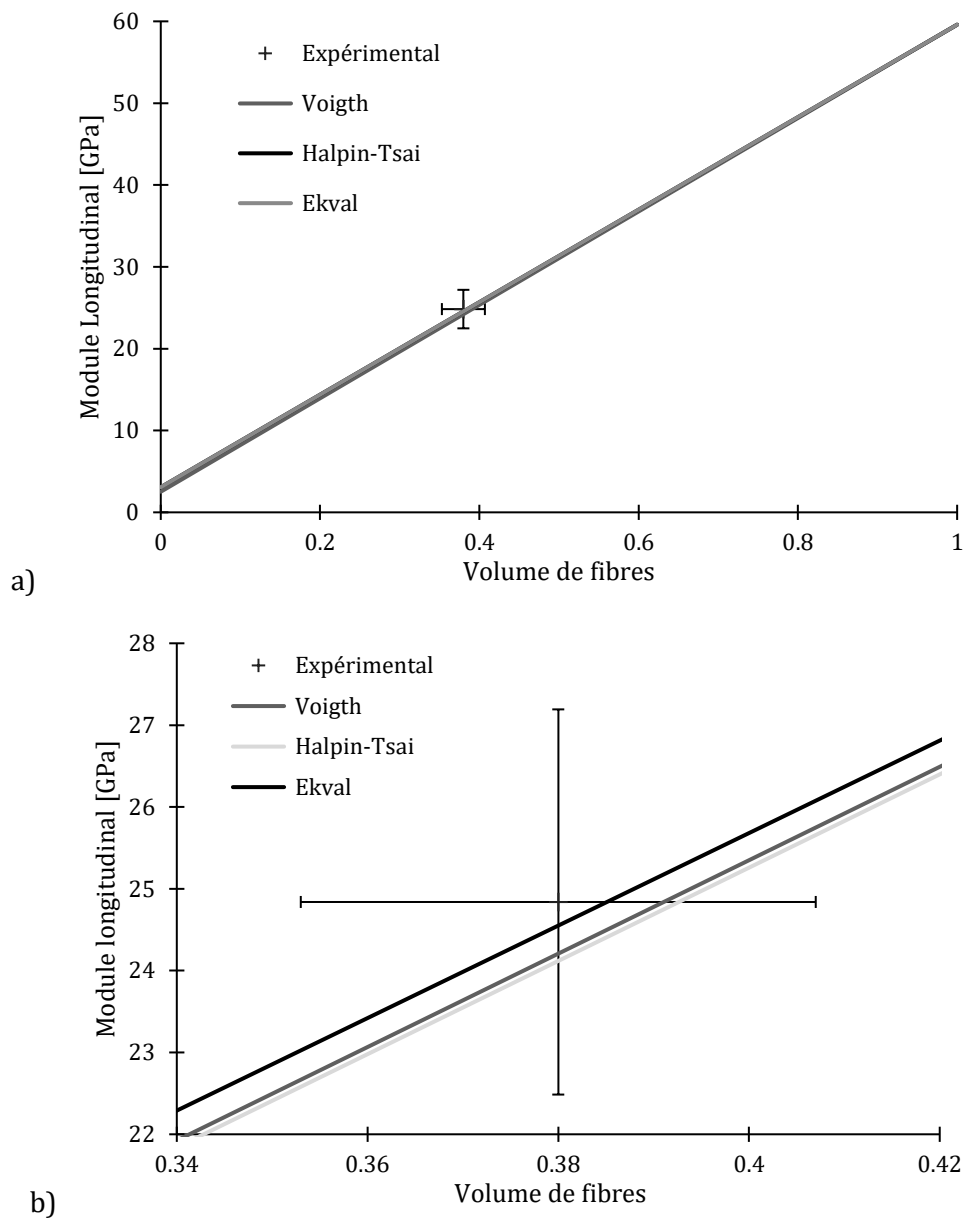


Figure 125 : Comparaison module longitudinal - données expérimentales avec différents modèles d'homogénéisations a) Pleine échelle ; b) Détail local entre 34 % et 42 % de volume de fibres

Nous pouvons remarquer que les quatre modèles d'homogénéisation proposent des résultats très proches. Il a été montré dans la littérature que le modèle classique de Voigt permet de décrire le module longitudinal du composite connaissant les propriétés des fibres et de la résine. Les courbes suivantes illustrent les modèles d'homogénéisation pour le module transverse. Pour le modèle de Tsai avec contiguïté, le coefficient C de contiguïté égale 0.58 sera abordé plus loin.

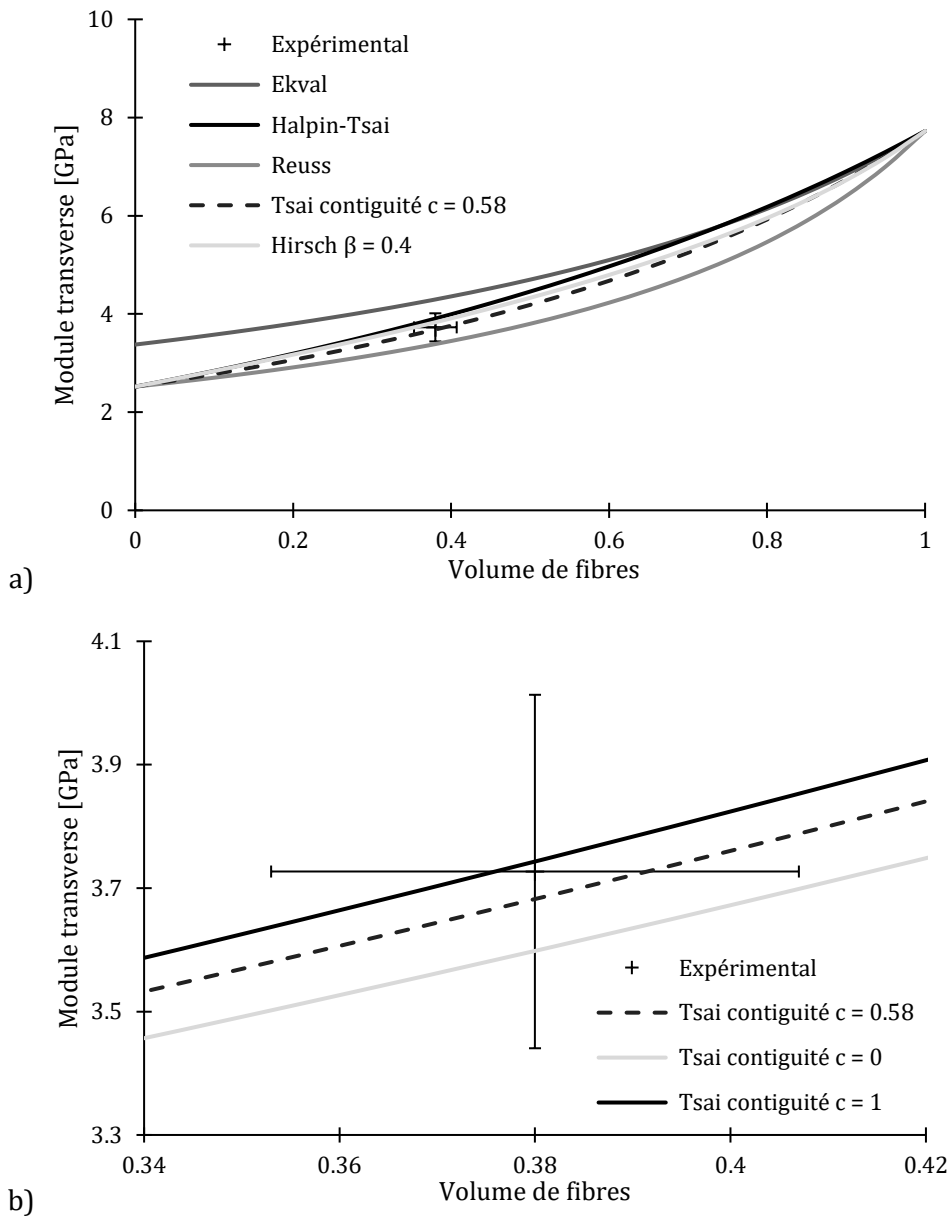


Figure 126 : Comparaison module transversal - Données expérimentales avec différents modèles d'homogénéisations a) Pleine échelle ; b) Détail local entre 34 % et 42 % de volume de fibres

Pour la direction transversale, un volume de fibres égal à 1 donne le module transversal des fibres élémentaires. Nous prenons en compte la forte anisotropie des fibres de lin, et nous considérons que les fibres de lin ont des propriétés différentes entre la direction longitudinale et la direction transversale.

Le dernier graphique représente les modèles d'homogénéisation pour le module de cisaillement.

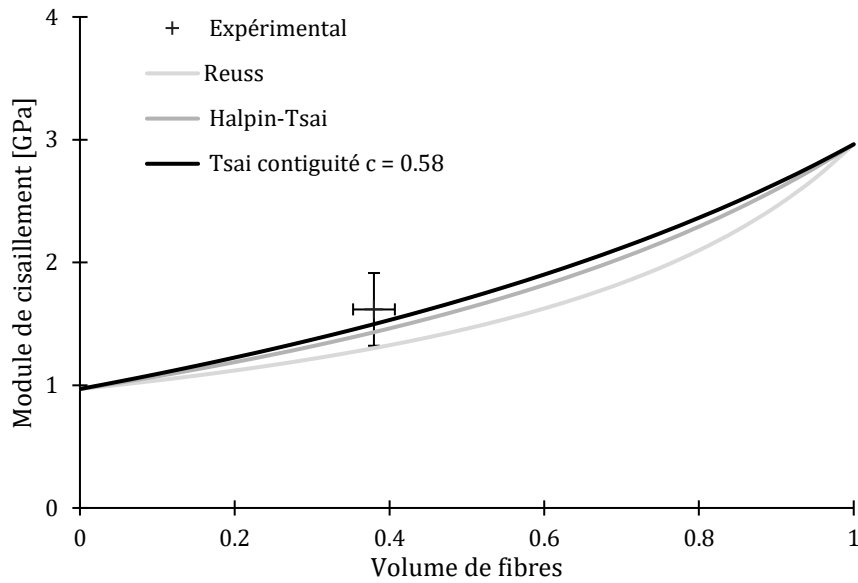


Figure 127 : Comparaison module de cisaillement - Données expérimentales avec différents modèles d'homogénéisations

Il est remarqué que le modèle de Voigt et celui de Reuss sont également assez proches des données expérimentales. Ainsi, on peut conclure à une très bonne imprégnation de la résine Elium avec les fibres élémentaires. Cette bonne imprégnation est validée par les coupes histologiques et coupes lisses. En effet, la résine pénètre bien la fibre. On peut également conclure que les fibres de lin semblent bien préparées et éliminées d'impuretés. Concernant le module transverse, le modèle de Tsai avec contiguïté semble être fidèle aux données expérimentales. En effet, lors d'observations microscopiques, nous voyons que l'organisation des fibres de lin n'est pas parfaite. Sur la Figure 126, il est observé que les données expérimentales semblent être proches d'un module homogénéisé à faible valeur de contiguïté. Le modèle de Hirsch surestime le module transverse pour $\beta = 0.4$. Cette valeur a été déterminée sur un composite Kénaf/Polyéthylène avec des défauts d'orientation. Le FlaxTape utilisé a moins de défauts d'orientation, de ce fait, il doit présenter un facteur correctif β plus faible (Figure 128).

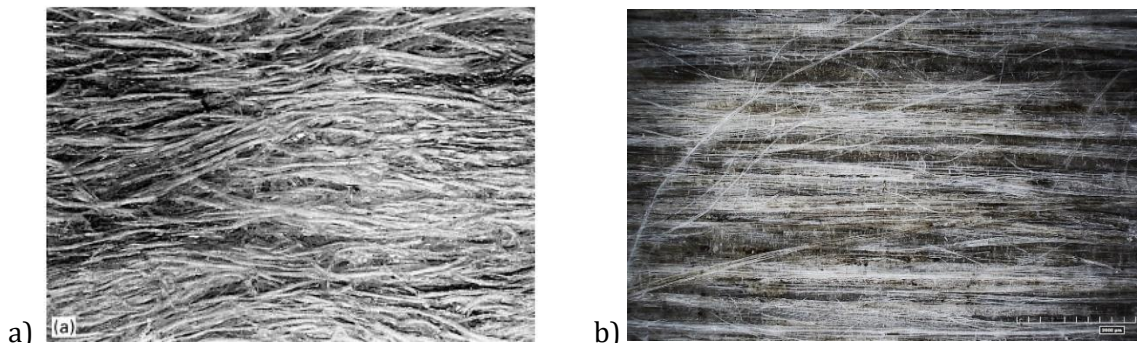


Figure 128 : Comparaison des composites : a) Kénaf/Polyéthylène, $\beta = 0.4$ [191] ; b) Composite Lin/Elium testé

Il est remarqué sur la Figure 129 qu'un facteur correctif β faible semble correspondre davantage aux données expérimentales. Note que si $\beta = 0$, alors nous obtenons le modèle de Reuss et si $\beta = 1$, alors nous obtenons le modèle de Voigt, mais avec les propriétés transverses des fibres.

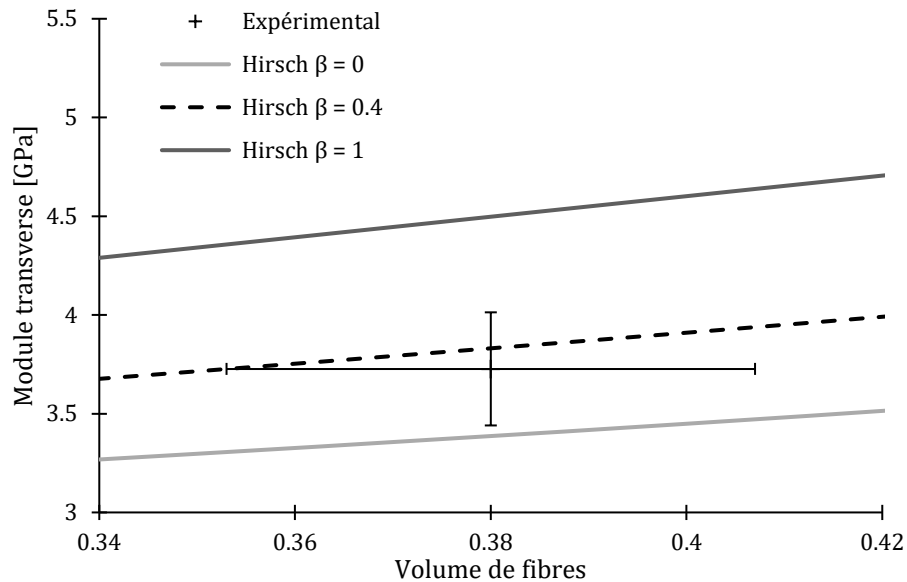


Figure 129 : Comparaison des facteurs correctifs β sur le module transverse

II.3. Présentation du coefficient de contiguïté

C est le coefficient de contiguïté difficile à calculer car il dépend de la compaction des fibres et du volume de fibres. Un haut volume de fibres implique un coefficient C grand.

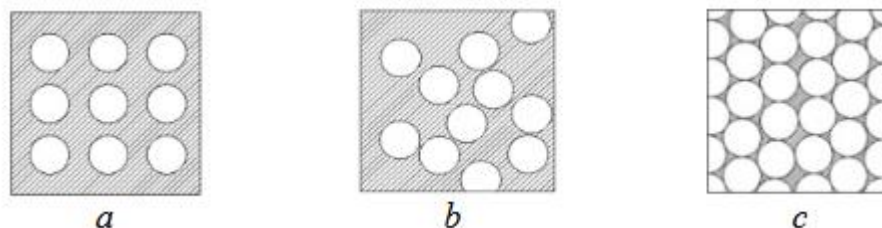


Figure 130 : Facteur de contiguïté : a) $C = 0$ (fibres sans contact) ; b) $0 < C < 1$; c) $C = 1$ (toutes les fibres au contact) [228]

Dans le cas des fibres de lin, il est théoriquement possible d'assurer une compaction et une contiguïté complète comme l'atteste la Figure 131 a), les fibres ont une forme pentagonale ou hexagonale et peuvent s'arranger pour combler les espaces vides. Cela peut servir de réflexion pour améliorer les propriétés d'un bio-composite. En effet, Cadu et al. [205] ont prouvé que le facteur prépondérant est la pression appliquée lors de la polymérisation des composites. Le facteur pression dans un processus de thermocompression va jouer un rôle prépondérant sur le module longitudinal, transverse, la contrainte à rupture et le volume de fibres et de porosité. Il a été prouvé que la pression optimale se situe entre 3 et 5 bar pour un composite Lin/Epoxy. La

pression va permettre une meilleure diffusion de la résine, éliminer l'excédent. Une question se pose alors ; si en augmentant le tex du tissu de lin et en augmentant la pression, alors il serait encore possible d'optimiser les propriétés mécaniques du composite. Les fibres de lin semblent se prêter à un haut niveau de compaction vu leur géométrie. Dans la Figure 132, il est observé une grande différence dans la contiguïté des fibres. En effet, dans la zone *i* qui est essentiellement composée de résine, la contiguïté des fibres est nulle car il n'y a aucune fibre présente. Dans la zone *ii*, toutes les fibres sont liées dans le faisceau, ainsi, le coefficient de contiguïté vaut 1.

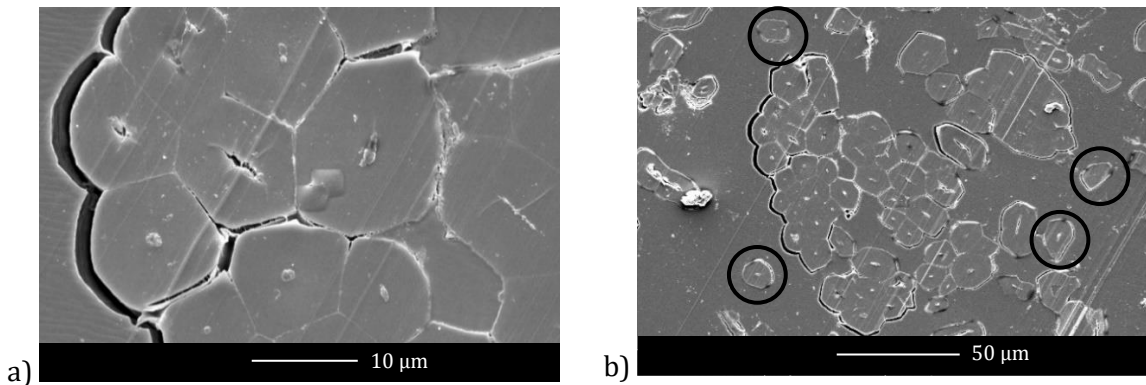


Figure 131 : Coupes lisses du composite : a) Faisceau de fibres élémentaires dans la résine ; b) Fibres de lin isolées et faisceau de fibres au centre de la section dans la résine Elium

Dans certains cas (image a Figure 131), il est observé une compaction et déformation des fibres. En effet, les faisceaux sont composés de fibres qui se déforment et comblent les vides entre les fibres. Dans d'autres cas, il peut être observé des fibres élémentaires sans aucun contact avec d'autres fibres (image b Figure 131). Dans le cas d'étude, le coefficient de contiguïté n'est pas égal à 1 car toutes les fibres ne sont pas en contact. À défaut de pouvoir calculer une valeur exacte, il est possible d'étudier l'effet de ce coefficient sur les modules transverse et de cisaillement et sur le coefficient de Poisson. Sur la Figure 132, il est remarqué une contiguïté variable selon la zone identifiée. Ce qui induit le fait que le coefficient C est d'autant plus compliqué à déterminer, mais qu'il est lié au volume de fibres dans le composite.

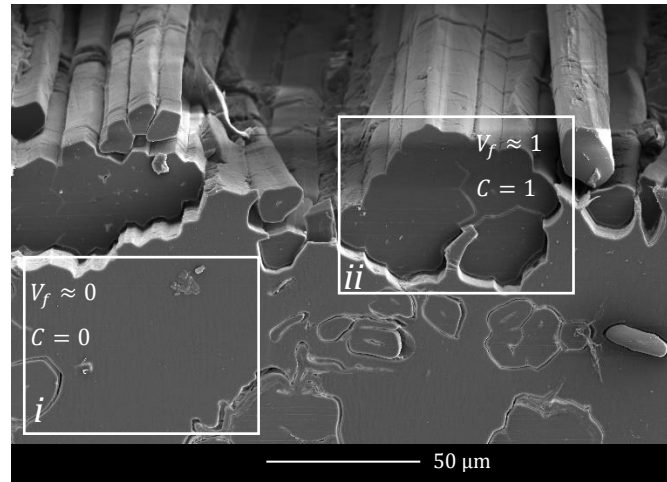


Figure 132 : Contiguïté variable des fibres dans le composite en fonction de la présence de faisceaux

II.4. Analyse du modèle micro-méso pour décrire les propriétés mécaniques du composite

II.4.1. Définition du plan d'expériences

Dans la suite de l'étude, nous proposons une modélisation du composite par plan d'expériences (DOE) comme réalisée dans le Chapitre 2, à partir du modèle de Tsai avec contiguïté. L'objectif est de proposer un modèle d'homogénéisation qui décrira les propriétés mécaniques du composite. Cela passe également par la détermination de la valeur de contiguïté par une étude paramétrique qui va corroborer les données expérimentales.

Tableau 37 : Valeur des facteurs de l'étude paramétrique du composite

Facteur	Nom	Niv. min.	Niv. max.
		-1	+1
Fraction cellulose [%]	A	60	80
Fraction hémicellulose [%]	B	10	15
Fraction polymères amorphes (PA) [%]	C	2	5
Module longitudinal cellulose [GPa]	D	120	140
Module transversal cellulose [GPa]	E	20	30
Module hémicellulose [GPa]	F	2	8
Module polymère amorphe [GPa]	G	2	4
Module cisaillement cellulose [GPa]	H	2	6
Module cisaillement hémicellulose [GPa]	J	1	3
Module cisaillement polymère amorphe [GPa]	K	0.4	2
Coefficient de Poisson cellulose	L	0.1	0.3

Elancement fibre élémentaire (L/D)	M	10	100
Volume fibre dans le composite [%]	N	30	50
Volume porosité dans le composite [%]	O	0	6
Coefficient de contiguïté C	P	0	1

Comme nous supposons la matrice homogène isotrope, nous n'avons pas de facteur concernant les propriétés de la résine. Le modèle est une homogénéisation multi-échelles dont les fibres élémentaires sont homogénéisées par Halpin-Tsai. Le modèle tente de prédire les propriétés du pli, avec les propriétés des biomolécules. Ici, le module longitudinal et le module transverse des fibres de lin homogénéisés sont utilisés dans les équations de Tsai avec contiguïté. Les réponses étudiées sont le module longitudinal du composite, le module transverse, le module de cisaillement et le coefficient de Poisson. L'objectif est de minimiser ainsi l'écart entre le modèle et les résultats expérimentaux. Les équations suivantes sont les linéarisations des modèles avec les facteurs prépondérants (sans les interactions).

Les équations obtenues par l'analyse DOE et données ci-dessous décrivent les constantes élastiques du pli composite en fonction des paramètres listés dans le Tableau 37. Ces équations ne prennent pas en compte les interactions entre les facteurs qui sont présentées en Annexe VI. De plus, les effets des interactions sont présentés graphiquement sur le diagramme Pareto (Figure 133) ce qui nous permet d'identifier les interactions non négligeables.

$$E_L = 30359.2 + 7282.9 \times A + 722.0 \times B + 303.2 \times C + 1896.4 \times D + 0 \times E + 2258.4 \times F + 362.7 \times G + 0 \times H + 0 \times J + 0 \times K + 0 \times L + 7366.5 \times M + 6959.3 \times N - 78 \times O + 0 \times P \quad (3.4.61)$$

$$E_T = 4255.88 + 648.0 \times A + 96.5 \times B + 40.9 \times C + 0 \times D + 114.5 \times E + 297.1 \times F + 46.9 \times G + 47.9 \times H + 14.9 \times J + 12.2 \times K - 84.15 \times L + 0 \times M + 535.8 \times N + 163.8 \times O + 142.4 \times P \quad (3.4.62)$$

$$G_{LT} = 1450.4 + 265.2 \times A + 46.4 \times B + 6.5 \times C + 0 \times D + 0 \times E + 0 \times F + 0 \times G + 140.7 \times H + 85.3 \times J + 69.8 \times K - 0 \times L + 0 \times M + 126.4 \times N + 38.2 \times O + 54.6 \times P \quad (3.4.63)$$

$$\nu_{LT} = 0.295 + 0.051 \times A + 0.009 \times B + 0.004 \times C + 0 \times D + 0.001 \times E + 0 \times F + 0 \times G + 0.029 \times H + 0.012 \times J + 0.010 \times K - 0.042 \times L + 0 \times M + 0.022 \times N + 0.015 \times O + 0.058 \times P \quad (3.4.64)$$

La Figure 133 reprend les effets des facteurs et des interactions :

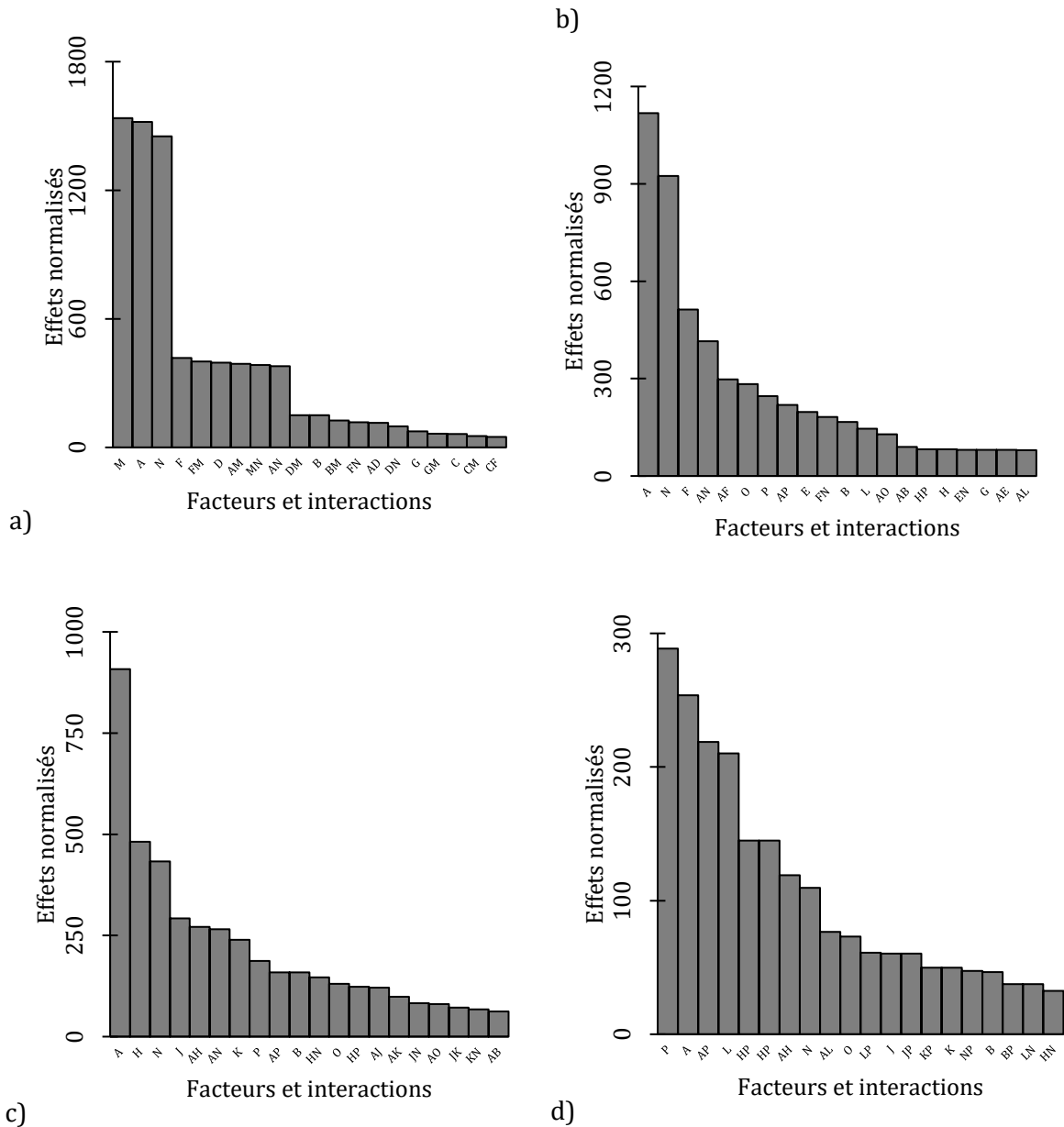


Figure 133 : Diagrammes Pareto des effets normalisés : a) Module longitudinal du composite E_L ; b) Module transverse du composite E_T ; c) Module de cisaillement du composite G_{LT} ; d) Coefficient de Poisson du composite ν_{LT}

Concernant le module longitudinal du composite, on peut noter que le facteur prépondérant est le volume de cellulose dans les fibres (A), suivi du volume de fibres (N). Les deux sont évidemment liés car les fibres sont principalement de la cellulose. À noter qu'il y a également une interaction forte entre A et N. L'aspect des fibrilles (M) rentre aussi en jeu car on a vu qu'il a un effet important à l'échelle de la fibre élémentaire. Pour le module transverse, la porosité du composite (O) va jouer un rôle important, au même titre que la contiguïté (P). On peut remarquer que la contiguïté intervient dans le module transverse, le module de cisaillement et le coefficient de Poisson. C'est même le facteur prépondérant pour le coefficient de Poisson comme l'atteste la Figure 133. Il est intéressant de montrer que concernant le coefficient de Poisson, il y a une

interaction forte entre le coefficient de contiguïté et le volume de cellulose. En effet, plus le V_f sera grand et plus le coefficient de contiguïté sera important [188], [228].

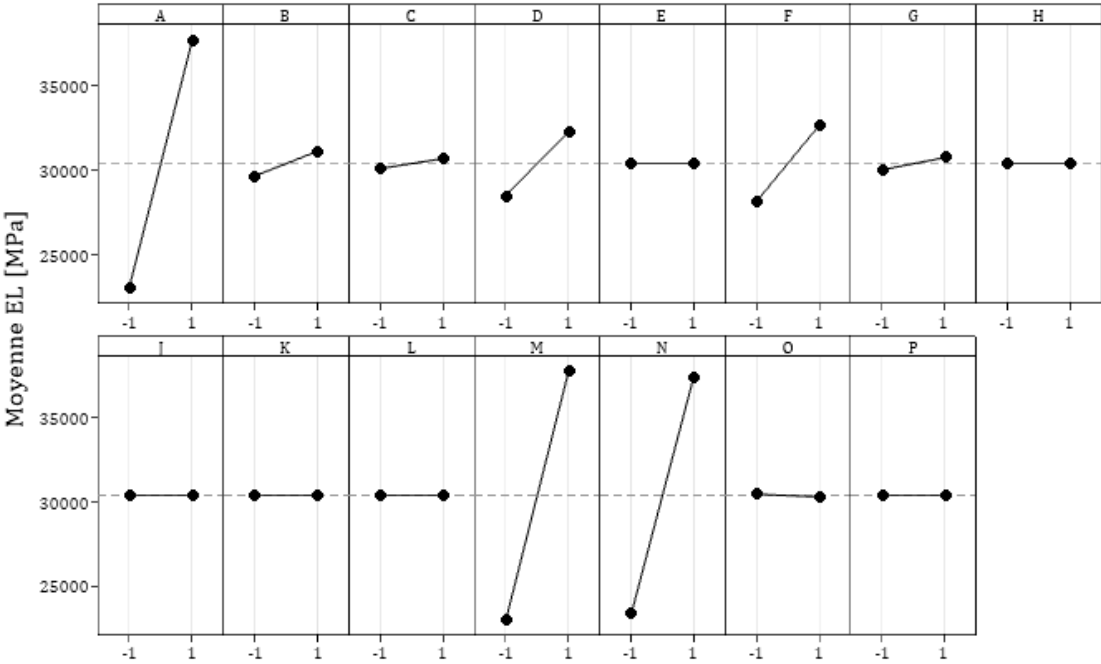


Figure 134 : Effets des facteurs sur la réponse moyenne du module longitudinal E_L

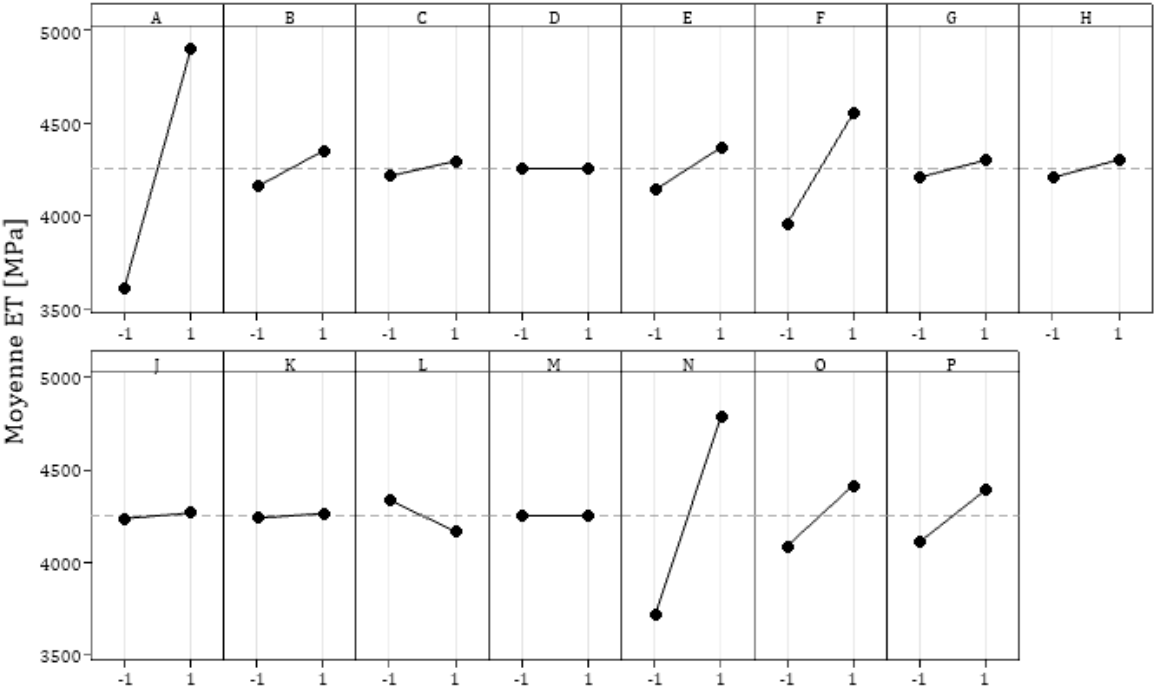


Figure 135 : Effets des facteurs sur la réponse moyenne du module transverse E_T

Un des facteurs prépondérants pour le module transverse du composite est le volume de fibres. Le graphique suivant nous montre notamment que si le volume de fibres reste constant

(facteur N) et si la contiguïté augmente (facteur P), alors on observera une augmentation du module transverse du composite. C'est-à-dire que des fibres mieux liées ensemble (contiguës), apporteront plus de rigidité au composite. À noter que le graphique de contour permet notamment de montrer l'interaction entre ces deux facteurs par la présence des droites de frontières non rectilignes.

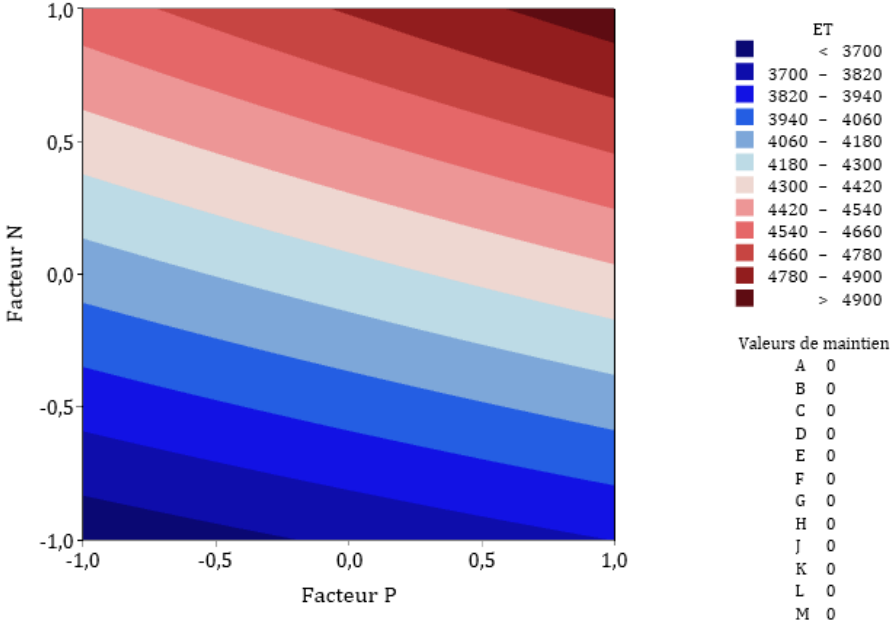


Figure 136 : Graphique de contour - Module transverse du composite E_T - Facteur N : Volume de fibres ; Facteur P : coefficient de contiguïté

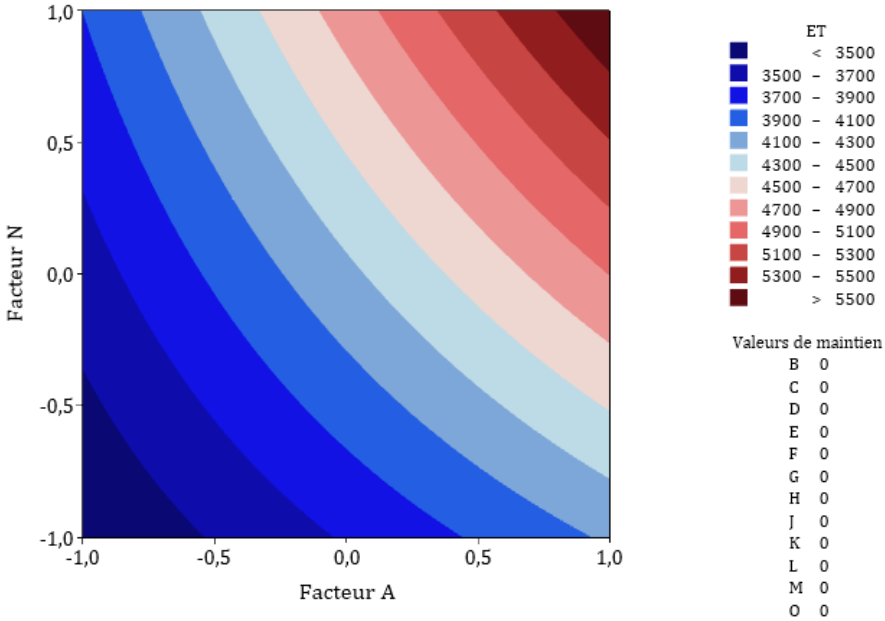


Figure 137 : Graphique de contour - Module transverse du composite E_T - Facteur N : Volume de fibres ; Facteur A : Composition en cellulose

II.4.2. Optimisation des réponses et obtention du coefficient de contiguïté

Nous avons réalisé une optimisation de réponses à intervalle de confiance à 95 %. Un volume de fibres à 38 % équivaut à $N = -0.2$. Une porosité à 3 % équivaut à $O = 0$. Ensuite, il a été déterminé dans le chapitre précédent que $A = -0.16$ (pourcentage de cellulose de 68 %) permettait de corroborer aux données expérimentales à l'échelle de la fibre élémentaire.

Tableau 38 : Valeur des facteurs pour l'optimisation de la réponse

Facteur	Nom	Niveau	Valeur
Fraction cellulose [%]	A	-0.16	68 %
Fraction hémicellulose [%]	B	-1	10 %
Fraction polymères amorphes (PA) [%]	C	-1	2 %
Module longitudinal cellulose [GPa]	D	0.66	137 GPa
Module transversal cellulose [GPa]	E	0.52	27.6 GPa
Module hémicellulose [GPa]	F	-0.89	2.3 GPa
Module polymère amorphe [GPa]	G	-0.54	2.5 GPa
Module cisaillement cellulose [GPa]	H	0.98	6.0 GPa
Module cisaillement hémicellulose [GPa]	J	0.82	2.8 GPa
Module cisaillement polymère amorphe [GPa]	K	0.87	1.9 GPa
Coefficient Poisson cellulose	L	-1	0.1
Elancement fibre élémentaire (L/D)	M	-0.07	470
Volume fibre dans le composite [%]	N	-0.2	38 %
Volume porosité dans le composite [%]	O	0	3 %
Coefficient de contiguïté C	P	0.15	0.58

En gras, les valeurs imposées (d'après le Tableau 19 pour obtenir le module longitudinal des fibres élémentaires et la morphologie du composite, comme le volume de fibres ou la porosité). L'algorithme donne une valeur de 0.58 pour la contiguïté pour coller avec les valeurs expérimentales et minimiser les erreurs sur les quatre valeurs cibles. Cette valeur de contiguïté est cohérente avec la morphologie des fibres de lin. À défaut de pouvoir déterminer une valeur expérimentale, cette démarche par plans d'expériences permet d'en trouver une valeur. De plus, la méthode nous donne une valeur de 27.6 GPa pour le module transverse de la cellulose. Cette valeur est très proche de la valeur publiée dans les travaux de Salmén et al. [97].

Conclusion du chapitre

Ce chapitre apporte plusieurs réponses sur le comportement mécanique du composite Lin/Elium. Premièrement, des réponses précises ont été apportées sur la morphologie du composite Lin/Elium comme le taux de porosité ou le volume de fibres du matériau. Ces données sont très importantes pour, d'une part nous donner un indicateur sur la qualité du processus de fabrication du composite (bonne imprégnation des fibres, élimination des bulles d'air, etc.) et pour d'autre part, servir de paramètre d'entrée dans notre modèle d'homogénéisation. Ensuite, les essais réalisés dans ce chapitre ont permis d'étudier la sensibilité à la vitesse de déformation à l'échelle du composite. En compression sur échantillons cylindriques correspondant à l'empilement $[0]_{40}$, une large plage de vitesse a été investiguée ce qui a permis d'observer la tendance générale d'évolution des propriétés mécaniques : Nous observons et mesurons une augmentation de la contrainte maximale et du module de compression et une baisse de la déformation à la contrainte maximale avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Ces évolutions ont été mises en équation pour finalement modéliser le comportement global par un modèle de Weibull intégrant la sensibilité à la vitesse de déformation. Ce modèle s'ajuste convenablement avec les résultats expérimentaux. En traction, il est davantage compliqué d'obtenir un modèle constitutif complet. Car, d'une part, les moyens expérimentaux n'étaient pas disponibles localement pour caractériser le composite en dynamique à de très grandes vitesses de déformation, et d'autre part, il a été montré un comportement différent en traction à régime intermédiaire sur le dispositif de puits de chute. Il a été difficile de reproduire de nombreux essais en traction à des vitesses de déformation intermédiaire, car les dispositifs expérimentaux impliqués se situent dans des laboratoires partenaires. L'effet de la vitesse de déformation sur le comportement en traction peut ainsi faire l'objet d'une étude exhaustive complémentaire.

Finalement, une comparaison a été effectuée entre les différents modèles d'homogénéisation de la littérature pour calculer les propriétés mécaniques du composite Lin/Elium à partir des propriétés mécaniques des constituants. L'objectif était de prolonger le modèle d'homogénéisation proposé à l'échelle de la fibre élémentaire jusqu'à l'échelle mésoscopique. Il a été montré et validé par les observations microscopiques que le modèle de Tsai avec contiguïté se prêtait bien à la modélisation des composites renforcés de fibres naturelles. Ainsi, pour étudier les effets des facteurs, un plan d'expériences numériques a été développé. L'optimisation des réponses à l'aide des équations du plan d'expériences nous a permis de donner des valeurs théoriques aux facteurs influents à cette échelle et notamment de déterminer une valeur du coefficient de contiguïté qui est complexe à déterminer dans le modèle de Tsai avec contiguïté.

Chapitre 4

Approche multi-échelle pour la simulation numérique du drone

Introduction

Dans cette partie nous allons travailler à l'échelle du drone. L'étude est purement numérique : nous allons modéliser par éléments finis la structure du drone. L'objectif est d'étudier le comportement structurel théorique du drone en vol en intégrant dans les simulations numériques les propriétés mécaniques du composite calculées à partir de modèles d'homogénéisation décrites dans les précédentes parties. Dans ce chapitre, dans un premier temps, le chargement est analysé pour définir le type de chargement à appliquer dans ABAQUS. Une première étude analytique du chargement est ainsi proposée, permettant par la suite de réaliser des simulations avec un chargement caractéristique des drones. La géométrie du drone a été réalisée sous Creo Parametric et a été exportée ensuite dans ABAQUS. La finalité des simulations est d'étudier la viabilité d'une structure Lin/Elium comparée à une structure classique Verre/Epoxy. Cet ultime chapitre de ce manuscrit est un cas d'application des approches multi-échelles de la biomolécule à la structure et sert d'outil au dimensionnement du drone pour identifier les paramètres influents sur la tenue du drone et permettra aussi, entre autres de justifier le type de composite utilisé.

I. Étude de la portance

I.1. Calcul de la corde moyenne (ou longueur critique)

Pour appliquer le chargement sur la structure, il est nécessaire de connaître la répartition de la portance sur l'aile du drone. En effet, pour se rapprocher des conditions de vol, nous voulons étudier comment la pression se répartie sur la voilure. La première étape est ainsi d'étudier la géométrie du drone pour déterminer la longueur caractéristique L_c de l'aile, utilisée pour calculer le nombre de Reynolds. La géométrie du drone est présente à l'Annexe II.

La première phase passe par l'étude de la Corde Moyenne Aérodynamique (CAM ou MAC en anglais pour *Mean Aerodynamic Chord*) [229]. $y_{BA}(x)$ et $y_{BF}(x)$ sont les équations elliptiques du

bord d'attaque et du bord de fuite respectivement. La corde est une ligne imaginaire entre le bord d'attaque et le bord de fuite d'un profil. La corde moyenne représente une aile fictive rectangulaire équivalente en portance et en moment aérodynamique à l'aile réelle (Figure 138).

$$MAC_{aile} = \frac{1}{S_{aile}} \int_0^b corde(x)^2 dx = \frac{1}{S_{aile}} \int_0^b (y_{BF}(x) - y_{BA}(x))^2 dx \quad (4.1)$$

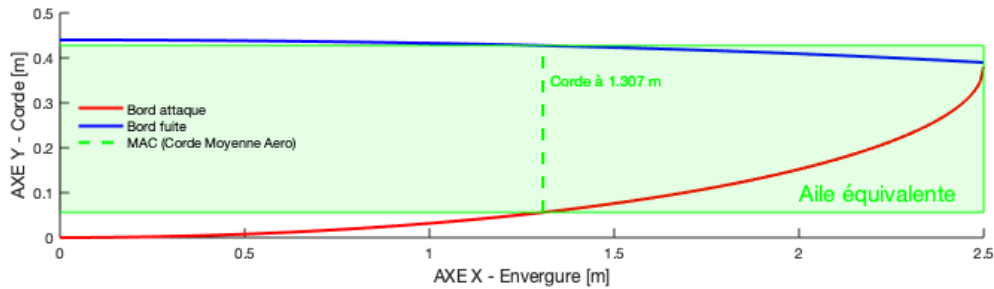


Figure 138 : Représentation schématique de l'aile du drone. Mise en évidence de la corde moyenne

$$y_{BA}(x) = -0.380 \sqrt{1 - \left(\frac{x}{2.5}\right)^2} + 0.380 \quad (4.2)$$

$$y_{BF}(x) = 0.241 \sqrt{1 - \left(\frac{x}{4.089}\right)^2} - 0.241 + C_E \quad (4.3)$$

$$S_{aile} = \int_0^b y_{BF}(x) - y_{BA}(x) dx = 0.865 \text{ m}^2 \quad (4.4)$$

L'origine du repère est définie au niveau de l'emplanture de l'aile au bord d'attaque.

La demie envergure est définie par $b = 2.5 \text{ m}$ et la corde d'emplanture par $C_E = 0.440 \text{ m}$. Les calculs donnent ainsi : $MAC_{aile} = L_c = 0.381 \text{ m}$.

Le profil choisi est de type NACA NM32 à 12 % d'épaisseur, adapté pour les grands planeurs (Figure 139). Sur la figure, il est observé la répartition des champs de pression qui permettent au drone de se sustenter en appliquant un vecteur de force vertical orienté vers le haut. Cette répartition de portance est illustrée en 3D sur toute l'aile sur la Figure 140 en soufflerie numérique dans la suite de l'étude.

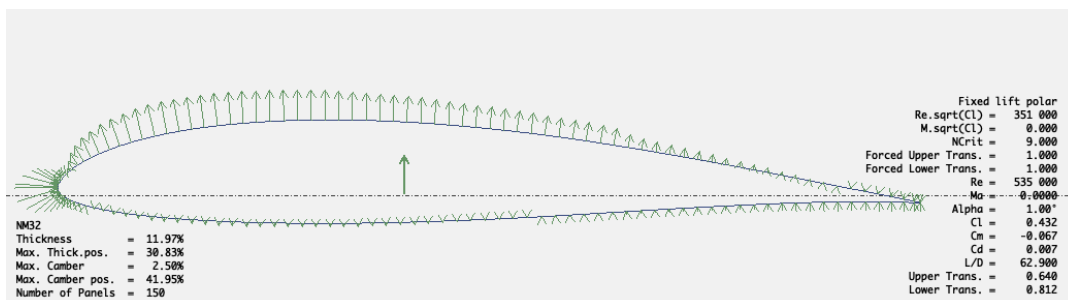


Figure 139 : Répartition des champs de pression ; Profil NACA NM32 (XFLR5) - Incidence 1°

I.2. Soufflerie numérique – STAR CCM

Le deuxième objectif de cette partie est d'étudier la répartition de portance sur la surface de l'aile pour ensuite appliquer le chargement sur ABAQUS. La simulation numérique pour étudier l'écoulement de l'air sur la voilure et la répartition de portance est réalisée sous STAR CCM. Pour cela, l'aile est d'abord modélisée sous Creo Parametric puis importée dans le logiciel STAR CCM. Un tunnel prismatique est utilisé avec une condition de symétrie sur la paroi centrale. La paroi d'entrée a une condition limite d'une entrée vitesse à 25 m/s. La paroi de sortie a une condition limite à la pression atmosphérique. Pour éviter les effets de bord, les parois latérales, supérieures et inférieures sont distantes d'une longueur $10 \times L_c$ de l'aile.

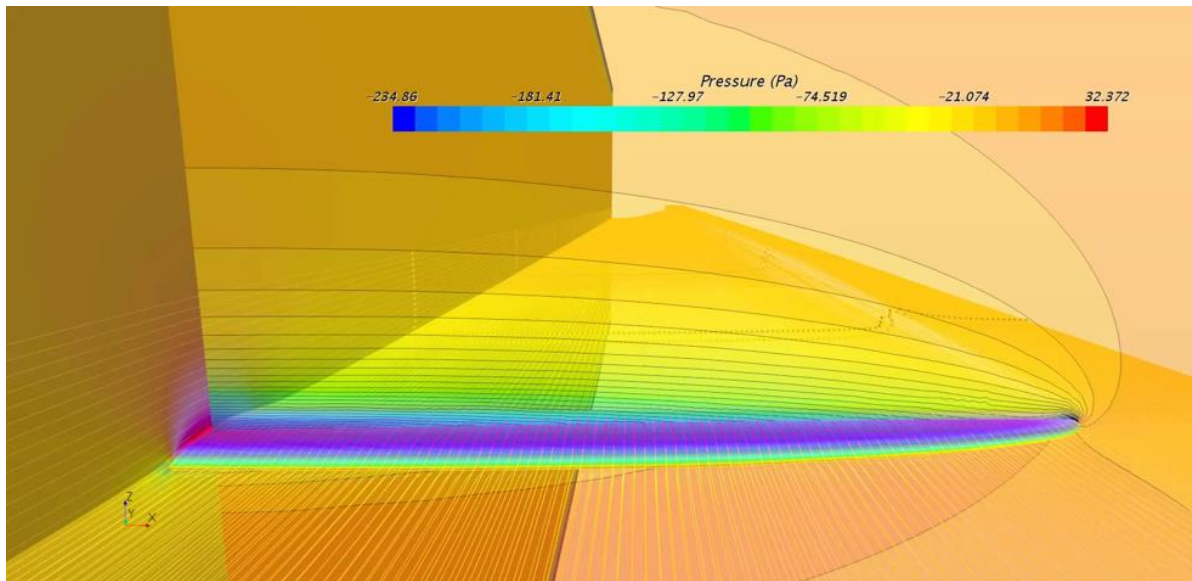


Figure 140 : Soufflerie numérique STAR CCM ; Répartition de pression sur l'aile. Visualisation de la portance elliptique

Les caractéristiques de l'air sont regroupées dans le Tableau 39 :

Tableau 39 : Caractéristiques du fluide considéré

Fluide	Air
Masse volumique	$\rho_{\text{air}} = 1.225 \text{ kg/m}^3$
Vitesse du fluide	$V_{\text{air}} = 25 \text{ m/s}$
Viscosité dynamique	$\nu_{\text{air}} = 1.855 \times 10^{-5} \text{ Pa/s}$
Longueur critique	$L_c = 0.381 \text{ m}$
Reynolds	$Re = (V_{\text{air}} \times L_c) / \nu_{\text{air}} = 5.13 \times 10^5 [8]$

L'étape suivante est d'utiliser le mappage de pression obtenu sur STAR CCM et de l'utiliser sur la géométrie dans ABAQUS. À noter que les simulations en soufflerie numérique illustrent la répartition de portance elliptique appliquée sur la voilure ainsi que le tourbillon marginal au saumon de l'aile. Cette étude ne porte pas sur l'amélioration de l'efficacité de l'aile, mais uniquement sur la partie structurelle. Une étude complémentaire pourrait être menée pour

améliorer l'efficacité de l'aile en jouant sur le profil de l'aile et la géométrie du saumon de l'aile. Une rapide analyse des efforts mis en jeu indique une portance sur l'aile de 121.1 N et une traînée de 6.3 N. La finesse de l'aile est ainsi de 19.2. À noter qu'une portance de 121.1 N multipliée par 2 correspond à la sustentation pour faire voler le drone de 25 kg.

II. Simulations sur ABAQUS CAE

II.1. Géométrie et conditions limites

La CAO du drone a d'abord été réalisée sous Creo Parametric en mode surfacique. De la CAO, il a été possible d'effectuer les plans de fabrication et de montage du drone, ainsi que les pièces numériques pour réaliser la fabrication des moules par usinage sur commande numérique (Lycée Couffignal de Strasbourg) (cf. Annexes I). Une fois la CAO réalisée, les pièces numériques ont été exportées dans le logiciel ABAQUS en vue de réaliser les simulations numériques. Les simulations seront menées sur un demi drone. Donc, des conditions de symétries seront utilisées.

L'ensemble de la structure se compose de quatre éléments :

- L'aile.
- La clé d'aile (permettant de lier des deux ailes entre elles).
- Le stabilisateur (permettant de jouer sur le tangage du drone et de faire varier l'angle d'attaque).
- La poutre de queue (équipée également d'une gouverne de lacet)

La clé d'aile se situe au niveau de l'épaisseur la plus grande du profil d'emplanture, à savoir à 31 % de la corde d'emplanture.

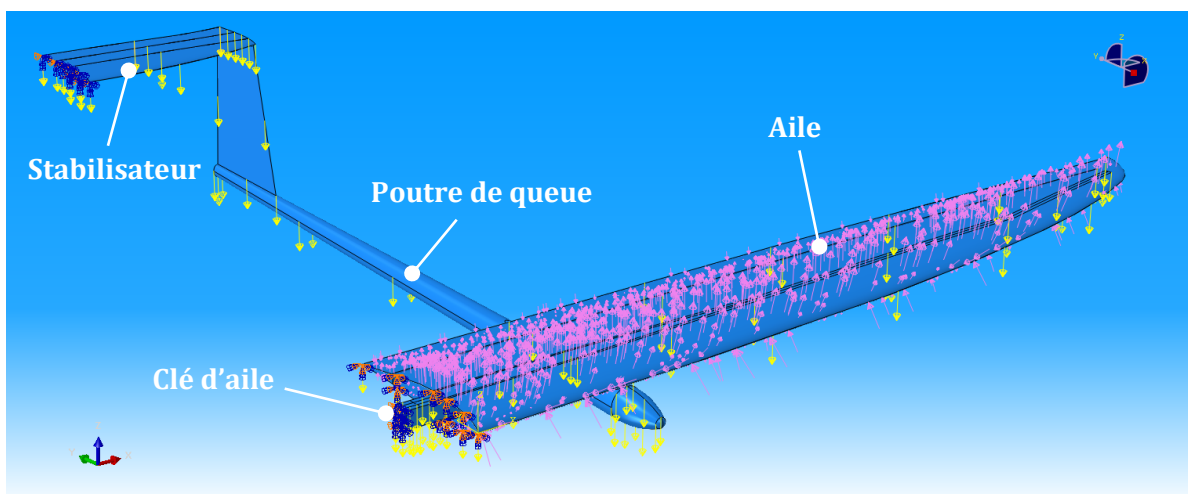


Figure 141 : Condition aux limites sur la structure – Portance sur l'aile, gravité sur les pièces, encastrement et symétries

Les flèches roses correspondent à la pression responsable de la sustentation du drone exportées directement de STAR CCM. Les flèches jaunes correspondent à la gravité appliquée sur l'ensemble des pièces de la structure. Le stabilisateur et la clé d'aile sont bloqués par symétrie de plan (Y,Z) (Figure 142). L'emplanture est bloquée selon les directions X, Y et Z. Sur la Figure 142 est illustrée la répartition de pression sur la voilure, dont le mappage est obtenu avec STAR CCM.

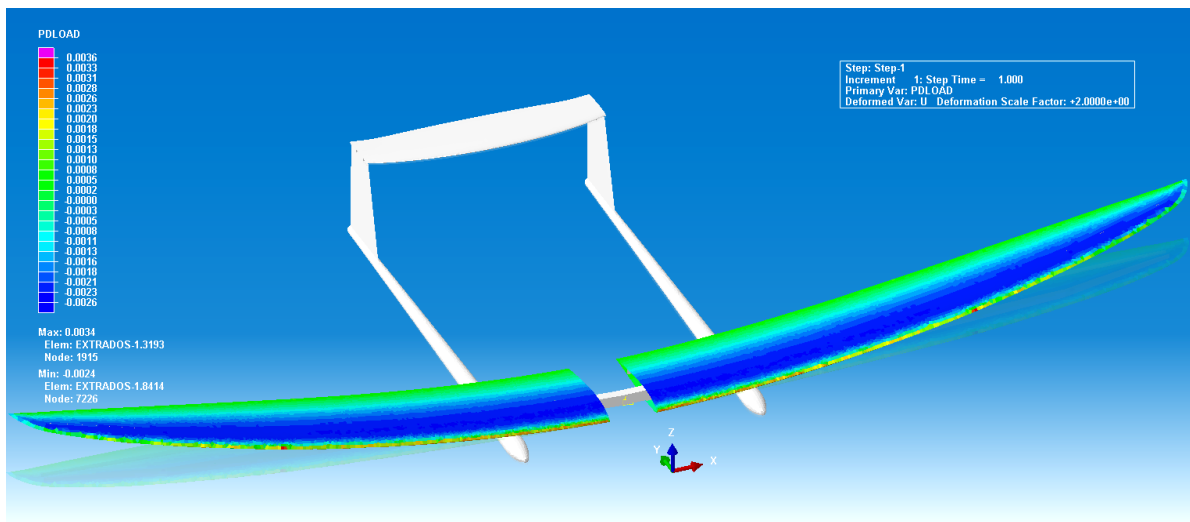


Figure 142 : Portance sur l'aile et déformation globale de la structure – facteur d'échelle de 2. Symétrie rajoutée de façon cosmétique

En vol rectiligne horizontal, la portance va être égale au poids de l'avion soit environ 250N. Mais en cas de virage serré ou de ressource, le facteur de charge va augmenter et risque de provoquer la rupture de la structure. D'après Raymer et White et al. [230], [231], pour un véhicule aérien fait-maison, le facteur de charge limite doit être défini à $n = +5$ en positif et $n = -2$ en négatif. À cela, se rajoute le coefficient de sécurité de 1.5 selon la réglementation FAA (FAR 25.303) [232]. L'objectif est ainsi de faire varier le facteur de charge de 1 à 7.5 G et d'étudier les mécanismes de rupture sur la structure. Le facteur de charge étant défini par [233], [234] :

$$n = \frac{\text{Portance}}{\text{Poids avion}} = \frac{mg + F_{\text{centrifuge}}}{mg} = \frac{mg + m\omega^2 R}{mg} \quad (4.5)$$

ω est la vitesse de rotation le long de la trajectoire de rayon R.

Par exemple, un facteur de charge de 5 veut dire que la structure des ailes devra soutenir 5 fois la masse du drone. Le maillage est choisi comme dominé quadrilatéral et en structure libre, car la géométrie de l'aile est complexe. La géométrie est importée de Creo Parametric comme étant surfacique. Ainsi, la totalité du maillage est en 2D et tous les matériaux sont attribués comme stratifiés composites. Le maillage comporte ainsi 46491 nœuds et 445589 éléments linéaires quadrilatéraux de type S4R et 905 éléments linéaires triangulaires de type S3. Les éléments

disposent de trois points d'intégration sur l'épaisseur. Les fixations entre les différentes pièces sont de types *Tie* (contrainte d'attache avec élément de surface *Master* et élément de surface *Slave*). Sur la Figure 143, la structure interne de l'aile est montrée : La clé d'aile carbone est montée entre deux longerons verticaux. Un longeron arrière est également présent près du bord de fuite de l'aile.

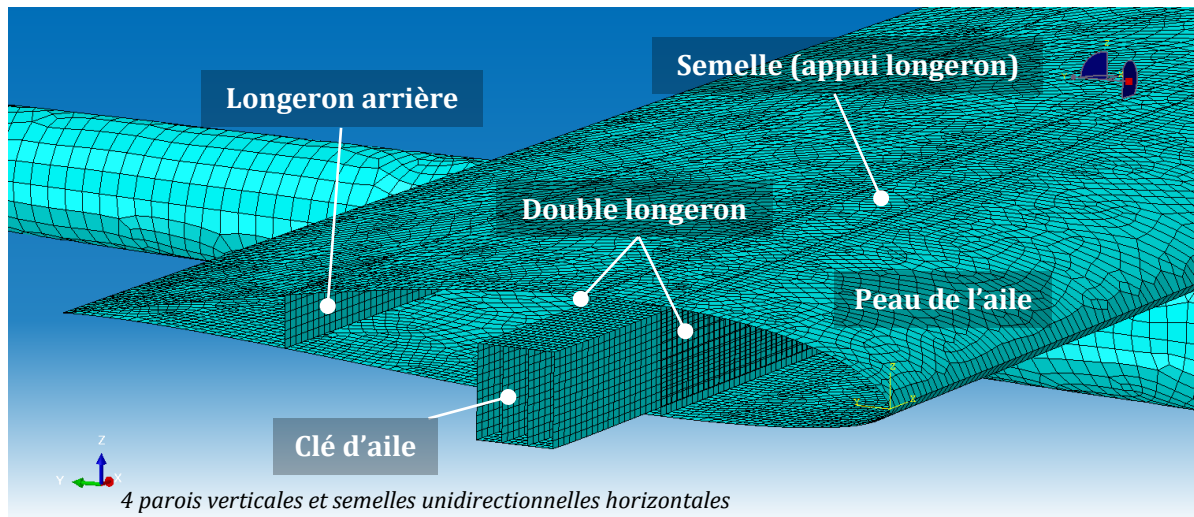


Figure 143 : Maillage et visualisation de la géométrie interne de l'aile avec la clé d'aile représentée et la poutre de queue à l'arrière-plan

II.2. Définition des plis composites

Trois structures composites sont étudiées dans cette analyse. Une première structure avec des plis en fibres de verre avec matrice Epoxy, une deuxième structure avec des plis en fibres de lin avec matrice Elium et une dernière structure hybride Verre/Lin qui permet d'utiliser les bénéfices des deux types de matériaux. La structure hybride est composée d'un composite renforcé de fibres de lin à l'intrados et d'un composite renforcé de fibres de verre à l'extrados. Ce choix sera justifié dans la suite de l'étude. Le but est ici d'utiliser les propriétés obtenues en traction et compression du composite Lin/Elium dans le Chapitre 2. Les propriétés des plis sont présentées en Annexe VIII. La coque de l'aile est un matériau sandwich dont l'âme est faite en mousse de PVC Airex C70.75 (Figure 144).

La clé d'aile est composée de plis en fibres de carbone Ultra-Haut-Module (UHM) dans de la résine Epoxy et est dimensionnée à 10 G, soit avec coefficient de sécurité, dimensionné à 15 G : Elle est composée de trois chaussettes tissées en fibres de carbones parallèles pour former les quatre parois verticales (Figure 143) et elle est renforcée de trois plis unidirectionnels en fibres de carbone UHM avec résine Epoxy dans la partie inférieur et supérieur de la pièce.

Les longerons sont sous forme de sandwich à âme Airex verticale entre deux peaux tissées à (+45,-45). Sur la Figure 144 sont illustrés des stratifiés utilisés dans l'aile du drone. Le stratifié sandwich a) est utilisé pour la coque de l'aile et le stratifié b) est utilisé au niveau de la semelle et reprend les longerons principaux. Cette structure de longeron peut être assimilée à une double poutre IPN avec la clé d'aile au centre.

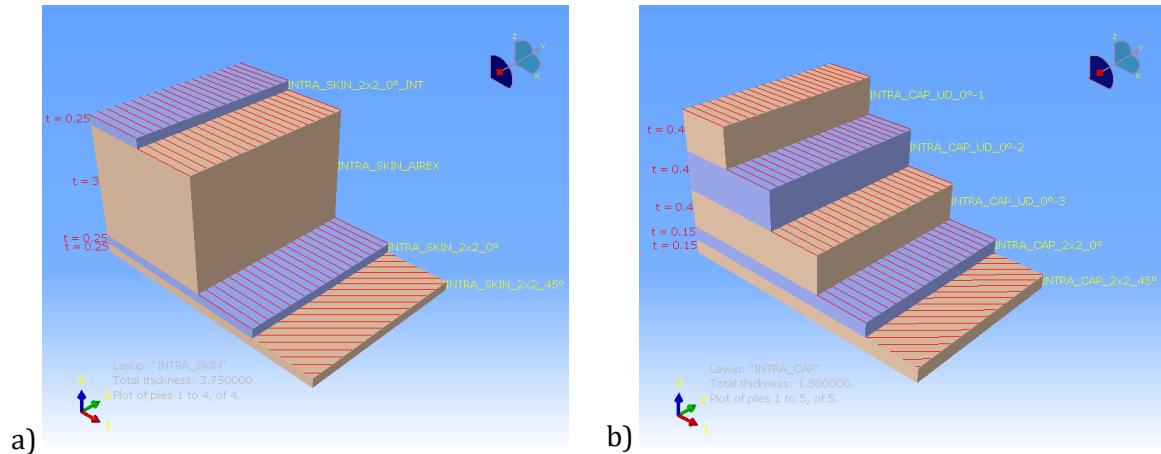


Figure 144 : Stratifié composite : a) Peau intrados et extrados $[(+45,-45),(0,90),Airex,(0,90)]$; b) Semelle sous le longeron $[(+45,-45),(0,90),0,0,0]$

Tableau 40 : Empilements utilisés dans les pièces de la structure

Structure	Empilement	Matériaux
Aile		
Coque	$[(+45,-45),(0,90),Airex,(0,90)]$	Verre/Epoxy
Semelle	$[(+45,-45),(0,90),0,0,0]$	ou
Longeron	$[(+45,-45), Airex, (+45,-45)]$	Lin/Elium
Clé d'aile		
Parois verticales	$[(+45,-45),(+45,-45)]$	Carbone/Epoxy
Semelles	$[0]_3$	Carbone UHM/Epoxy

L'objectif des simulations est ainsi de voir la différence entre l'utilisation de plis Verre/Epoxy ou de plis Lin/Elium dans les empilements.

Note : Les effets de vitesses et de température sur les propriétés mécaniques des plis n'ont pas été intégrés dans ces simulations.

II.3. Critères de rupture

Le critère de Hashin est choisi pour étudier la rupture du pli composite. Ce critère est déjà intégré dans ABAQUS. D'après la documentation ABAQUS, les équations décrivant le critère d'initiation de Hashin sont les suivantes [235], [236]:

Rupture des fibres en traction :

$$d_{FT}^2 = \left(\frac{\sigma_{11}}{X_T}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{12}}{S_L}\right)^2 \quad (4.6)$$

$$\sigma_{11} > 0$$

Rupture des fibres en compression :

$$d_{FC}^2 = \left(\frac{\sigma_{11}}{X_C}\right)^2 \quad (4.7)$$

$$\sigma_{11} < 0$$

Rupture de la matrice en traction :

$$d_{MT}^2 = \left(\frac{\sigma_{22}}{Y_T}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{12}}{S_L}\right)^2 \quad (4.8)$$

$$\sigma_{22} > 0$$

Rupture de la matrice en compression :

$$d_{MC}^2 = \left(\frac{\sigma_{22}}{2S_T}\right)^2 + \left[\left(\frac{Y_C}{2S_T}\right)^2 - 1\right] \frac{\sigma_{22}}{Y_C} + \left(\frac{\tau_{12}}{S_L}\right)^2 \quad (4.9)$$

$$\sigma_{22} < 0$$

Avec :

X_T : Contrainte à rupture en traction dans la direction longitudinale

X_C : Contrainte à rupture en compression dans la direction longitudinale

Y_T : Contrainte à rupture en traction dans la direction perpendiculaire

Y_C : Contrainte à rupture en compression dans la direction perpendiculaire

S_L : Contrainte à rupture en cisaillement dans la direction longitudinale

S_T : Contrainte à rupture en cisaillement dans la direction transversale

Les rapports présentés dans les équations 4.5 à 4.8 illustrent les variables d'endommagement.

Quand un des rapports prend la valeur $d = 1$, alors il y a rupture du pli, soit en compression ou en tension, et soit pour la matrice ou pour les fibres.

II.4. Résultats

Nous allons analyser les résultats des simulations en comparant les masses entre les différentes structures puis les indicateurs d'endommagement selon les équations du critère de Hashin. La Figure 145 donne la masse théorique du drone suivant le type de structure. Il est observé qu'une structure faite entièrement avec des plis Lin/Elium (noté FFRC pour *Flax Fiber Reinforced Composite*) offre un gain de masse d'environ 15 % par rapport à une structure entièrement faite avec des plis Verre/Epoxy (noté GFRC pour *Glass Fiber Reinforced Composite*). La structure hybride FFRC/GFRC offre un gain de masse de 10 % comparée à une structure entièrement en verre (La structure hybride est faite d'empilements FFRC à l'intrados et d'empilements GFRC à l'extrados).

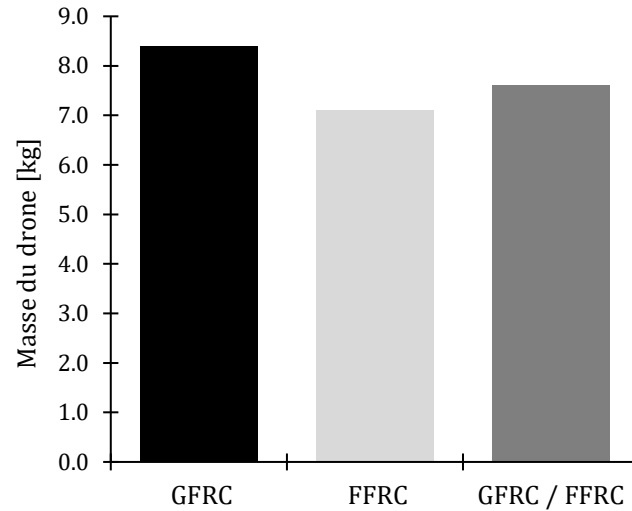


Figure 145 : Étude de la masse théorique du drone suivante le type de structure

Les simulations nous montrent que d'après le chargement appliqué, la contrainte dans la structure sera principalement dans la direction longitudinale de l'aile (Direction X de la Figure 146 et la Figure 147). En effet, la portance appliquée fait que l'aile va fléchir autour de l'axe Y (selon la Figure 146 et la Figure 147). La Figure 146 et la Figure 147 illustrent les éléments de maillage sur lesquels sont mesurés le critère maximal de Hashin en compression puis en traction respectivement.

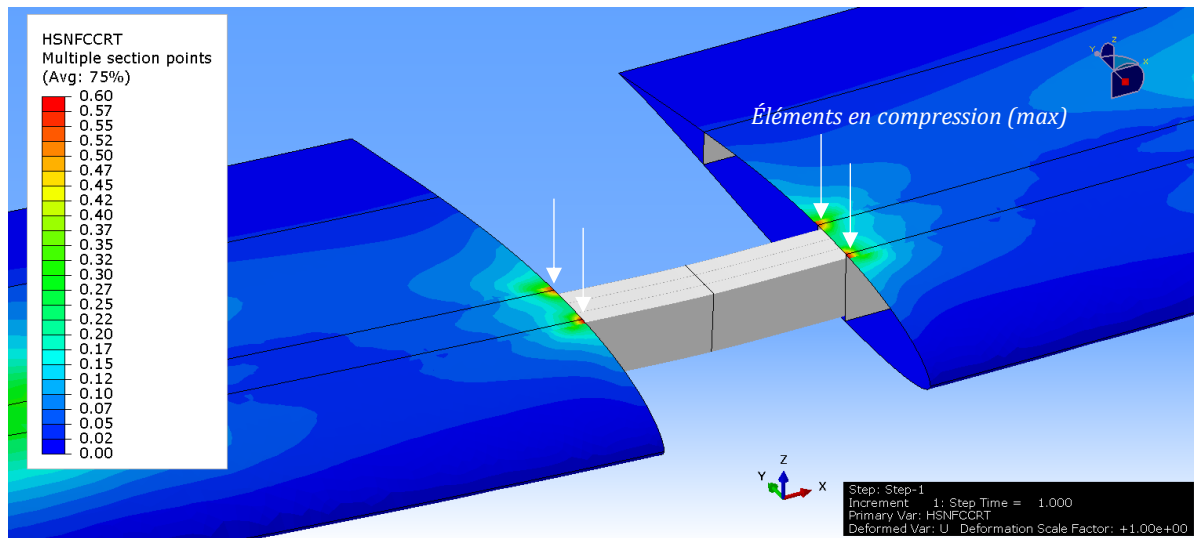


Figure 146 : Mise en évidence du critère de Hashin en compression. Visualisation de l'extrados de l'aile - Symétrie rajoutée de façon cosmétique

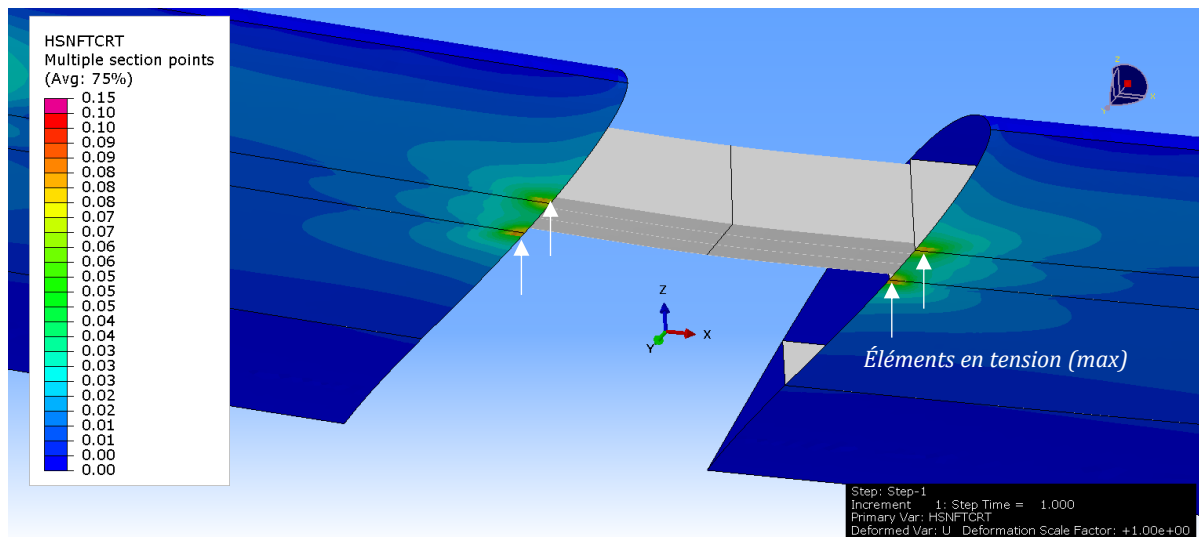


Figure 147 : Mise en évidence du critère de Hashin en tension. Visualisation de l'intrados de l'aile - Symétrie rajoutée de façon cosmétique

Il est identifié que l'élément du maillage qui a la valeur maximale du critère de Hashin en tension d_{FT} est situé à l'intrados à l'implanture de l'aile. L'élément du maillage qui a la valeur maximale du critère de Hashin en compression d_{FC} est situé à l'extrados à l'implanture de l'aile. Ainsi, ces deux points particuliers sont isolés pour une étude complémentaire : Il est étudié l'évolution du facteur d_{FC} en compression et d_{FT} en tension sur les deux points identifiés en fonction de l'augmentation du facteur de charge. Le but est ainsi de savoir à partir de quelle valeur de facteur de charge est mesuré un endommagement $d = 1$ synonyme de rupture du pli. L'évolution de l'endommagement sur l'élément sollicité en compression (extrados) est représenté sur la Figure 148 a). L'évolution de l'endommagement sur l'élément sollicité en traction (intrados) est représentée sur la Figure 148 b). L'endommagement est tracé en fonction du facteur de charge. Sur la Figure 148, il est observé que la structure entièrement faite en fibres de lin risque la rupture des plis en compression à partir de 5.5 G de chargement, alors que la structure en fibres de verre ne risque pas la rupture à ce niveau de facteur de charge. Cela vient du fait que la résistance en compression des composites renforcés de fibres de lin est bien plus faible que la résistance en traction (Tableau 44). Un bon compromis est d'utiliser une structure hybride où la fibre de verre va reprendre les efforts en compression et conservera l'avantage d'une structure légère.

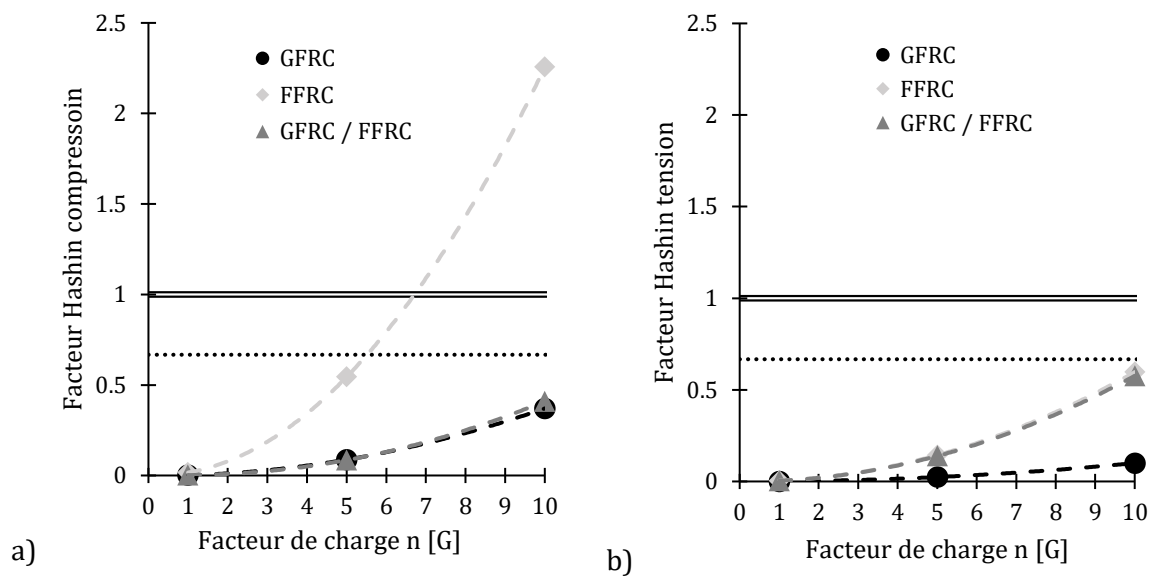


Figure 148 : Effet du facteur de charge sur la structure a) Facteur d'Hashin en compression (Extrados - emplanture) ; b) Facteur d'Hashin en traction (Intrados - emplanture). La ligne à la valeur 1 indique la limite ultime du critère de Hashin. Le trait en pointillé indique la limite avec le facteur de sécurité

Pour approfondir les simulations, le phénomène de torsion et de *flutter* devraient être étudiés. Le *flutter* est un effet de résonance où, à certaines vitesses et dans certaines conditions, les oscillations de certaines parties de l'avion sont amplifiées par le passage de l'air et augmentent en amplitude. Ces oscillations font apparaître des sollicitations importantes en torsion.

Conclusion du chapitre

Les simulations numériques sur la structure du drone ont mis en évidence sur un cas d'application concret les avantages et les inconvénients de l'utilisation des composites renforcés de fibres de lin. Le premier avantage est le gain de poids théorique offert par l'utilisation de fibres de lin jusqu'à 15 % par rapport à l'utilisation de fibres de verre. Ce gain de poids est non négligeable pour un drone qui doit faire des vols d'endurance. Cependant, l'inconvénient qui est illustré dans cette étude est la faible résistance des composites renforcés de fibres de lin en compression. Ce résultat est également mentionné dans la littérature sur les composites renforcés de fibres de lin [167], [237]. Ainsi, un facteur de charge de 5.5 G peut potentiellement occasionner la ruine d'un pli en compression. En comparaison pour les plis en traction, ils ne risquent pas la rupture avant un facteur de charge de 10 G. La solution hybride est alors d'utiliser les plis renforcés de fibres de verre dans la partie sollicitée en compression (l'extrados de l'aile). Cette solution offre tout de même un gain de poids intermédiaire, mais permet d'éviter la rupture des plis prématurément à 5.5 G de facteur de charge.

Il aurait été intéressant ici d'analyser l'influence des paramètres de chacune des échelles afin d'identifier les facteurs les plus influents sur la tenue mécanique du drone en se basant sur un corrélogramme par exemple en première abord. Par exemple, il a été montré que, à l'échelle des fibres de lin, le volume de cellulose joue un rôle majeur dans les propriétés mécaniques à toutes les échelles. Ainsi, il aurait été intéressant de jouer sur ce paramètre afin de voir ses effets sur la tenue du drone. De même, l'influence du taux de fibres n'a pas été étudiée et le choix des empilements n'a pas non plus été abordé. L'influence de la vitesse et de la température n'ont pas non plus été intégrées dans les simulations. Tout ceci pourrait faire l'objet d'une nouvelle étude approfondie.

Conclusion générale

I. Réponses apportées par cette étude

Cette étude multi-échelle trouve sa justification dans le fait que les fibres naturelles ont des structures composites complexes. Si nous voulons utiliser davantage de bio-composites dans des applications industrielles, alors il est nécessaire de mieux comprendre leur comportement mécanique. Si nous reprenons les pistes d'études présentées en introduction :

- Les propriétés des fibres (origine, reproductibilité, **paramètres pertinents**).
- *Les paramètres pertinents ont été identifiés par les études paramétriques aux sensibilités des paramètres aux échelles des fibres élémentaires et des composites. Il a été montré pour les fibres de lin que le volume de cellulose joue un rôle majeur dans les propriétés mécaniques à toutes les échelles. À l'échelle du composite, le volume de fibres va jouer également un rôle très important. Pour obtenir un composite performant, alors il faudrait choisir des variétés de fibres de lin à haut taux de cellulose et avoir un processus de fabrication composite qui va permettre d'obtenir le plus haut volume de fibres possible. Il a été montré que l'utilisation de résine à faible viscosité à température ambiante (Epoxy, polyester, Elium) permet une bonne imprégnation des fibres de lin, de combles les porosités de lumen et donc d'avoir un faible taux de porosité dans le composite.*
- La dispersion des fibres dans un polymère pour réaliser un matériau composite performant (maîtrise de la dispersion et de l'orientation, du mouillage, de la liaison fibre/matrice...), durable, et avoir une réflexion sur le matériau en fin de vie.
- *Nous n'avons pas le contrôle sur ce point car la fabrication des éprouvettes a été sous-traitée. En revanche une caractérisation et des observations ont été faites à l'échelle du composite pour comprendre et caractériser l'interface fibre/matrice et mesurer la porosité propre au processus de fabrication sous infusion.*
- **Développer des approches multi-échelles et pluridisciplinaires.**
- *Ce point a été le cœur de l'étude de la thèse, en partant de l'échelle nanoscopique au macroscopique et de proposer des modèles d'homogénéisations couvrant toutes les échelles des matériaux composites.*
- La cohérence de l'usage des fibres végétales comme renfort (choix du polymère, du process...) et l'étude du recyclage couplée avec le vieillissement.
- *Ce dernier point a été étudié avec un cas pratique sur la pertinence d'utiliser un composite renforcé de fibres de lin à la place d'un composite renforcé de fibres de verre. La résine Elium a été choisie pour répondre à cette problématique de recyclabilité. Une prochaine étude serait*

alors d'étudier la recyclabilité des éprouvettes réalisées. Une étude intéressante porterait sur l'effet du recyclage et du nombre de recyclage sur les propriétés mécaniques.

En complément à ces réponses apportées, une étude approfondie a été menée sur la sensibilité à la vitesse de déformation aux échelles de la fibre et du composite. À l'échelle de la fibre élémentaire, il a été observé une baisse des propriétés mécaniques (module de traction et contrainte à rupture) avec la vitesse de déformation. À cette échelle, la microstructure complexe de la fibre élémentaire va jouer un rôle important et influencer les mécanismes de déformation d'une fibre élémentaire. Des observations microscopiques in-situ (sous rayons X ou imagerie multiphotonique) devraient être menées durant des essais de traction dynamique afin de voir si l'augmentation de la vitesse de déformation a des conséquences sur l'évolution de l'angle microfibrillaire.

A l'échelle du composite Lin/Elium, une importante sensibilité à la vitesse de déformation en compression a été observée et mesurée. Les dispositifs expérimentaux présents localement nous ont permis de réaliser une étude sur une large gamme de vitesses de déformation. Ceci nous a permis de comparer les données expérimentales avec le modèle proposé de Weibull intégrant la sensibilité à la vitesse de déformation. En traction, les essais sur le composite ont été limités par les dispositifs expérimentaux situés dans les laboratoires partenaires. Un des objectifs pour continuer l'étude à la sensibilité à la vitesse de déformation serait d'étudier en traction dynamique la fibre seule, la résine Elium seule et le composite et voir si le modèle d'homogénéisation proposé fonctionne également en régime dynamique. Cela ouvre à des perspectives et de nouveaux travaux pour continuer l'étude.

II. Perspectives de futures études

Cette thèse a permis également d'ouvrir de nombreux sujets potentiels : Le premier sujet concerne le manque important de données sur l'étude des effets de la vitesse de déformation sur des résines biosourcées et recyclables. En effet, des données expérimentales existent essentiellement en quasi-statique pour ce type de résine. Également à l'échelle des fibres élémentaires de lin où il manque des données sur l'effet de la vitesse de déformation à très grandes vitesses.

II.1. Caractérisations expérimentales des constituants du composite selon d'autres directions de chargement

Dans cette étude en dynamique, les essais sur le composite ont été réalisés en compression. Pour utiliser les modèles d'homogénéisation, il serait nécessaire de tester les fibres seules en

compression dynamique. Un projet scientifique très porteur et qui présente de nombreux verrous serait une étude du comportement dynamique des constituants seuls : Tester en traction et/ou compression dynamique (entre 1000 et 3000 s⁻¹) les résines biosourcées et l'Elium seule. Ensuite, tester en traction et/ou compression dynamique aux mêmes vitesses de déformation et confronter les résultats expérimentaux avec les modèles d'homogénéisation en dynamique. L'objectif serait d'étudier la possibilité de prédire les propriétés mécaniques en dynamique en connaissant les propriétés mécaniques dynamiques des constituants du composite seul.

Un verrou existe pour caractériser la fibre en compression quasi-statique et pour aller plus loin, pour tester la fibre en compression dynamique. Ce verrou réside dans l'absence de dispositif et de protocoles ad hoc permettant d'obtenir directement les propriétés des fibres élémentaires en compression.

Une autre étude à grande portée serait de développer une machine de test et le protocole associé pour déterminer les propriétés transverses des fibres élémentaires. Il a été montré que les fibres naturelles sont anisotropes et s'il existe une norme pour tester les fibres en traction longitudinales, il n'y a pas de protocole pour caractériser la fibre dans sa direction transverse. D'autant plus que les propriétés transverses des fibres servent à caractériser la direction transversale des plis renforcés de fibres longues. Dans notre cas d'étude, il a été montré que les fibres ont un effet anti-renforcement sur les propriétés mécaniques transversales du pli composite. Notons qu'au laboratoire ICube, un montage a été développé dans le cadre d'une thèse dédiée au comportement mécanique de nerfs (thèse de Santiago Salazar Botero). Ce dispositif pourra être adapté à l'étude du comportement transverse des fibres. Il existe aussi dans la littérature des études dédiées au comportement transverse des fibres de carbone selon Kawabata et al. [129]

II.2. Simulations numériques

Pour affiner les simulations numériques, il serait pertinent d'étendre les travaux à des simulations fluide/structure. En effet, dans cette étude le chargement sur l'aile s'est concentré sur un cas simple de portance elliptique appliqué sur la voilure. Réaliser une étude fluide/structure permettrait d'étudier l'aile sous de nouvelles sollicitations et possiblement de l'étendre aux effets vibratoires dans la structure. Un des arguments en faveur de l'utilisation des fibres de lin est sa meilleure absorption des vibrations que les fibres de verre ou de carbone. Ainsi, une étude vibratoire sur la structure permettrait de justifier ou non l'utilisation des composites renforcés de fibres de lin pour leurs qualités vibratoires. Une étude fluide/structure peut être également intéressante pour étudier l'apparition du phénomène de flutter sur l'aile et pour dimensionner la structure pour annuler ou retarder ce phénomène.

II.3. Extension de l'étude à d'autres fibres naturelles

Une autre ouverture serait d'ouvrir le champ d'étude à d'autres fibres naturelles. En effet, dans cette étude seule la fibre de lin a été étudiée. Mais d'autres fibres naturelles présentent de hauts potentiels industriels. La Figure 149 illustre que des fibres naturelles à haut potentiel comme l'ortie ou le miscanthus sont encore peu étudiées et peu utilisées.

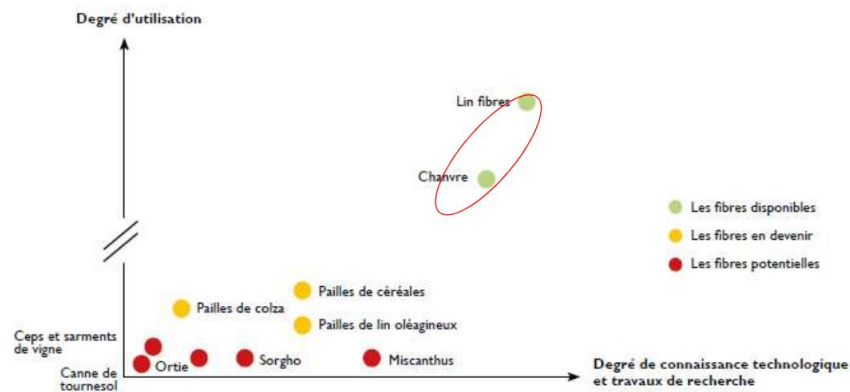


Figure 149 : Connaissances techniques et scientifiques de différentes fibres naturelles [27]

Les fibres de chanvres permettent également d'ouvrir la voie à de nouveaux projets scientifiques. En effet, le chanvre est très présent dans la région Grand-Est et des acteurs de transformation y sont déjà implémentés. Le dynamisme qui est observé dans les régions Normandie/Bretagne autour de la fibre de lin peut être retranscrit dans la région Grand-Est autour du chanvre. En effet, il existe déjà une proximité entre les terres cultivées, les centres de recherche et les industries de transformation. La fibre de basalte semble également être une fibre prometteuse. En effet, elle dispose d'excellentes propriétés mécaniques comme l'atteste la Figure 9, et de plus, peu d'énergie et peu de ressources en eau sont nécessaires pour produire les fibres. La figure suivante représente l'empreinte carbone (en kg de CO₂ produits pour produire 1 kg de matière) en fonction de la consommation en eau (litres d'eau nécessaires pour produire 1 kg de matière). Nous pouvons ainsi remarquer que la production globale des fibres végétales nécessite davantage d'eau que la production des fibres synthétiques, c'est le cas notamment du coton et du sisal. Mais, dans l'ensemble, l'empreinte carbone pour produire 1 kg de fibres est plus faible pour les fibres naturelles. Parmi les fibres naturelles, notons les fibres de basalte qui ont une faible empreinte carbone et une faible consommation d'eau (Figure 9 et Figure 150)

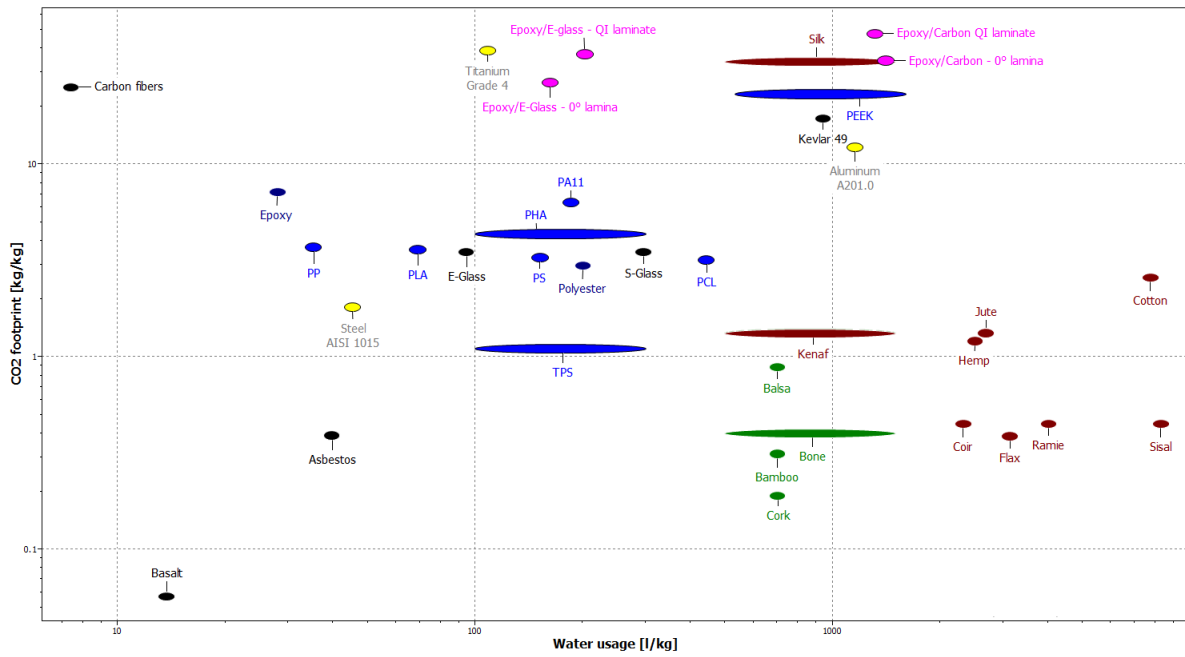


Figure 150 : Empreinte carbone des matériaux [CO_2/kg] en fonction de la consommation en eau des matériaux [l/kg].
 Graphique réalisé sur CES EduPack [16]

Cette information sur la quantité d'eau nécessaire pour produire 1 kg de matière est de plus en plus pertinente dans le contexte de stress hydrique qui risque de s'amplifier d'années en années. Des leviers d'action serait d'utiliser des fibres naturelles moins gourmandes en ressources hydriques ou de développer des nouveaux outils pour baisser la consommation en eau nécessaire à la production des fibres naturelles.

Liste des figures

Figure 1 : a) Drone prototype Stork en vol ; b) Intégration des capteurs météo et de pollution dans le fuselage	11
Figure 2 : Gammes des vitesses de déformation [2].....	13
Figure 3 : Pourcentage de matériaux composites pour les deux principaux constructeurs aéronautiques [3], [4]	17
Figure 4 : Hydrofoils permettant la sustentation du navire (Mini 6.50 Arkema) [10]	18
Figure 5 : Type de composites [13], [14]	18
Figure 6 : Disponibilité de la ressource en fibres de lin en Europe – Baromètre du lin Européen 2015 [27]	21
Figure 7 : Diagramme d’Ashby (CES EduPack) : Module spécifique en fonction de la résistance spécifique de fibres naturelles, fibres synthétiques, résines et métaux.....	22
Figure 8 : Comparaison de l’impact environnemental des fibres de lin comparé aux fibres de verre [37]	24
Figure 9 : Impact environnemental et énergie nécessaire pour produire 1 kg de matière (CES EduPack)	25
Figure 10 : Diagramme de comparaison des prix des matériaux [€/kg] - Prix de 2015	27
Figure 11 : Courbes contrainte-déformation types issues de la norme NF EN ISO 527-1	28
Figure 12 : Essais de traction sur résine Elium 150 [42].....	29
Figure 13 : Contrainte maximale en fonction de la vitesse de déformation – Essais de compression quasi-statique et barre d’Hopkinson : a) PMMA ; b) PC ; c) PVC ; d) Epoxy [49].....	30
Figure 14 : Comparaison du PLA-PMMA-BS avec un ABS-PC industriel (\times : $\varepsilon = 5.55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$; \circ : $\varepsilon = 5.55 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; \square : $\varepsilon = 5.55 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$; \triangle : $\varepsilon = 5 \text{ s}^{-1}$; \diamond : $\varepsilon = 50 \text{ s}^{-1}$) [52].....	32
Figure 15 : Essais de traction sur : a) Epoxy (EP) et Araldite 10MY0610 (MEP) à 2 mm/min en fonction de la température [62] ; b) Elium à 1 mm/min en fonction de la température [59].....	33
Figure 16 : a) Effet de la température en traction à 0.00017 s^{-1} ; b) en compression sur à 0.001 s^{-1} - Résine PEEK [63]	33
Figure 17 : Résultats des tests DMA à différents angles d’orientation sur des composites Epoxy : a) renforcés de fibres de lin ; b) renforcés de fibres de sisal [64].....	34
Figure 18 : Echelles de la fibre de lin - De la microstructure cellulosique à la tige macroscopique dans le champ. De la tige dans le champ sont extraits des faisceaux de fibre (fibres techniques). Les fibres techniques sont composées de fibres élémentaires. Enfin, la fibre élémentaire est une microstructure composite avec des fibrilles de cellulose dans une matrice d’hémicellulose et de lignine pour la région S2 [73]	36
Figure 19 : Section d’une tige et lin, localisation des fibres élémentaires en faisceaux [65]	36
Figure 20 : n-chaines de glucose [76].....	37
Figure 21 : Représentation de l’hémicellulose [76].....	38
Figure 22 : Représentation de la lignine [76]	38
Figure 23 : Angles microfibrillaires de fibres naturelles [30], [68], [94], [107], [108], [110], [111]	41
Figure 24 : Echelles composites des fibres de cellulose [113]	42
Figure 25 : Représentation d’une fibre élémentaire de lin et de sa structure multi-couches (diamètre apparent d’une fibre entre 10 et 40 μm) – Mise en évidence de l’angle microfibrillaire (AMF) ; P : Paroi primaire ; S1 : Première paroi cellulaire ; S2 : Deuxième paroi cellulaire (Paroi principale dans la fibre de lin) ; S3 : Troisième paroi cellulaire.....	43
Figure 26 : Représentation d’un faisceau de lin (diamètre apparent d’un faisceau entre 100 et 200 μm) – Mise en évidence de la lamelle moyenne (en rouge) ou ciment pectique : Composée de pectine qui va lier les parois cellulaires (P) des fibres élémentaires entre elles	43
Figure 27 : Distribution des diamètres : Top (haut de la tige) ; Middle (mi-hauteur de la tige) ; bottom (proche racine) [116].....	44
Figure 28 : Projection des épaisseurs par observation MEB de 3 fibres. Le diamètre moyen vaut $21.9 \pm 4.0 \mu\text{m}$ (fibre 1) ; $19.7 \pm 4.7 \mu\text{m}$ (fibre 2) et $15.1 \pm 3.4 \mu\text{m}$ (fibre 3) [116].....	44
Figure 29 : Kink band (ou coude) le long d’une fibre élémentaire de lin.....	45
Figure 30 : Comparaison mesure de diamètre par multipoints ou proche de la rupture. Mise en évidence de la baisse de la contrainte à rupture avec l’augmentation des diamètres des fibres [81].....	46
Figure 31 : Catégorisation des comportements en traction des fibres naturelles [119]	46
Figure 32 : Modèle proposé par Placet et al., étapes d’endommagement [119]	48
Figure 33 : Courbes contrainte-déformation a) D’une fibre de chanvre [119] ; b) D’une fibre de bois [120].....	49
Figure 34 : Mesure de l’anisotropie des fibres de lin et de sisal en comparaison à des fibres synthétiques conventionnelles [129].....	50
Figure 35 : Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture des fibres élémentaires de lin. Points retracés de [30], [131].....	51
Figure 36 : Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture sur différentes fibre naturelles. Points retracés de [130]	51
Figure 37: Principe du test de la boucle [30]	52
Figure 38 : a) Effet de la longueur entre les mors et les propriétés en traction pour un faisceau de fibres ; b) Différentes configurations d’essais. Seul le cas de gauche permet de tester l’interface pectique fibre/fibre [131].....	53
Figure 39 : Probabilité cumulative de rupture sur des essais du fibres de lin [138]	55

Figure 40 : Principe d'un pli composite : Fibre + Matrice. Plusieurs plis correspondent à un empilement stratifié [144]	56
Figure 41 : Section composite a), b) et c) Fibres de lin avec différents degrés de rouissage ; d) Fibres de verre [146]	56
Figure 42 : Essais de traction sur composites – FE : Flax/Epoxy et GE : Glass/Epoxy ; GE: a) [0] ₁₂ et [90] ₁₂ Lin/Epoxy - b) [90] _{3s} Lin/Epoxy - c) [0,90] _{3s} Lin/Epoxy - d) [0,90] _{3s} Lin/Epoxy et Verre/Epoxy [147]	57
Figure 43 : a) Essai de traction sur composite Lin/.Epoxy [0] ₈ ; b) Etude de la variation du V _f sur le même composite [149]	58
Figure 44 : Propriétés mécaniques spécifiques et absolues des composites étudiés : a) Module de traction ; b) Contrainte à rupture [150]	58
Figure 45 : a) Essais de cycliques de charge/décharge sur un composite Lin/Epoxy ; b) Mesures de la pente locale sur chaque cycle [151]	59
Figure 46 : a) Essais sur stratifié [0] ₅ ; b) Stratifié [0,90,0,90,0] ; c) Propriétés mécaniques caractéristiques du pli mesurées et calculées [42], [151]	60
Figure 47 : a) Montage expérimental de barre d'Hopkinson ; b) Courbes contrainte-déformation avec modélisation par Johnson-Cook [160]	63
Figure 48 : Coupes histologiques d'une tige de lin après rouissage - Zooms successifs sur la structure interne – Mise en évidence de la structure tubulaire avec les fibres techniques en périphérie	72
Figure 49 : a) et b) Sections lisses d'un faisceau dans la résine Elium ; c) et d) Zooms sur une fibre élémentaire de forme hexagonale. Mise en évidence de la lamelle moyenne et des microfibrilles de cellulose	73
Figure 50 : Mesures automatiques des microfibrilles : a) Reconnaissance des extrema ; b) Frontières des microfibrilles de cellulose dans une fibre élémentaire	73
Figure 51 : Coupe lisse du composite - Variation des diamètres des fibres élémentaires	74
Figure 52 : Coupes histologiques de faisceaux de fibres: a) et b) x400 ; c) et d) x1000 - 500 px = 85 μm au grossissement x400 et 500 px = 34 μm au grossissement x1000	75
Figure 53 : Étude des sections des lumens des fibres élémentaires : a) Section des lumens en fonction des diamètres des fibres ; b) Section des lumens en fonction des diamètres des fibres, moyennes regroupées (Trait pointillé noir : régression puissance – Trait pointillé gris : régression linéaire) ; c) Porosité en fonction des diamètres apparents	76
Figure 54 : a) Montage expérimental, essai de traction sur fibre élémentaire ; b) Protocole d'essai de traction	78
Figure 55 : Diamètre d'une fibre de verre et diamètre d'une fibre de lin sur plusieurs points le long de la longueur de référence et diamètres moyens calculés	78
Figure 56 : Courbes typiques sur fibres de lin. Simple point d'inflexion et double points d'inflexion	79
Figure 57 : Mesure des pentes locales lors des essais de traction	80
Figure 58 : Courbes contrainte-déformation sur fibres élémentaires de lin : a) 0.0017 s ⁻¹ ; b) 0.017 s ⁻¹ ; c) 0.17 s ⁻¹	80
Figure 59 : Propriétés en traction et sensibilité à la vitesse de déformation : a) Module de traction ; b) Contrainte à rupture ; c) Déformation à rupture	82
Figure 60 : Faciès de rupture à différentes vitesses a) 0.0017 s ⁻¹ - Fibre 03 ; b) 0.017 s ⁻¹ - Fibre 01 ; c) Détail sur les microfibrilles de cellulose post-rupture d) 0.17 s ⁻¹ - Fibre 09	85
Figure 61 : a) Zooms successifs sur la structure interne d'une fibre élémentaire b), c) et d) Mise en évidence des microfibrilles liées par des liaisons hémicellulosiques et de polymères amorphes	86
Figure 62 : Résultats essais de traction fibre élémentaire à la vitesse 0.0017 s ⁻¹ – Courbe en J, augmentation de la pente locale	87
Figure 63 : Résultats essais de traction sur fibre élémentaire de lin : a) Module longitudinal final ; b) Module longitudinal final ; c) Contrainte à rupture ; d) Déformation à rupture	88
Figure 64 : Relation entre : a) La contrainte à rupture et le module de traction ; b) La déformation à rupture et le module de traction – Essais réalisés à 0.0017 s ⁻¹	90
Figure 65 : Contrainte à rupture en fonction du module de traction : a) 0.0017 s ⁻¹ ; b) 0.017 s ⁻¹ ; c) 0.17 s ⁻¹	91
Figure 66 : Comparaison des estimateurs de probabilité	93
Figure 67 : Probabilité de rupture cumulative différenciée pour les classes de diamètre à 0.0017 s ⁻¹	94
Figure 68 : Comparaison expérimentale et théorique sur la contrainte moyenne calculée par les équations de Weibull	95
Figure 69 : Probabilité de rupture cumulative différenciée pour les vitesses de déformation	96
Figure 70 : Dessin représentatif des microfibrilles de cellulose reliées par ma matrice hémicellulose et lignine	99
Figure 71 : Alignement des microfibrilles de cellulose le long d'une fibre élémentaire cylindrique	101
Figure 72 : Effet des facteurs sur la réponse module longitudinal final EZ fin	104
Figure 73 : Diagramme Pareto des effets normalisés : a) Réponse module longitudinal initial EZ ini θ ≠ 0° ; b) Réponse module longitudinal final EZ fin θ = 0°	105
Figure 74 : Graphique de contour - Effet des facteurs A et H sur le module longitudinal final EZ fin (Les autres facteurs sont au niveau 0)	106
Figure 75 : Effet des facteurs sur la réponse module transversal final EY fin	107
Figure 76 : Diagramme Pareto des effets normalisés : a) Réponse module transverse initial EY ini θ ≠ 0° ; b) Réponse module transverse final EY fin θ = 0°	108
Figure 77 : Graphique de contour - Effet des facteurs A et F sur le module transversal final EY fin (Les autres facteurs sont au niveau 0)	109
Figure 78 : Représentation schématique d'une microfibrille de cellulose a) Longueur infinie ; b) Succession de régions cristallines et amorphes	110

Figure 79 : Effet du rapport L/D sur le module longitudinal calculé (AMF = 0 °).....	110
Figure 80 : Pycnomètre 50 ml utilisé pour les mesures de masse volumique.....	114
Figure 81 : a) et b) Coupes histologiques colorées du composite ; c) Reconnaissance automatique de surface des fibres ; d) Reconnaissance des contours des fibres	117
Figure 82 : Coupe lisse au microtome à lame diamant des composites : a) [0] ₁₂ ; b) [0,90] _{3s}	117
Figure 83 : Étude du volume de fibres en fonction de la section élémentaire de référence : a) \circ : moyenne de tous les V_f mesurés ; b) \blacklozenge Différents V_f mesurés en fonction de la section considérée	118
Figure 84 : a) Section lisse d'un stratifié bi-directionnel ; b) Mise en évidence de la SER pour un pli et pour le stratifié	118
Figure 85 : Tomographie sur un échantillon de composite UD [0] ₁₂ : a) et b) Sections à deux positions différentes ; c) Mise en évidence des porosités ; Calcul de la porosité globale : $V_p = 3.91\%$	119
Figure 86 : Tomographie sur un échantillon de l'empilement [0,90] _{3s} : a) et b) Sections à deux positions différentes ; c) Mise en évidence des porosités ; Calcul de la porosité globale : $V_p = 0.06\%$	119
Figure 87 : Types de porosités observées : a) Dans la lamelle moyenne des fibres techniques, entre les fibres élémentaires ou lumen des fibres ; b) Porosités occasionnées par le procédé de fabrication (bulles d'air).	120
Figure 88 : a) Section du composite Lin/Elium – remplissage identifié d'un lumen d'une fibre par la résine Elium ; b) Observation microscopique sur composite Jute/Epoxy – remplissage des lumens par la résine Epoxy. Image de Cichocky et al. [126].....	121
Figure 89 : Montage Instron quasi-statique – Eprouvette rectangulaire selon la norme 527-4 équipée d'un extensomètre bidimensionnel	124
Figure 90 : Essais de traction en régime quasi-statique. Courbes nominales des stratifiés : a) [0] ₁₂ ; b) [0,90] _{3s}	125
Figure 91 : Essais de traction en régime quasi-statique. Courbes des stratifiés : a) [90] ₁₂ ; d) [+45,-45] _{3s} . En pointillé correspond la courbe contrainte-déformation vraie	125
Figure 92 : Courbes contrainte-déformation en quasi-statique des stratifiés [0] ₁₂ , [0,90] _{3s} , [90] ₁₂ et [+45,-45] _{3s} . La courbe contrainte-déformation correspondant au stratifié [+45,-45] _{3s} a été tronquée à 2.5 % de déformation pour éviter de dilater l'échelle de l'axe des abscisses.....	126
Figure 93 : Cycles charge/décharge sur l'empilement [0] ₁₂ en quasi-statique - Pente locale sur chaque cycle de charge/décharge normalisée par rapport au module apparent initial	128
Figure 94 : Cycles charge/décharge sur l'empilement [0] ₁₂ - Visualisation des pentes initiales servant au calcul des modules apparents des boucles d'hystérésis – Détails de 0 à 50 MPa et de 0 à 0.3 % de déformation	129
Figure 95 : Module d'Young suivant le cycle de charge/décharge : 0 (pente initiale) ; n (numéro du cycle charge/décharge) – Empilement [0] ₁₂ en quasi-statique.....	130
Figure 96 : Cycles charge/décharge en quasi-statique sur : a) l'empilement [0] ₁₂ ; b) l'empilement [0,90] _{3s} - Pente globale des cycles d'hystérésis sur chaque cycle de charge/décharge ; c) Endommagement associé de l'empilement [0] ₁₂ ; d) Endommagement associé de l'empilement [0,90] _{3s}	131
Figure 97 : Courbes contrainte-déformation en quasi-statique d'une fibre seule, de la résine seule et de l'empilement [0] ₁₂ . La courbe de la résine est issue de Monti [42].....	132
Figure 98 : Faciès de rupture des éprouvettes en régime quasi-statique : a) [90] ₁₂ ; b) [0] ₁₂ ; c) [+45,-45] _{3s}	132
Figure 99 : Eprouvette UD [0] ₁₂ post-rupture : a) Observation zone *, rupture nette des fibres en traction ; b) Observation zone **, fissuration matricielle (Figure 98).....	133
Figure 100 : Montage de compression pour régimes quasi-statique et intermédiaire à température ambiante	134
Figure 101 : Essais de compression sur éprouvettes cylindriques en régime quasi-statique : a) [0] ₄₀ ; b) [0,90] _{10s} ; c) [+45,-45] _{10s}	135
Figure 102 : Corrélations d'images sur des cycles de charge/décharge.....	136
Figure 103 : Essais charge/décharge en régime quasi-statique sur échantillons [0] ₄₀ , [0,90] _{10s} , [+45,-45] _{10s} . Visualisation de la rupture de l'éprouvette au maximum de la courbe sur l'échantillon [0,90] _{10s}	137
Figure 104 : Évolution du rapport entre le module apparent du cycle i et du module initial dans les empilements [0] ₄₀ , [0,90] _{10s} , [+45,-45] _{10s}	138
Figure 105 : i) Ruptures caractéristiques possibles de composites : (a) Micro flambement élastique (buckling) ; (b) Vrillage des fibres (kinking) ; (c) Broyage des fibres (crushing) ; (d) Formation de bandes de cisaillement (shear bands) ; (e) Fissuration matricielle (f) Délamination par flambage [216]–[218] . ii) Rupture des éprouvettes cylindriques Lin/Elium en compression.....	138
Figure 106 : Vitesses de déformation testées en traction placées sur la frise (Régimes quasi-statique, intermédiaire et dynamique). Vignettes dans l'ordre : Machine de compression universelle Instron (avec enceinte thermique) ; Barre d'Hopkinson maison	140
Figure 107 : Barre d'Hopkinson maison. Double pont complet de Wheastones.....	140
Figure 108 : Interface Barres/Échantillon sur le montage et représentation schématique.....	141
Figure 109 : Signaux typiques après un test de compression sur SHPB - Vitesse de déformation à 860 s ⁻¹ sur un échantillon cylindrique [0] ₄₀	143
Figure 110 : Essais de compression sur stratifié [0] ₄₀ - Vitesses de déformation testées : a) 0.008 s ⁻¹ ; b) 0.2 s ⁻¹ ; c) 2 s ⁻¹	144
Figure 111 : Comparaison de courbes contraintes déformation à différentes vitesses de déformation.....	146
Figure 112 : Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte maximale et le module de compression de l'empilement [0] ₄₀ (vitesses de déformation calculées : 0.008 s ⁻¹ , 0.2 s ⁻¹ , 2 s ⁻¹ , 497 s ⁻¹ , 949 s ⁻¹ , 1655 s ⁻¹ et 2318 s ⁻¹)	147

Figure 113 : Echantillons après les essais à différentes valeurs de vitesses de déformation. Délamination importante après la contrainte maximale	148
Figure 114 : Echantillons après rupture : a) $[0]_{40}$; b) $[0,90]_{10s}$. Mise en évidence de la rupture du composite par compaction, flambage des fibres et délamination	148
Figure 115 : Confrontation entre les équations de modélisation (traits pleins en légende) et les essais expérimentaux de compression (Zone de remplissage).....	151
Figure 116 : Effet de l'empilement en quasi-statique à 0.008 s^{-1} (noté QS) et en dynamique à 860 s^{-1} (noté SHPB – pour Split Hopkinson Pressure Bar).....	152
Figure 117 : Bilan des essais sur les stratifiés $[0]_{40}$, $[0,90]_{10s}$ et $[+45,-45]_{10s}$ en quasi-statique (0.008 s^{-1}) et dynamique (860 s^{-1}).....	153
Figure 118 : Vitesses de déformation testées en traction placées sur la frise (Régimes quasi-statique et intermédiaire). Vignettes dans l'ordre : Machine de traction universelle Inston ; machine de traction hydraulique ; Tour de chute	154
Figure 119 : Essais de traction sur stratifié $[0,90]_{3s}$. Traits pleins : Traction hydraulique à 6.7 s^{-1} ; Traits pointillés : Traction quasi-statique à 0.0002 s^{-1}	155
Figure 120 : Corrélation d'images sur l'éprouvette $[0,90]_{3s}$ peinte par un mouchetis et identification de la zone de rupture de l'éprouvette	156
Figure 121 : Essais de traction sur stratifié $[0,90]_{3s}$. Traits pleins : Traction tour de chute à 39 s^{-1} ; Trait pointillés : Traction quasi-statique à 0.0002 s^{-1}	157
Figure 122 : Energie de rupture pour chaque vitesse de déformation : 0.0002 s^{-1} , 6.7 s^{-1} et 39 s^{-1}	158
Figure 123 : a) Pli composite avec ses repères d'orientation : (x, y) repère de traction et (l, t) repère du pli composite ; b) Directions longitudinale (1) et transversales (2 et 3) du pli composite	159
Figure 124 : Essais de traction sur stratifié $[+22.5, -67.5]_{3s}$	164
Figure 125 : Comparaison module longitudinal - données expérimentales avec différents modèles d'homogénéisations a) Pleine échelle ; b) Détail local entre 34 % et 42 % de volume de fibres	171
Figure 126 : Comparaison module transversal - Données expérimentales avec différents modèles d'homogénéisations a) Pleine échelle ; b) Détail local entre 34 % et 42 % de volume de fibres	172
Figure 127 : Comparaison module de cisaillement - Données expérimentales avec différents modèles d'homogénéisations	173
Figure 128 : Comparaison des composites : a) Kénaf/Polyéthylène, $\beta = 0.4$ [190] ; b) Composite Lin/Elium testé	173
Figure 129 : Comparaison des facteurs correctifs β sur le module transverse	174
Figure 130 : Facteur de contiguïté : a) $C = 0$ (fibres sans contact) ; b) $0 < C < 1$; c) $C = 1$ (toutes les fibres au contact) [230]	174
Figure 131 : Coupes lisses du composite : a) Faisceau de fibres élémentaires dans la résine ; b) Fibres de lin isolées et faisceau de fibres au centre de la section dans la résine Elium	175
Figure 132 : Contiguïté variable des fibres dans le composite en fonction de la présence de faisceaux.....	176
Figure 133 : Diagrammes Pareto des effets normalisés : a) Module longitudinal du composite EL ; b) Module transverse du composite ET ; c) Module de cisaillement du composite GLT ; d) Coefficient de Poisson du composite ν_{LT}	178
Figure 134 : Effets des facteurs sur la réponse moyenne du module longitudinal EL	179
Figure 135 : Effets des facteurs sur la réponse moyenne du module transverse ET	179
Figure 136 : Graphique de contour - Module transverse du composite ET - Facteur N : Volume de fibres ; Facteur P : coefficient de contiguïté	180
Figure 137 : Graphique de contour - Module transverse du composite ET - Facteur N : Volume de fibres ; Facteur A : Composition en cellulose	180
Figure 138 : Représentation schématique de l'aile du drone. Mise en évidence de la corde moyenne	184
Figure 139 : Répartition des champs de pression ; Profil NACA NM32 (XFLR5) - Incidence 1°	184
Figure 140 : Soufflerie numérique STAR CCM ; Répartition de pression sur l'aile. Visualisation de la portance elliptique	185
Figure 141 : Condition aux limites sur la structure – Portance sur l'aile, gravité sur les pièces, encastrement et symétries	186
Figure 142 : Portance sur l'aile et déformation globale de la structure – facteur d'échelle de 2. Symétrie rajoutée de façon cosmétique.....	187
Figure 143 : Maillage et visualisation de la géométrie interne de l'aile avec la clé d'aile représentée et la poutre de queue à l'arrière-plan.....	188
Figure 144 : Stratifié composite : a) Peau intrados et extrados $[(+45,-45),(0,90),\text{Airex},(0,90)]$; b) Semelle sous le longeron $[(+45,-45),(0,90),0,0,0]$	189
Figure 145 : Étude de la masse théorique du drone suivant le type de structure	191
Figure 146 : Mise en évidence du critère de Hashin en compression. Visualisation de l'extrados de l'aile - Symétrie rajoutée de façon cosmétique.....	191
Figure 147 : Mise en évidence du critère de Hashin en tension. Visualisation de l'intrados de l'aile - Symétrie rajoutée de façon cosmétique.....	192
Figure 148 : Effet du facteur de charge sur la structure a) Facteur d'Hashin en compression (Extrados – emplanture) ; b) Facteur d'Hashin en traction (Intrados – emplanture). La ligne à la valeur 1 indique la limite ultime du critère de Hashin. Le trait en pointillé indique la limite avec le facteur de sécurité	193
Figure 149 : Connaissances techniques et scientifiques de différentes fibres naturelles [27].....	198

Figure 150 : Empreinte carbone des matériaux [CO ₂ /kg] en fonction de la consommation en eau des matériaux [l/kg]. Graphique réalisé sur CES EduPack [16]	199
Figure 151 : Résultats essais de compression de 20 à 80 °C à la vitesse de déformation de 0.008 s ⁻¹ : a) Module d'Young [0,90] _{10s} ; b) Contrainte maximale [0,90] _{10s}	219
Figure 152 : Effet de la température sur l'empilement [0] ₄₀ en dynamique : a) Module d'Young ; b) Contrainte maximale	219
Figure 153 : Interface du programme Matlab avec affichage des signaux de la barre d'Hopkinson	220
Figure 154 : Résultats de traitement : a) Affichage de la vitesse de déformation et de la déformation (vraie et nominale) ; b) Affichage de la courbe contrainte-déformation (vraie et nominale)	221
Figure 155 : Montage de flexion quasi-statique sur éprouvette rectangulaire.....	224
Figure 156 : Essais de flexion en régime quasi-statique sur les empilements : a) [0] ₁₂ ; b) Traits pleins : [0,90] _{3s} - Traits pointillés : [90,0] _{3s}	225
Figure 157 : Essais de flexion en régime quasi-statique sur les empilements : a) [+45,-45] _{3s} ; b) [90] ₁₂	225
Figure 158 : Essais de flexion sur toutes les orientations testées en régime quasi-statique	226

Liste des tableaux

Tableau 1 : Propriétés morphologiques et mécaniques de différentes fibres naturelles et synthétiques [3], [16], [17], [20], [29]-[34]	23
Tableau 2 : Résines utilisées dans l'industrie [16], [42], [43]	26
Tableau 3 : Propriétés mécaniques de résines thermoplastiques et thermodurcissables [16], [42], [43].....	29
Tableau 4 : Résines testées en dynamiques dans la littérature	32
Tableau 5 : Propriétés des fibres élémentaires et compositions en bio-molécules [17], [20], [95], [32], [33], [65], [90]-[94]. %C ; %HC ; %L ; %P, respectivement les proportions de cellulose, hémicellulose, lignine et pectine dans les fibres élémentaires	39
Tableau 6 : Références bibliographiques d'essais en quasi-statique sur différents composites renforcés de fibres de lin.....	60
Tableau 7 : Références bibliographiques d'essais en dynamique sur différents composites renforcés de fibres de lin	63
Tableau 8 : Mesures des diamètres apparents des microfibrilles pour quatre fibres élémentaires	74
Tableau 9 : Régressions des données expérimentales entre la surface du lumen et la surface de la fibre (Figure 53 c)	77
Tableau 10 : Résultats des propriétés mécaniques des essais de traction sur les fibres élémentaires à différentes vitesses de déformation. Valeurs moyennes et écarts-types entre parenthèses.....	81
Tableau 11 : Résultats des essais de traction classés par classes de diamètres. Valeurs moyennes et écarts-types entre parenthèses	88
Tableau 12 : Régressions des données expérimentales entre la contrainte à rupture et le module de traction (Figure 64 a)	90
Tableau 13 : Paramètres de Weibull en fonction de la classe de diamètre	93
Tableau 14 : Calculs des contraintes moyennes par les formules de Weibull	95
Tableau 15 : Calculs des contraintes moyennes par les formules de Weibull	96
Tableau 16 : Compositions minimales et maximales d'une fibre élémentaire de lin	98
Tableau 17 : Propriétés minimales et maximales des bio-molécules	98
Tableau 18 : Valeurs des facteurs de l'étude paramétrique de la fibre élémentaire	103
Tableau 19 : Valeurs des paramètres pour optimiser les réponses cibles	106
Tableau 20 : Bilan des porosités mesurées par différentes techniques	122
Tableau 21 : Essais réalisés à l'échelle du composite. Les essais de compression dynamique sont réalisés à quatre vitesses de déformation différentes.....	122
Tableau 22 : Résultats essais de traction sur les différents stratifiés.....	127
Tableau 23 : Résultats des essais de compression	136
Tableau 24 : Vitesses de déformation obtenues sur la barre d'Hopkinson.....	139
Tableau 25 : Paramètres du montage barre d'Hopkinson.....	140
Tableau 26 : Définition des termes utilisés dans la présentation des équations	142
Tableau 27 : Résultat des essais en compression à différentes vitesses de déformation	144
Tableau 28 : Coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation pour la contrainte maximale et le module de compression.....	145
Tableau 29 : Paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation sur la contrainte maximale	149
Tableau 30 : Paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation sur le module de compression	149

Tableau 31 : Erreur relative entre les valeurs expérimentales et celles issues de la relation constitutive à chaque vitesse de déformation	151
Tableau 32 : Propriétés mécaniques en traction en fonction de la vitesse de déformation. Valeurs moyennes et écarts-types entre parenthèses.....	157
Tableau 33 : Coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation pour la contrainte maximale et le module apparent de traction.....	158
Tableau 34 : Energie absorbée des éprouvettes en fonction des vitesses de déformation	158
Tableau 35 : Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs issues d'une simple homogénéisation ..	166
Tableau 36 : Comparaison expérimentale et homogénéisation du module transverse et longitudinal	168
Tableau 37 : Valeur des facteurs de l'étude paramétrique du composite.....	176
Tableau 38 : Valeur des facteur pour l'optimisation de la réponse	181
Tableau 39 : Caractéristiques du fluide considéré.....	185
Tableau 40 : Empilements utilisés dans les pièces de la structure	189
Tableau 41 : Ecart de la contrainte à rupture moyenne par rapport à la valeur de la contrainte à rupture à température ambiante	220
Tableau 42 : Résultats des essais de flexion sur les différents empilements	226
Tableau 43 : Propriétés des plis UD Lin/Elium et Verre/Epoxy [16], [241], [242].....	227
Tableau 44 : Propriétés des plis sergés 2x2 Lin/Elium et Verre/Epoxy [16], [243]	227

Bibliographie

- [1] N. Bahlouli, *Caractérisation et modélisation du comportement des polymères sur une large gamme de vitesse et de température : Application aux polymères recyclés et non recyclés*. 2009.
- [2] T. Fras, "Lecture 5: Dynamic testing," 2021.
- [3] D. Gay, *Composite Material Design and Applications*, no. 3. CRC Press, 2016.
- [4] C. Fendzi, "Contrôle Santé des Structures Composites : Application à la Surveillance des Nacelles Aéronautiques," 2015.
- [5] A. Ghobadi, "Common Type of Damages in Composites and Their Inspections," *World J. Mech.*, vol. 7, pp. 24–33, 2017, doi: 10.4236/wjm.2017.72003.
- [6] P. Hourçourigaray, C. Zamprogno, and Y. Dollo, "Nautisme et Composites Bio Sourced," 2012.
- [7] A. Marchandise, V. Keryvin, Y. Grohens, and P. Y. Méchin, "Influence du procédé de fabrication sur la méso-structure de composites Carbone / Epoxy : conséquences sur le comportement en flexion," 2019.
- [8] N. Putnam, G. Dickert, and C. Wagner, "On the design, construction, and testing of a fully-submerged canard hydrofoil system for a low-speed solar boat," *Int. Hydrofoil Soc.*, 2014.
- [9] G. Besana and S. R. Turnock, "Computational Methods for Hydrofoil Design - A composite analysis using panel code and RANS," 2015.
- [10] M. Nannini, "Global Solo Challenge." 2022.
- [11] A. Coraddu, L. Oneto, F. Baldi, and D. Anguita, "Vessels fuel consumption: A data analytics perspective to sustainability," 2018.
- [12] K. Ziane, "Analyse, Evaluation et Réduction des Risques d'un Parc Eolien," 2017.
- [13] G. Zafer, T. H. Raphael, and H. Prabhat, *Design and optimization of laminate composite materials*. 1999.
- [14] P. Prombut, "Caractérisation de la propagation de délaminage des stratifiés composites multidirectionnels," 2007.
- [15] R. M. Kozłowski and M. Mackiewicz-Talarczyk, *Handbook of natural fibres: Volume 2: Processing and applications*. 2020.
- [16] Granta Design Limited, "CES EduPack." 2015.
- [17] F. I. Mahir, K. N. Keya, B. Sarker, K. M. Nahiun, and R. A. Khan, "A brief review on natural fiber used as a replacement of synthetic fiber in polymer composites," *Mater. Eng. Res.*, vol. 1, no. 2, pp. 86–97, 2019, doi: 10.25082/mer.2019.02.007.
- [18] M. Jawaid and H. P. S. Abdul Khalil, "Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review," *Carbohydr. Polym.*, vol. 86, no. 1, pp. 1–18, 2011, doi: 10.1016/j.carbpol.2011.04.043.
- [19] O. Cisse, V. Placet, V. Guicheret-Retel, F. Trivaudey, and M. L. Boubakar, "Creep behaviour of single hemp fibres. Part I: viscoelastic properties and their scattering under constant climate," *J. Mater. Sci.*, vol. 50, no. 4, pp. 1996–2006, 2014, doi: 10.1007/s10853-014-8767-1.
- [20] O. Faruk, A. K. Bledzki, H. P. Fink, and M. Sain, "Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010," *Prog. Polym. Sci.*, vol. 37, pp. 1552–1596, 2012, doi: 10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003.
- [21] U. Mantau, F. Steierer, S. Hetsch, and K. Prins, "Wood resources availability and demands - implications of renewable energy policies," 2007.
- [22] J. Bausset, "Intégrez des produits biosourcés dans vos composites Focus sur les résines biosourcées," 2014.
- [23] C. Chabaud, "Les filières lin et chanvre au cœur des enjeux des matériaux biosourcés émergents," 2015.
- [24] R. M. Kozłowski and M. Mackiewicz-Talarczyk, *Handbook of natural fibres: Volume 1: Types, Properties and Factors Affecting Breeding and Cultivation*. 2020.
- [25] C. J. Gordon, *Handbook of Textile Fibres : Volume 1 – Natural fibres*. 1984.
- [26] FDR - Fibres Recherche Developpement, "Natural fibres and reinforcements," 2014.
- [27] Etablissement National des Produits de l'Agriculture et de la Mer, "Focus sur les filières lin textile et chanvre," 2018.
- [28] C. Goudenhoof, "Multi-scale characterization of flax stems and fibers: structure and mechanical performances," 2018.
- [29] M. C. Symington, W. M. Banks, O. D. West, and R. A. Pethrick, "Tensile testing of cellulose based natural fibers for structural composite applications," *J. Compos. Mater.*, pp. 1–26, 2008, doi: 10.1177/0021998308097740.
- [30] K. Charlet, "Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques," p. 184, 2008.
- [31] A. Komuriah, N. S. Kumar, and B. D. Prasad, "Chemical Composition of Natural Fibers and its Influence on their Mechanical Properties," *Mech. Compos. Mater.*, vol. 50, no. 3, pp. 359–376, 2014, doi: 10.1007/s11029-014-9422-2.
- [32] A. Ashori and Z. Bahreini, "Evaluation of Calotropis gigantea as a Promising Raw Material for Fiber-reinforced Composite," *J. Compos. Mater.*, vol. 43, 2009, doi: 10.1177/0021998309104526.
- [33] Z. Li, J. Ma, H. Ma, and X. Xu, "Properties and Applications of Basalt Fiber and Its Composites," in *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 2018, vol. 186, doi: 10.1088/1755-1315/186/2/012052.
- [34] J. A. Delicano, "A review on abaca fiber reinforced composites," *Compos. Interfaces*, 2018, doi: 10.1080/09276440.2018.1464856.

- [35] A. Bismarck *et al.*, "Surface Characterization of Flax, Hemp and Cellulose Fibers; Surface Properties and the Water Uptake Behavior," *Polym. Compos.*, vol. 23, no. 5, pp. 872–894, 2002.
- [36] S. V. Joshi, L. T. Drzal, A. K. Mohanty, and S. Arora, "Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, pp. 371–376, 2004, doi: 10.1016/j.compositesa.2003.09.016.
- [37] A. Le Duigou, P. Davies, and C. Baley, "Environmental impact analysis of the production of flax fibres to be used as composite material reinforcement," *J. Biobased Mater. Bioenergy*, vol. 5, no. 1, pp. 153–165, 2011.
- [38] C. Meirhaeghe, "Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France," 2011.
- [39] D. U. Shah, P. J. Schubel, and M. J. Clifford, "Can flax replace E-glass in structural composites? A small wind turbine blade case study," *Compos. Part B Eng.*, vol. 52, pp. 172–181, 2013, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.04.027.
- [40] S. Najeeb, M. S. Zafar, Z. Khurshid, and F. Siddiqui, "Applications of polyetheretherketone (PEEK) in oral implantology and prosthodontics," *J. Prosthodont. Res.*, 2015, doi: 10.1016/j.jpor.2015.10.001.
- [41] G. H. Melton, *Applied Plastics Engineering Handbook*. 2011.
- [42] A. Monti, "Élaboration Et Caractérisation Mécanique D'Une Structure Composite Sandwiché À Base De Constituants Naturels," 2017.
- [43] Arkema, "Elium @ XO 188 - Technical Datasheet."
- [44] Arkema, "Elium @ - Technical Datasheet."
- [45] A. Reza bagheri, C. Laforsch, A. Greiner, and S. Agarwal, "Fate of so-called biodegradable polymer in seawater and freshwater," *Glob. Challenges*, vol. 1, pp. 1–5, 2017.
- [46] D. Kumar, T. Rajmohan, and S. Venkatachalapathi, "Wear Behavior of PEEK Matrix Composites: A Review," *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 6, pp. 14583–14589, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2018.03.049.
- [47] A. Chilali, "Étude expérimentale et modélisation de la durabilité des biocomposites à fibres de lin," 2017.
- [48] A. Gilat, R. K. Goldberg, and G. D. Roberts, "Strain Rate Sensitivity of Epoxy Resin in Tensile and Shear Loading," *J. Aerosp. Eng.*, 2005, doi: 10.1061/(asce)0893-1321(2007)20:2(75).
- [49] C. R. Siviour and J. L. Jordan, "High Strain Rate Mechanics of Polymers: A Review," *J. Dyn. Behav. Mater.*, vol. 2, no. 1, pp. 15–32, 2016, doi: 10.1007/s40870-016-0052-8.
- [50] M. Nishida, M. Yamaguchi, M. Todo, T. Takayama, H.-Å. Häggblad, and P. Jonsén, "Evaluation of dynamic compressive properties of PLA polymer blends using split Hopkinson pressure bar," in *DYMAT conference*, 2009, pp. 909–915, doi: 10.1051/dymat/2009127.
- [51] M. Nishida, T. Tanaka, Y. Hayakawa, T. Ogura, Y. Ito, and M. Nishida, "Multi-scale instrumental analyses of plasticized polyhydroxyalkanoates (PHA) blended with polycaprolactone (PCL) and the effects of crosslinkers and graft copolymers," *RSC Adv.*, vol. 9, pp. 1551–1561, 2019, doi: 10.1039/C8RA10045D.
- [52] D. Notta-Cuvier *et al.*, "Design of toughened PLA based material for application in structures subjected to severe loading conditions. Part 1. Quasi-static and dynamic tensile tests at ambient temperature," *Polym. Test.*, pp. 233–243, 2016, doi: 10.1016/j.polymertesting.2016.07.020.
- [53] J. Jordan, J. Foley, and C. Siviour, "Mechanical properties of Epon 826/DEA epoxy," *Mech. Time-Dependent Mater.*, vol. 12, pp. 249–272, 2008.
- [54] S. Sassi, M. Tarfaoui, M. Nachtane, and H. Ben Yahia, "Strain rate effects on the dynamic compressive response and the failure behavior of polyester matrix," *Compos. Part B Eng.*, vol. 174, 2019, doi: 10.1016/j.compositesb.2019.107040.
- [55] N. Bahlouli, W. Kui, R. Matadi, F. Addiego, and A. Saïd, "Strain rate sensitivity of polypropylene based particulate composites," in *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, vol. 25, 2015, pp. 131–144.
- [56] C. Siviour, S. Walley, P. WG, and J. Field, "The high strain rate compressive behaviour of polycarbonate and polyvinylidene difluoride," *Polymer (Guildf.)*, vol. 46, 2005.
- [57] J. Jordan, C. Siviour, and B. Woodworth, "High strain rate tensile and compressive effects in glassy polymers," 2012.
- [58] W. Chen, F. Lu, and M. Cheng, "Tension and compression tests of two polymers under quasi-static and dynamic loading," *Polym. Test.*, vol. 21, no. 2, pp. 113–121, 2002, doi: 10.1016/S0142-9418(01)00055-1.
- [59] T. Pini, "Fracture behaviour of thermoplastic acrylic resins and their relevant unidirectional carbon fibre composites: rate and temperature effects," 2017.
- [60] H. O. Agu, A. Hameed, G. J. Appleby-Thomas, and D. C. Wood, "The Dynamic Response of Dense 3 Dimensionally Printed Polylactic Acid," *J. Dyn. Behav. Mater.*, 2019, doi: 10.1007/s40870-019-00198-8.
- [61] J. B. Kopp and J. Girardot, "Dynamic fracture in a semicrystalline biobased polymer: an analysis of the fracture surface," *Int. J. Fract.*, 2020, doi: 10.1007/s10704-020-00482-y.
- [62] A. Bajpai, J. R. Davidson, and C. Robert, "Studies on the Modification of Commercial Bisphenol-A-Based Epoxy Resin Using Different Multifunctional Epoxy Systems," *Appl. Mech.*, vol. 2, pp. 419–430, 2021, doi: 10.3390/applmech2020023.
- [63] P. J. Rae, E. N. Brown, and E. B. Orler, "The mechanical properties of poly(ether-ether-ketone) (PEEK) with emphasis on the large compressive strain response," *Polymer (Guildf.)*, vol. 48, pp. 598–615, Jan. 2007, doi: 10.1016/J.POLYMER.2006.11.032.
- [64] J. Thomason, L. Yang, and F. Gentles, "Characterisation of the anisotropic thermoelastic properties of natural fibres for composite reinforcement," *Fibers*, vol. 36, no. 5, pp. 1–12, 2017, doi: 10.3390/fib5040036.
- [65] C. Baley, C. Goudenhoft, M. Gibaud, and A. Bourmaud, "Flax stems: From a specific architecture to an instructive model for bioinspired composite structures," *Bioinspiration and Biomimetics*, vol. 13, no. 2, 2018,

- doi: 10.1088/1748-3190/aaa6b7.
- [66] J. Müssig and K. Haag, "The use of flax fibres as reinforcements in composites," *Biofiber Reinf. Compos. Mater.*, pp. 35–85, 2015, doi: 10.1533/9781782421276.1.35.
- [67] K. Charlet and A. Béakou, "Mechanical properties of interfaces within a flax bundle Part I: Experimental analysis," *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 31, pp. 875–881, 2011, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2011.08.008.
- [68] H. Yang, "Study of a unidirectional flax reinforcement for biobased composite," 2017.
- [69] C. Baley, F. Busnel, Y. Grohens, and O. Sire, "Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre-polyester resin," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, no. 10, pp. 1626–1637, 2006, doi: 10.1016/j.compositesa.2005.10.014.
- [70] W. J. M. Meijer, N. Vertregt, B. Rutgers, and M. van de Waart, "The pectin content as a measure of the retting and rettability of flax," *Ind. Crops Prod.*, vol. 4, no. 4, pp. 273–284, 1995, doi: 10.1016/0926-6690(95)00041-0.
- [71] A. Bourmaud, C. Morvan, and C. Baley, "Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber," *Ind. Crops Prod.*, vol. 32, pp. 662–667, 2010, doi: 10.1016/j.indcrop.2010.08.002.
- [72] Y. Li and K. L. Pickering, "Hemp fibre reinforced composites using chelator and enzyme treatments," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, no. 15–16, pp. 3293–3298, 2008, doi: 10.1016/j.compscitech.2008.08.022.
- [73] W. Woigk *et al.*, "Interface properties and their effect on the mechanical performance of flax fibre thermoplastic composites," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, 2019, doi: 10.1016/j.compositesa.2019.04.015.
- [74] P. Schilperoord, *Plantes cultivées en Suisse – Le lin*. 2018.
- [75] X. Yuan and G. Cheng, "From cellulose fibrils to single chains: Understanding cellulose dissolution in ionic liquids," *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2015, doi: 10.1039/c5cp05744b.
- [76] A. Normand, "Le bois de tension à l'échelle de la paroi cellulaire : méthodes et caractérisations mécaniques par nanoindentation par AFM et spectroscopie Raman," 2022.
- [77] M. N. Azman Mohammad Taib, T. S. Hamidon, Z. N. Garba, D. Trache, H. Uyama, and M. H. Hussin, "Recent progress in cellulose-based composites towards flame retardancy applications," *Polymer (Guildf.)*, vol. 244, Mar. 2022, doi: 10.1016/J.POLYMER.2022.124677.
- [78] T. Djalal, D. Ahmed Fouzi, Tarchoun, Mehdi, M. Oussama, H. M. Hazwan, and B. Wissam, "Cellulose Fibers and Nanocrystals: Preparation, Characterization, and Surface Modification," in *Functionalized Nanomaterials I*, 2020.
- [79] R. Quesada Cabrera, F. Meersman, P. F. McMillan, and V. Dmitriev, "Nanomechanical and structural properties of native cellulose under compressive stress," *Biomacromolecules*, vol. 12, no. 6, pp. 2178–2183, 2011, doi: 10.1021/bm200253h.
- [80] C. Baley, M. Gomina, J. Breard, A. Bourmaud, and P. Davies, "Variability of mechanical properties of flax fibres for composite reinforcement. A review," *Ind. Crops Prod.*, vol. 145, 2020, doi: 10.1016/j.indcrop.2019.111984.
- [81] K. Charlet, J.-P. Jernot, M. Gomina, C. Baley, L. Bizet, and J. Bréard, "Morphology and mechanical behavior of a natural composite: The flax fiber," 2007.
- [82] P. Nechita, R. Mirela, and F. Ciolacu, "Xylan hemicellulose: A renewable material with potential properties for food packaging applications," *Sustainability*, vol. 13, 2021, doi: 10.3390/su132413504.
- [83] J.-L. Wertz, "Les hémicelluloses: Note de synthèse," 2011.
- [84] W. J. Cousins, "Young's modulus of hemicellulose as related to moisture content," *Wood Sci. Technol.*, vol. 12, pp. 161–167, 1978, doi: 10.1007/BF00372862.
- [85] B. W. J. Cousins, "Elastic Modulus of Lignin as Related to Moisture Content," vol. 10, pp. 9–17, 1976.
- [86] L. Salmén, "Wood morphology and properties from molecular perspectives," *Ann. For. Sci.*, vol. 72, no. 6, pp. 679–684, 2015, doi: 10.1007/s13595-014-0403-3.
- [87] M. Molano Camargo, E. Adefrs Taye, J. A. Roether, D. Tilahun Redda, and A. R. Boccaccini, "A Review on Natural Fiber-Reinforced Geopolymer and Cement-Based Composites," *Materials (Basel.)*, vol. 13, 2020.
- [88] J. Acera Fernández *et al.*, "Role of flax cell wall components on the microstructure and transverse mechanical behaviour of flax fabrics reinforced epoxy biocomposites," *Ind. Crops Prod.*, vol. 85, pp. 93–108, 2016, doi: 10.1016/j.indcrop.2016.02.047.
- [89] E. Richely, A. Bourmaud, V. Placet, S. Guessasma, and J. Beaugrand, "A critical review of the ultrastructure, mechanics and modelling of flax fibres and their defects," *Prog. Mater. Sci.*, 2021, doi: 10.1016/j.pmatsci.2021.100851.
- [90] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman, "Flax fibre and its composites - A review," *Compos. Part B Eng.*, vol. 56, pp. 296–317, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.08.014.
- [91] D. Puglia, J. Biagiotti, and J. M. Kenny, "A Review on Natural Fibre- Based Composites — Part II," *J. Nat. Fibers*, vol. 1, no. 3, pp. 23–65, 2005, doi: 10.1300/J395v01n03.
- [92] J. I. Fajardo, L. E. Valarezo, L. M. López, and A. P. Sarmiento, "Experiences in obtaining polymeric composites reinforced with natural fiber from Ecuador," *Ingenius*, vol. 9, pp. 28–35, 2013, doi: 10.17163/ings.n9.2013.04.
- [93] B. Coetzee, H. A. Schols, and F. Wolfaardt, "Determination of pectin content of eucalyptus wood," *Holzforschung*, vol. 65, no. 3, pp. 327–331, 2011, doi: 10.1515/HF.2011.054.
- [94] A. Ragauskas, "Chemical overview of wood," *The University of Tennessee, Knoxville - Engineering and Chemical and Biomechanical*.
- [95] L. P. Ramos, F. Wypych, and K. G. Satyanarayana, "Chapter 18 : Comparative Study of Brazilian Natural Fibers and Their Composites with others," in *Handbook of Engineering Biopolymers*, 2007, pp. 473–522.
- [96] M. S. Cintrón, G. P. Johnson, and A. D. French, "Young's modulus calculations for cellulose I β by MM3 and

- quantum mechanics," *Cellulose*, vol. 18, pp. 505–516, 2011, doi: 10.1007/s10570-011-9507-1.
- [97] L. Salmén and A. De Ruvo, "A model for the prediction of fiber elasticity," *Wood Fiber Sci.*, vol. 17, no. 3, pp. 336–350, 1985.
- [98] K. Tashiro and M. Kobayashi, "Theoretical evaluation of three-dimensional elastic constants of native and regenerated celluloses: role of hydrogen bonds," *Polymer (Guildf.)*, vol. 32, no. 8, pp. 1515–1526, 1991, doi: 10.1016/0032-3861(91)90435-L.
- [99] Z. M. Ali and L. J. Gibson, "The structure and mechanics of nanofibrillar cellulose foams," *Soft Matter*, vol. 9, pp. 1580–1588, 2013, doi: 10.1039/c2sm27197d.
- [100] I. Siró and D. Plackett, "Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: A review," *Cellulose*, vol. 17, pp. 459–494, 2010, doi: 10.1007/s10570-010-9405-y.
- [101] E. T. Englund and L. Salmén, "Tensile creep and recovery of Norway spruce influenced by temperature and moisture," *Holzforsch. Int. J. Biol. Chem. Physics, Technol. of Wood*, vol. 66, pp. 959–965, 2012, doi: 10.1515/hf-2011-0172.
- [102] K. Persson, "Micromechanical modelling of wood and fibre properties," 2000.
- [103] H. L. Bos and A. M. Donald, "In situ ESEM study of the deformation of elementary flax fibres," *J. Mater. Sci.*, vol. 34, no. 13, pp. 3029–3034, 1999, doi: 10.1023/A:1004650126890.
- [104] C. Baley, "Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase," *Compos. - Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, pp. 939–948, 2002, doi: 10.1016/S1359-835X(02)00040-4.
- [105] P. Lai, X. Zhi, S. Shen, Z. Wang, and P. Yu, "Strength and damping properties of cementitious composites incorporating original and alkali treated flax fibers," *Appl. Sci.*, vol. 9, 2019, doi: 10.3390/app9102002.
- [106] K. Amel and M. Bouchiba, "Effet des techniques d'extraction des fibres végétales sur leurs caractéristiques physiques chimiques et mécaniques," 2019.
- [107] C. Wang, N. Wang, S. Liu, L. P. Choo-Simth, H. Zhang, and Z. Zhi, "Investigation of Microfibril Angle of Flax Fibers Using X-Ray Diffraction and Scanning Electron Microscopy," *J. Nat. Fibers*, vol. 17, no. 7, 2018, doi: 10.1080/15440478.2018.1546639.
- [108] A. Melelli, F. Jamme, D. Legland, J. Beaugrand, and A. Bourmaud, "Microfibril angle of elementary flax fibres investigated with polarised second harmonic generation microscopy," *Ind. Crops Prod.*, vol. 156, 2020, doi: 10.1016/j.indcrop.2020.112847.
- [109] C. Gourier, A. Le Duigou, A. Bourmaud, and C. Baley, "Mechanical analysis of elementary flax fibre tensile properties after different thermal cycles," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 64, pp. 159–166, 2014, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.05.006.
- [110] K. Charlet, S. Eve, J. P. Jernot, M. Gomina, and J. Bréard, "Tensile deformation of a flax fiber," *Procedia Eng.*, vol. 1, pp. 233–236, 2009, doi: 10.1016/j.proeng.2009.06.055.
- [111] A. Mastro, F. Trivaudey, V. Guichet, V. Placet, and L. Boubakar, "Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres: a numerical investigation of the relationships between 3D geometry and tensile behaviour," *J. Mater. Sci.*, vol. 52, no. 11, pp. 6591–6610, 2017, doi: 10.1007/s10853-017-0896-x.
- [112] B. Duchemin, A. Thuault, A. Vicente, B. Rigaud, C. Fernandez, and S. Eve, "Ultrastructure of cellulose crystallites in flax textile fibres," *Cellulose*, vol. 19, no. 6, pp. 1837–1854, 2012, doi: 10.1007/s10570-012-9786-1.
- [113] R.-A. Nastase, "Préparations de nanocelluloses aux propriétés interfaciales innovantes fonctionnalisées par traitement plasma non thermique à pression atmosphérique," 2019.
- [114] G. Chinga-Carrasco, "Cellulose fibres, nanofibrils and microfibrils: The morphological sequence of MFC components from a plant physiology and fibre technology point of view," *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 6, no. 417, 2011, doi: 10.1186/1556-276X-6-417.
- [115] K. C. C. De Carvalho, S. R. Montoro, M. O. H. Cioffi, and H. J. C. Voorwald, "Chapter 13: Polyhydroxyalkanoates and Their Nanobiocomposites With Cellulose Nanocrystals," in *Design and Applications of Nanostructured Polymer Blends and Nanocomposite Systems*, Elsevier Inc., 2016, pp. 261–285.
- [116] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, and J. Bréard, "Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, pp. 1912–1921, 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2007.03.006.
- [117] I. M. De Rosa, J. M. Kenny, D. Puglia, C. Santulli, and F. Sarasini, "Tensile behavior of New Zealand flax (*Phormium tenax*) fibers," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 29, no. 23, pp. 3450–3454, 2010, doi: 10.1177/0731684410372264.
- [118] K. J. Martinschitz, P. Boesecke, C. J. Garvey, W. Gindl, and J. Keckes, "Changes in microfibril angle in cyclically deformed dry coir fibers studied by in-situ synchrotron X-ray diffraction," *J. Mater. Sci.*, vol. 43, pp. 350–356, 2008, doi: 10.1007/s10853-006-1237-7.
- [119] V. Placet, O. Cissé, and M. L. Boubakar, "Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part I: Investigation of the possible origins using repeated progressive loading with in situ microscopic observations," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 56, pp. 319–327, 2014, doi: 10.1016/j.compositesa.2012.11.019.
- [120] M. Sedighi Gilani, "A Micromechanical Approach To the Behaviour of Single Wood Fibers and Wood Fracture At Cellular Level," 2006.
- [121] D. H. Page and F. El-Hosseiny, "Mechanical properties of single wood pulp fibres. VI. Fibril angle and the shape of the stress-strain curve," *Pulp Pap. Canada*, vol. 84, no. 9, 1983.
- [122] A. J. Norton *et al.*, "Determining the physical properties of flax fibre for industrial applications: The influence of agronomic practice," *Ann. Appl. Biol.*, vol. 149, pp. 15–25, Aug. 2006, doi: 10.1111/j.1744-7348.2006.00066.x.

- [123] J. W. S. Hearle, "The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 7, pp. 1207–1223, 1963, doi: 10.1002/app.1963.070070403.
- [124] D. Mounier, C. Poilane, C. Bucher, and P. Picart, "Evaluation of transverse elastic properties of fibers used in composite materials by laser resonant ultrasound spectroscopy," in *Proceedings of the Acoustics - Nantes Conference*, 2012, pp. 1247–1250.
- [125] P. K. Gotsis, C. C. Chamis, K. David, and F. Abdi, "Progressive fracture of laminated composite stiffened plate," *Theor. Appl. Fract. Mech.*, vol. 51, pp. 144–147, 2009, doi: 10.1016/j.tafmec.2009.04.008.
- [126] F. R. Cichocki Jr. and J. L. Thomason, "Thermoelastic anisotropy of a natural fiber," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 62, pp. 669–678, 2002, doi: 10.1016/S0266-3538(02)00011-8.
- [127] A. Bergander and L. Salmén, "Cell wall properties and their effects on the mechanical properties of fibers," *J. Mater. Sci.*, vol. 37, pp. 151–156, 2002, doi: 10.1023/A:1013115925679.
- [128] C. Baley, Y. Perrot, F. Busnel, H. Guezenoc, and P. Davies, "Transverse tensile behaviour of unidirectional plies reinforced with flax fibres," *Mater. Lett.*, vol. 60, no. 24, pp. 2984–2987, 2006, doi: 10.1016/j.matlet.2006.02.028.
- [129] S. Kawabata, "Measurement of the transverse mechanical properties of high-performance fibres," *J. Text. Inst.*, vol. 81, no. 4, pp. 432–447, 1990, doi: 10.1080/00405009008658721.
- [130] A. G. Kulkarni, K. G. Satyanarayana, P. K. Rohatgi, and K. Vijayan, "Mechanical properties of banana fibers (*Musa sepientum*)," *J. Mater. Sci.*, vol. 18, pp. 2290–2296, 1983.
- [131] S. Chokshi, P. Gohil, A. Lalakiya, P. Patel, and A. Parmar, "Tensile strength prediction of natural fiber and natural fiber yarn: Strain rate variation upshot," *Mater. Today Proc.*, vol. 27, pp. 1218–1223, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.02.142.
- [132] S. Ahmed and C. A. Ulven, "Dynamic in-situ observation on the failure mechanism of flax fiber through scanning electron microscopy," *Fibers*, vol. 6, no. 17, 2018, doi: 10.3390/FIB6010017.
- [133] S. Ahmed, "Mechanical and surface properties of technical and single flax fiber in micro and nano scale," 2017.
- [134] Y. Arao, N. Taniguchi, T. Nishiwaki, N. Hirayama, and H. Kawada, "Strain-rate dependence of the tensile strength of glass fibers," *J. Mater. Sci.*, vol. 47, pp. 4895–4903, 2012, doi: 10.1007/s10853-012-6360-z.
- [135] Y. Wang and Y. Xia, "The effects of strain rate on the mechanical behaviour of kevlar fibre bundles: An experimental and theoretical study," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 29, pp. 1411–1415, 1998, doi: 10.1016/S1359-835X(98)00038-4.
- [136] H. L. Bos, M. J. A. Van Den Oever, and O. C. J. J. Peters, "Tensile and compressive properties of flax fibres for natural fibre reinforced composites," *J. Mater. Sci.*, vol. 37, pp. 1683–1692, 2002, doi: 10.1023/A:1014925621252.
- [137] T. Peijs, R. J. M. Van Vught, and L. E. Govaert, "Mechanical properties of poly(vinyl alcohol) fibres and composites," *Composites*, vol. 26, pp. 83–90, 1995, doi: 10.1016/0010-4361(95)90407-Q.
- [138] H. L. Bos, *The potential of flax fibers as reinforcement for composite materials*. 2004.
- [139] G. Romhány, J. Karger-Kocsis, and T. Czígány, "Tensile Fracture and Failure Behavior of Technical Flax Fibers," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 90, pp. 3638–3645, 2003, doi: 10.1002/app.13110.
- [140] V. Placet, "Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, 2009, doi: 10.1016/j.compositesa.2009.04.031.
- [141] J. Andersons, E. Sparniš, R. Joffe, and L. Wallström, "Strength distribution of elementary flax fibres," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, pp. 693–702, 2005, doi: 10.1016/j.compscitech.2004.10.001.
- [142] E. Trujillo, M. Moesen, L. Osorio, A. W. Van Vuure, J. Ivens, and I. Verpoest, "Weibull statistics of bamboo fibre bundles: Methodology for tensile testing of natural fibres," 2012.
- [143] N. E. Zafeiropoulos and C. A. Baillie, "A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part II. Application of Weibull statistics," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, pp. 629–638, 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2006.02.005.
- [144] F. Wang and J. Shao, "Modified Weibull distribution for analyzing the tensile strength of bamboo fibers," *Polymers (Basel)*, vol. 6, pp. 3005–3018, 2014, doi: 10.3390/polym6123005.
- [145] P. Kerfriden, "Stratégie de décomposition de domaine à trois échelles pour la simulation du délaminage dans les stratifiés," 2008.
- [146] G. Coroller *et al.*, "Effect of flax fibres individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 51, pp. 62–70, 2013, doi: 10.1016/j.compositesa.2013.03.018.
- [147] A. Bourmaud, J. Beaugrand, D. U. Shah, V. Placet, and C. Baley, "Towards the design of high-performance plant fibre composites: How can we best define the diversity and specificities of plant cell walls?," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 97, pp. 347–408, 2018, doi: 10.1016/j.pmatsci.2018.05.005.
- [148] S. Liang, P.-B. Gning, and L. Guillaumat, "Quasi-static behaviour and damage assessment of flax/epoxy composites," *Mater. Des.*, vol. 67, pp. 344–353, 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2014.11.048.
- [149] S. Liang, P.-B. Gning, and L. Guillaumat, "A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 72, pp. 535–543, 2012, doi: 10.1016/j.compscitech.2012.01.011.
- [150] C. Poilâne, Z. E. Cherif, F. Richard, A. Vivet, B. Ben Doudou, and J. Chen, "Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material," *Compos. Struct.*, vol. 112, pp. 100–112, 2014, doi: 10.1016/j.compstruct.2014.01.043.
- [151] A. Chilali, W. Zouari, M. Assarar, H. Kebir, and R. Ayad, "Analysis of the mechanical behaviour of flax and glass

- fabrics-reinforced thermoplastic and thermoset resins," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 35, no. 16, pp. 1217–1232, 2016, doi: 10.1177/0731684416645203.
- [152] A. Monti, A. El Mahi, Z. Jendli, and L. Guillaumat, "Mechanical behaviour and damage mechanisms analysis of a flax-fibre reinforced composite by acoustic emission," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 90, pp. 100–110, 2016, doi: 10.1016/j.compositesa.2016.07.002.
- [153] K. Oksman, "High Quality Flax Fibre Composites Manufactured by the Resin Transfer Moulding Process," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 20, no. 7, pp. 621–627, 2001, doi: 10.1177/073168401772678634.
- [154] C. Poilâne, A. Vivet, L. Momayez, B. Ben Doudou, H. M'Yachi, and J. Chen, "Propriétés mécaniques de préimprégnés lin/époxyde," 2009.
- [155] Y. Saadati, G. Lebrun, J.-F. Chatelain, and Y. Beauchamp, "Experimental investigation of failure mechanisms and evaluation of physical mechanical properties of unidirectional flax epoxy composites," *J. Compos. Mater.*, pp. 1–21, 2020.
- [156] L. Guillaumat, S. Terekhina, I. Derbali, A. Monti, A. El Mahi, and Z. Jendli, "Flax Fibers Reinforced Thermoplastic Resin Based Biocomposites, a Future for Sustainable Composite Parts," *ICCOEE - Int. Conf. Civil, Offshore Environ. Eng.*, 2018, doi: 10.1051/mateconf/201820306019.
- [157] D. U. Shah, P. J. Schubel, P. Licence, and M. J. Clifford, "Determining the minimum, critical and maximum fibre content for twisted yarn reinforced plant fibre composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 72, no. 15, pp. 1909–1917, 2012, doi: 10.1016/j.compscitech.2012.08.005.
- [158] B. Madsen, P. Hoffmeyer, and H. Lilholt, "Hemp yarn reinforced composites - II. Tensile properties," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, no. 10, pp. 2204–2215, 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2007.06.002.
- [159] S. Darshil U. and C. Mike J., *Chapter 4: Compaction, permeability and flow simulation for liquid composite moulding of natural fibre composites*. 2015.
- [160] M. N. Padamwar and A. P. Pawar, "Silk sericin and its applications: A review," *J. Sci. Ind. Res. (India)*, vol. 63, no. 4, pp. 323–329, 2004.
- [161] D. Hu, L. Dang, C. Zhang, and Z. Zhang, "Mechanical behaviors of flax fiber-reinforced composites at different strain rates and rate-dependent constitutive model," *Materials (Basel)*, vol. 12, 2019, doi: 10.3390/ma12060854.
- [162] E. D. H. Davies and S. C. Hunter, "the Dynamic Compression Testing of Solids by the Method of the Split Hopkinson Pressure Bar," *J. Mech. physic solids*, vol. 11, pp. 155–179, 1963.
- [163] G. Gary, "Testing With Bars From Dynamic to Quasi-static," *CISM - Const. Relations Mater. under Impact Loadings Exp. Theor. Numer. Asp.*, vol. 552, pp. 1–59, 2013, doi: 10.1007/978-3-7091-1768-2_1.
- [164] M. Pankow, C. Attard, and A. M. Waas, "Specimen size and shape effect in split Hopkinson pressure bar testing," *J. Strain Anal. Eng. Des.*, vol. 44, no. 8, pp. 689–698, 2009, doi: 10.1243/03093247JSA538.
- [165] W. Z. Zhong, A. Rusinek, T. Jankowiak, F. Abed, R. Bernier, and G. Sutter, "Influence of interfacial friction and specimen configuration in Split Hopkinson Pressure Bar system," *Tribol. Int.*, vol. 90, pp. 1–14, 2015, doi: 10.1016/j.triboint.2015.04.002.
- [166] S. Liang, P.-B. Gning, and L. Guillaumat, "Properties evolution of flax/epoxy composites under fatigue loading," *Int. J. Fatigue*, vol. 63, pp. 36–45, 2014, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2014.01.003.
- [167] C. Baley, C. Goudenhoft, P. Perré, P. Lu, F. Pierre, and A. Bourmaud, "Compressive strength of flax fibre bundles within the stem and comparison with unidirectional flax/epoxy composites," *Ind. Crops Prod.*, vol. 130, pp. 25–33, 2019, doi: 10.1016/j.indcrop.2018.12.059.
- [168] J. Hu, S. Yin, and J. Xu, "Compression behavior and energy absorption capacity of woven flax-epoxy composite under various stain rates," *DYMAT Conf.*, vol. 183, 2018, doi: 10.1051/epjconf/201818302062.
- [169] W. Wang, X. Zhang, N. Chouw, Z. Li, and Y. Shi, "Strain rate effect on the dynamic tensile behaviour of flax fibre reinforced polymer," *Compos. Struct.*, vol. 200, pp. 135–143, 2018, doi: 10.1016/j.compstruct.2018.05.109.
- [170] S. Z. Hussain Shah *et al.*, "Performance comparison of resin-infused thermoplastic and thermoset 3D fabric composites under impact loading," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 189, no. 5, 2020, doi: 10.1016/j.ijmecsci.2020.105984.
- [171] S. Z. Hussain Shah *et al.*, "Compression and buckling after impact response of resin-infused thermoplastic and thermoset 3D woven composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 207, no. 12, 2021, doi: 10.1016/j.compositesb.2020.108592.
- [172] S. Chokshi and P. Gohil, "Effect of strain rate on tensile strength of natural fiber reinforced polyester composites," *Int. J. Mech. Eng. Technol.*, vol. 9, no. 10, pp. 861–869, 2018.
- [173] A. Rubio-López, T. Hoang, and C. Santiuste, "Constitutive model to predict the viscoplastic behaviour of natural fibres based composites," *Compos. Struct.*, vol. 155, pp. 8–18, 2016, doi: 10.1016/j.compstruct.2016.08.001.
- [174] C. Santulli, "Falling weight impact damage characterisation on flax/epoxy laminates," *Int. J. Mater. Prod. Technol.*, vol. 36, 2009, doi: 10.1504/ijmpt.2009.027833.
- [175] M. Ravandi, W. S. Teo, L. Q. N. Tran, M. S. Yong, and T. E. Tay, "Low velocity impact performance of stitched flax/epoxy composite laminates," *Compos. Part B Eng.*, vol. 117, pp. 89–100, 2017, doi: 10.1016/j.compositesb.2017.02.003.
- [176] F. Amenini, J. Brocaïl, M. Chauvin, and S. Thuillier, "Dynamical properties of flax fibre reinforced PA11 over a large frequency range," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 171, pp. 234–243, 2019, doi: 10.1016/j.compscitech.2018.12.026.
- [177] E. López-Alba, S. Schmeer, and F. Díaz, "Energy absorption capacity in natural fiber reinforcement composites structures," *Materials (Basel)*, vol. 11, 2018, doi: 10.3390/ma11030418.
- [178] K. R. Ramakrishnan, S. Corn, N. Le Moigne, and P. Slangen, "Low velocity impact damage assessment in natural

- fibre biocomposites," 2017.
- [179] C. Fragassa, A. Pavlovic, and C. Santulli, "Mechanical and impact characterisation of flax and basalt fibre vinylester composites and their hybrids," *Compos. Part B Eng.*, vol. 137, pp. 247–259, 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2017.01.004.
- [180] C. Qin, N. Soykeabkaew, N. Xiuyuan, and T. Peijs, "The effect of fibre volume fraction and mercerization on the properties of all-cellulose composites," *Carbohydr. Polym.*, vol. 71, pp. 458–467, 2008, doi: 10.1016/j.carbpol.2007.06.019.
- [181] Z. E. Cherif, C. Poilâne, A. Vivet, B. Ben Doudou, and J. Chen, "About optimal architecture of plant fibre textile composite for mechanical and sorption properties," *Compos. Struct.*, vol. 140, pp. 240–251, 2016, doi: 10.1016/j.compstruct.2015.12.030.
- [182] B. Madsen and H. Lilholt, "Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites-an evaluation of the influence of porosity," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, pp. 1265–1272, 2003, doi: 10.1016/S0266-3538(03)00097-6.
- [183] B. Madsen, *Properties of Plant Fibre Yarn Polymer Composites: An Experimental Study*. 2004.
- [184] A. Thygesen, *Properties of hemp fibre polymer composites - An optimisation of fibre properties using novel defibration methods and fibre characterisation*, vol. 11. Risø National Laboratory, 2006.
- [185] F. X. Espinach, F. Julián, M. Alcalá, J. Tresserras, and P. Mutjé, "High stiffness performance alpha-grass pulp fiber reinforced thermoplastic starch-based fully biodegradable composites," *BioResources*, vol. 9, no. 1, pp. 738–755, 2013, doi: 10.15376/biores.9.1.738-755.
- [186] K. Jagath Narayana and R. G. Burela, "Multi-scale modeling and simulation of natural fiber reinforced composites (Bio-composites)," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1240, 2019, doi: 10.1088/1742-6596/1240/1/012103.
- [187] B. Samir, M. Belkacem, and G. Brahim, "Numerical modeling of the effects of fiber packing and reinforcement volume ratio on the transverse elasticity modulus of a unidirectional composite material glass/epoxy," *J. Compos. Adv. Mater.*, vol. 30, no. 5–6, pp. 203–210, 2020, doi: 10.18280/rcma.305-602.
- [188] P. Vannucci, "Cours : Matériaux composites structuraux - Méthodes d'analyse et de conception," 2007.
- [189] J. P. López, J. A. Méndez, N. E. El Mansouri, P. Mutjé, and F. Vilaseca, "Mean intrinsic tensile properties of stone groundwood fibers from softwood," *BioResources*, vol. 6, no. 4, pp. 5037–5049, 2011.
- [190] F. Vilaseca, A. Valadez-Gonzalez, P. J. Herrera-Franco, M. À. Pèlach, J. P. López, and P. Mutjé, "Biocomposites from abaca strands and polypropylene. Part I: Evaluation of the tensile properties," *Bioresour. Technol.*, vol. 101, no. 1, pp. 387–395, 2010, doi: 10.1016/j.biortech.2009.07.066.
- [191] G. Kalaprasad, K. Joseph, S. Thomas, and C. Pavithran, "Theoretical modelling of tensile properties of short sisal fibre-reinforced low-density polyethylene composites," *J. Mater. Sci.*, vol. 32, no. 16, pp. 4261–4267, 1997, doi: 10.1023/A:1018651218515.
- [192] J. P. López, P. Mutjé, M. Angels Pèlach, N. E. El Mansouri, S. Boufi, and F. Vilaseca, "Analysis of the tensile modulus of polypropylene composites reinforced with stone groundwood fibers," *BioResources*, vol. 7, no. 1, pp. 1310–1323, 2012.
- [193] Z. Boufaïda, J. Boisse, S. André, and L. Farge, "A Mechanical Study of a Glass Fabric-Thermoplastic Resin Composite: 3D-DIC and X-ray tomographic observations explained by numerical simulations based on a spectral solver," 2016.
- [194] E. Spärniņš, "Mechanical Properties of Flax Fibers and Their Composites," 2009.
- [195] M. F. Omar, H. Md Akil, Z. A. Ahmad, A. A. M. Mazuki, and T. Yokoyama, "Dynamic properties of pultruded natural fibre reinforced composites using Split Hopkinson Pressure Bar technique," *Mater. Des.*, vol. 31, no. 9, pp. 4209–4218, 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2010.04.036.
- [196] K. Nakai and T. Yokoyama, "Strain Rate Dependence of Compressive Stress-Strain Loops of Several Polymers," *J. Solid Mech. Mater. Eng.*, vol. 2, no. 4, pp. 557–566, 2008, doi: 10.1299/jmmp.2.557.
- [197] S. M. Walley and J. E. Field, "Strain Rate Sensitivity of Polymers in Compression from Low to High Rates," *DYMAT J.*, vol. 1, no. 3, pp. 211–227, 1994.
- [198] D. U. Shah, "Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: A critical review," *J. Mater. Sci.*, vol. 48, no. 18, pp. 6083–6107, 2013, doi: 10.1007/s10853-013-7458-7.
- [199] S. Amroune, A. Belaadi, M. Bourchak, A. Makhlof, and H. Satha, "Statistical and Experimental Analysis of the Mechanical Properties of Flax Fibers," *J. Nat. Fibers*, vol. 19, no. 3, 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1775751.
- [200] C. Baley and A. Bourmaud, "Average tensile properties of French elementary flax fibers," *Mater. Lett.*, vol. 122, pp. 159–161, 2014, doi: 10.1016/j.matlet.2014.02.030.
- [201] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bourchak, F. Scarpa, and C. Zhu, "Thermochemical and statistical mechanical properties of natural sisal fibres," *Compos. Part B Eng.*, vol. 67, pp. 481–489, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2014.07.029.
- [202] K. Trustrum and A. de S. Jayatilaka, "On estimating the Weibull modulus for a brittle material," *J. Mater. Sci.*, vol. 14, pp. 1080–1084, 1979.
- [203] E. T. Engelund and S. Svensson, "Predicting the reorientation of microfibrils in plant fibres under tensile strain," *Wood - Water Interact. Link. Mol. Lev. Mech. with Macrosc. Perform.*, 2011.
- [204] M. Rajinipriya, M. Nagalakshmaiah, M. Robert, and S. Elkoun, "Importance of Agricultural and Industrial Waste in the Field of Nanocellulose and Recent Industrial Developments of Wood Based Nanocellulose: A Review," *ACS Sustain. Chem. Eng.*, vol. 6, no. 3, pp. 2807–2828, 2018, doi: 10.1021/acssuschemeng.7b03437.
- [205] T. Cadu *et al.*, "What are the key parameters to produce a high-grade bio-based composite? Application to

- flax/epoxy UD laminates produced by thermocompression," *Compos. Part B Eng.*, vol. 150, pp. 36–46, 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.04.059.
- [206] A. Del Mastro, F. Trivaudey, V. Guicheret-Retel, V. Placet, and L. Boubakar, "Investigation of the possible origins of the differences in mechanical properties of hemp and flax fibres: A numerical study based on sensitivity analysis," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 124, Sep. 2019, doi: 10.1016/j.compositesa.2019.105488.
- [207] P. Xu, L. A. Donaldson, Z. R. Gergely, and L. A. Staehelin, "Dual-axis electron tomography: A new approach for investigating the spatial organization of wood cellulose microfibrils," *Wood Sci. Technol.*, vol. 41, pp. 101–116, 2007, doi: 10.1007/s00226-006-0088-3.
- [208] S. Mannan, J. P. Knox, and S. Basu, "Correlations between axial stiffness and microstructure of a species of bamboo," *R. Soc. Open Sci.*, vol. 4, 2017, doi: 10.1098/rsos.160412.
- [209] A. Bergander and S. Lennart, "The transverse elastic modulus of the native wood fibre wall," *J. Pulp Pap. Sci.*, vol. 26, no. 6, pp. 234–238, 2000.
- [210] K. Albrecht, T. Osswald, E. Baur, T. Meier, S. Wartzack, and J. Müssig, "Fibre length reduction in natural fibre-reinforced polymers during compounding and injection moulding - Experiments versus numerical prediction of fibre breakage," *J. Compos. Sci.*, vol. 2, no. 20, 2018, doi: 10.3390/jcs2020020.
- [211] K. Van Rijswijk and H. E. N. Bersee, "Reactive processing of textile fiber-reinforced thermoplastic composites - An overview," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, no. 3, pp. 666–681, 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2006.05.007.
- [212] M. Hughes, J. Carpenter, and C. Hill, "Deformation and fracture behaviour of flax fibre reinforced thermosetting polymer matrix composites," *J. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 7, pp. 2499–2511, 2007, doi: 10.1007/s10853-006-1027-2.
- [213] D. U. Shah, "Damage in biocomposites: Stiffness evolution of aligned plant fibre composites during monotonic and cyclic fatigue loading," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 83, pp. 160–168, 2016, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.09.008.
- [214] O. T. Thomsen and K. K. Kratmann, "Experimental Characterisation of Parameters Controlling the Compressive Failure of Pultruded Unidirectional Carbon Fibre Composites Experimental Characterisation of Parameters Controlling the Compressive Failure of Pultruded Unidirectional Carbon Fibre Co.," *Appl. Mech. Mater.*, vol. 24–25, pp. 15–22, 2010, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.24-25.15.
- [215] B. Budiansky and N. A. Fleck, "Compressive failure of fibre composites," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 41, no. 1, pp. 183–211, 1993, doi: 10.1016/0022-5096(93)90068-Q.
- [216] H. T. Hahn and J. G. Williams, "Failure mechanisms in unidirectional composites," *7th Conf. - Am. Soc. Test. Mater.*, pp. 115–139, 1986.
- [217] K. Zhang, Y. Sun, F. Wang, W. Liang, and Z. Wang, "Progressive failure and energy absorption of chopped bamboo fiber reinforced polybenzoxazine composite under impact loadings," *Polymers (Basel)*, vol. 12, 2020, doi: 10.3390/polym12081809.
- [218] C. J. Maiden and S. J. Green, "Compressive strain-rate tests on six selected materials at strain rates from 10^{-3} to 10^4 in/in/sec," *J. Appl. Mech.*, vol. 33, no. 3, pp. 496–504, 1966, doi: 10.1115/1.3625114.
- [219] X. Li, L. Hong, T. Yin, Z. Zi-long, and Z. Ye, "Relationship between diameter of split Hopkinson pressure bar and minimum loading rate under rock failure," *J. Cent. South Univ.*, vol. 15, pp. 218–223, 2008, doi: 10.1007/s11771.
- [220] D. A. Gorham, "An effect of specimen Size in the High Strain Rate Compression Test," *J. Phys. IV*, vol. 1, no. C3, pp. 411–418, 1991, doi: 10.1051/jp4:1991358.
- [221] B. J. Briscoe and R. W. Nosker, "The influence of interfacial friction on the deformation of high density Polyethylene in a Split Hopkinson Pressure Bar," *Wear*, vol. 95, no. 3, pp. 241–262, 1984.
- [222] B. Tu *et al.*, "A Constitutive Model for Cemented Tailings Backfill Under Uniaxial Compression," *Front. Phys.*, vol. 8, 2020, doi: 10.3389/fphy.2020.00173.
- [223] S. A. H. Abu Seman, A. Roslan, and M. A. Hazizan, "Experimental and numerical investigations of kenaf natural fiber reinforced composite subjected to impact loading," *Polym. Compos.*, vol. 40, no. 3, pp. 909–915, 2018, doi: 10.1002/pc.24758.
- [224] P. Gang, H. Xiaopeng, N. Ditaio, and Z. Shuai, "Complete stress-strain relation of early-aged cementitious grout under compression: Experimental study and constitutive model," *Materials (Basel)*, vol. 15, 2022.
- [225] C. Zhang, Z. Yuan, and Y. Shen, "Experimental study and theoretical modeling for the compressive stress-strain relationship of multi-scale hybrid fiber reinforced SHCC," *Mater. Construcción*, vol. 72, no. 345, 2021, doi: 10.1016/j.cscm.2022.e01083.
- [226] S. Essid, A. Monti, T. Q. Truong Hoang, Z. Jendli, and A. El Mahi, "Analyse comparative du comportement mécanique et vibratoire de composites organiques en résine Elium renforcée de fibres de lin et de verre," 2017.
- [227] G. R. Kinvi-Dossou, "Étude de la résistance à l'impact et de l'endommagement des composites stratifiés à matrice Elium acrylique : caractérisation expérimentale et modélisation numérique multi-échelle," 2018.
- [228] R. Hohan, L. Bejan, and N. Țăranu, "Effect of contiguity on shear elastic modulus of fibre reinforced polymeric composites," 2012.
- [229] I. H. Abbot and A. E. Von Doenhoff, *Theory of wing sections*. General Publishing Company, 1949.
- [230] D. Raymer, *Aircraft design: A conceptual Approach - 5th Edition*. 2012.
- [231] P. White, J. Vacca, J. Villalba, D. Martinez, G. Pardo, and H. Cerón-Muñoz, "Redesign of an experimental Unmanned Aerial Vehicle (UAV) for its conversion into an operational laboratory platform," *Int. J. Appl. Eng. Res.*, vol. 13, no. 23, pp. 16438–16446, 2018.

- [232] CFR, "14 CFR § 25.303 - Factor of safety," in *Code of Federal Regulations (CFR)*, 1970.
- [233] B. Matthieu, "Étude structurale d'une aile d'avion léger - Essai en flexion statique d'un longeron de luciole MC30," 2011.
- [234] *Manuel du pilote d'avion*, Cépaduès. 2021.
- [235] V. T. H. Hoang, "Simplified Design of a Commercial aircraft wing made of carbon fiber," 2015.
- [236] M. A. Pareja Munoz, "Study and design of a monocoque wing structure with composite materials," 2016.
- [237] C. Baley, M. Lan, A. Bourmaud, and A. Le Duigou, "Compressive and tensile behaviour of unidirectional composites reinforced by natural fibres: Influence of fibres (flax and jute), matrix and fibre volume fraction," *Mater. Today Commun.*, 2018, doi: 10.1016/j.mtcomm.2018.07.003.
- [238] T. Bhat, E. Kandare, A. G. Gibson, P. Di Modica, and A. P. Mouritz, "Tensile properties of plant fibre-polymer composites in fire," *Fire Mater.*, vol. 41, no. 8, pp. 1040–1050, 2017, doi: 10.1002/fam.2446.
- [239] M. Kathiresan, K. Manisekar, and V. Manikandan, "Performance analysis of fibre metal laminated thin conical frusta under axial compression," *Compos. Struct.*, vol. 94, no. 12, pp. 3510–3519, 2012, doi: 10.1016/j.compstruct.2012.05.026.
- [240] B. Okuta Baba, "Behavior of pin-loaded laminated composites," *Exp. Mech.*, vol. 46, no. 5, pp. 589–600, 2006, doi: 10.1007/s11340-006-8735-z.
- [241] M. Gong, S. G. Sun, L. T. Teng, and Q. S. Tu, "Layup structure effect on the composite laminate impact resistance: Experimental and finite element studies," in *7th IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, vol. 474, doi: 10.1088/1757-899X/474/1/012007.

Annexes

I. Fabrication des moules et des pièces du Stork Mk. II

I.1. Fabrication des moules



a)



b)



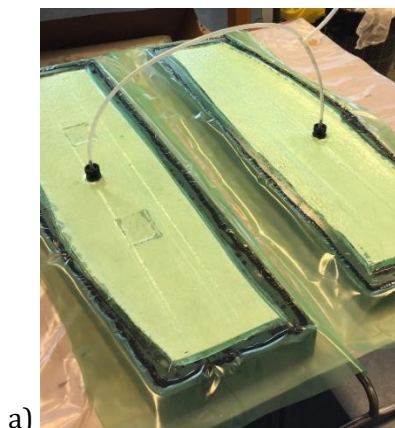
c)



d)

Usinage des moules du drone : a) Usinage des masters en bois MDF (Lycée Couffignal – Strasbourg) ; b) Réalisation du moule négatif – Application du gelcoat ; c) Démoulage du moule négatif du master usiné ; d) Moule négatif de l'extrados droit

I.2. Moulage composite – Fabrication des pièces structurales



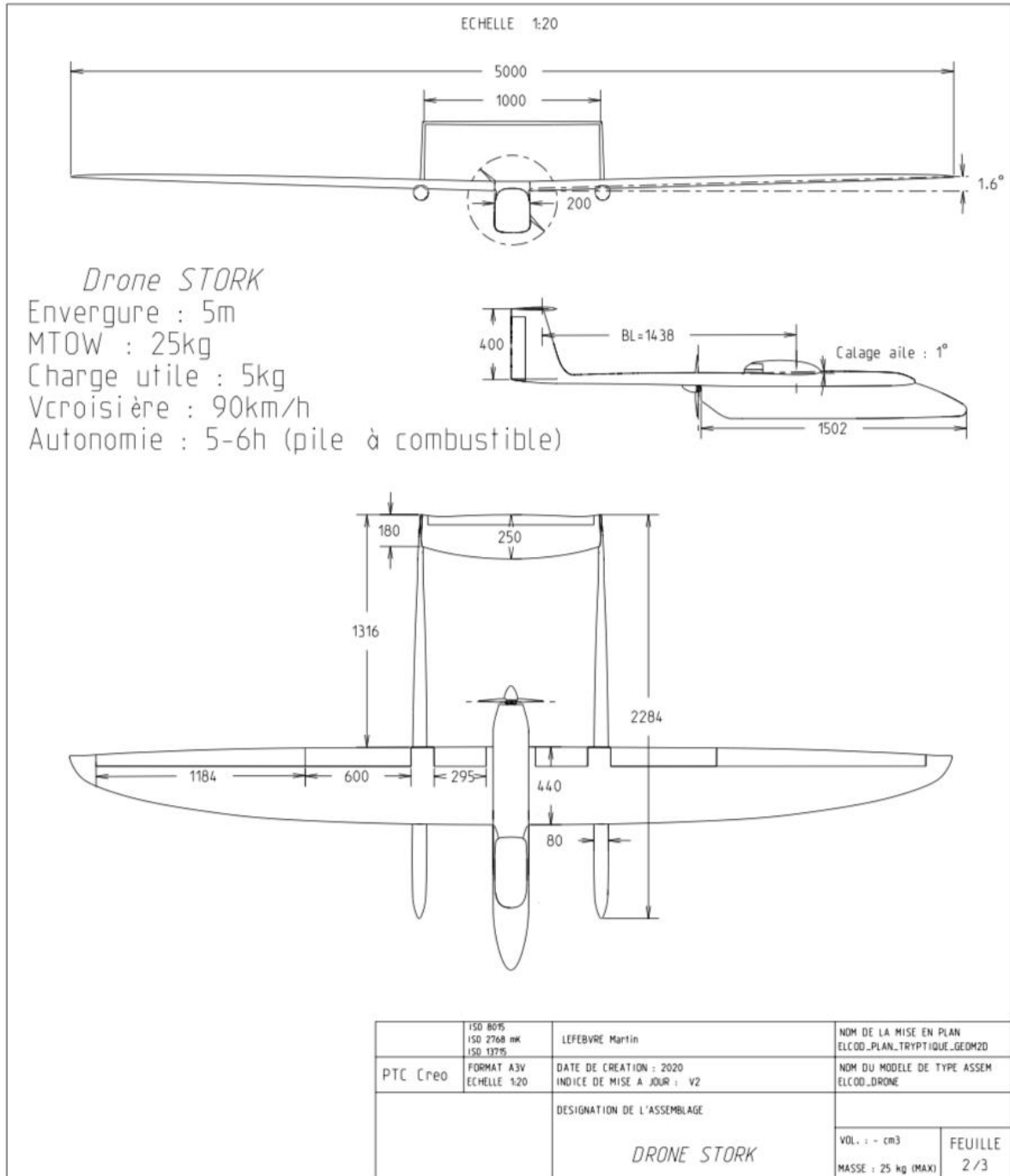
a)



b)

Exemple de moulage composite sur le stabilisateur du drone : a) Moulage au contact Verre/Epoxy avec polymérisation sous-vide (24 h – 800 mbar) ; b) Démoulage du stabilisateur

II. Plan du drone Stork Mk. II



III. Equation du plan d'expériences – Fibre élémentaire

Facteur	Nom
Fraction volumique de la cellulose [%]	%C
Fraction volumique de l'hémicellulose [%]	%HC
Fraction volumique du polymère amorphe (PA) [%]	%PA
Module longitudinal cellulose [GPa]	E_C_l
Module transversal cellulose [GPa]	E_C_t
Module hémicellulose [GPa]	E_HC
Module polymères amorphes [GPa]	E_PA
Elancement fibre (L/D)	LD
Angle microfibrillaire [°]	MFA

III.1. Equation de régression module longitudinal initial

$$\begin{aligned}
 E_{L_ini} = & 56,4846 + 15,1136 \%C + 2,1318 \%HC + 0,4011 \%PA + 2,7437 E_{C_l} + 0,0253 E_{C_t} \\
 & + 3,9383 E_{HC} + 0,6236 E_{PA} + 11,4042 LD - 7,6432 MFA - 0,3538 \%C*\%HC \\
 & + 0,1011 \%C*\%PA + 0,9164 \%C*E_{C_l} + 0,0122 \%C*E_{C_t} - 0,1437 \%C*E_{HC} \\
 & - 0,0245 \%C*E_{PA} - 2,9287 \%C*LD - 1,6603 \%C*MFA - 0,1237 \%HC*\%PA \\
 & + 0,1589 \%HC*E_{C_l} + 0,0016 \%HC*E_{C_t} + 0,1337 \%HC*E_{HC} - 0,0887 \%HC*E_{PA} \\
 & - 0,6711 \%HC*LD + 0,0517 \%HC*MFA + 0,0200 \%PA*E_{C_l} + 0,0001 \%PA*E_{C_t} \\
 & - 0,4595 \%PA*E_{HC} + 0,1785 \%PA*E_{PA} - 0,5343 \%PA*LD - 0,1506 \%PA*MFA \\
 & + 0,0021 E_{C_l}*E_{C_t} + 0,2587 E_{C_l}*E_{HC} + 0,0407 E_{C_l}*E_{PA} + 1,0068 E_{C_l}*LD \\
 & - 0,8566 E_{C_l}*MFA + 0,0018 E_{C_t}*E_{HC} + 0,0003 E_{C_t}*E_{PA} + 0,0072 E_{C_t}*LD \\
 & + 0,0202 E_{C_t}*MFA + 0,0294 E_{HC}*E_{PA} - 3,3998 E_{HC}*LD - 0,8015 E_{HC}*MFA \\
 & - 0,5323 E_{PA}*LD - 0,1313 E_{PA}*MFA - 3,1539 LD*MFA
 \end{aligned}$$

III.2. Equation de régression module longitudinal final

$$\begin{aligned}
 E_{L_fin} = & 72,1931 + 18,2072 \%C + 1,8049 \%HC + 0,7580 \%PA + 4,7411 E_{C_l} + 0,0000 E_{C_t} \\
 & + 5,6460 E_{HC} + 0,9067 E_{PA} + 18,4162 LD - 0,0000 MFA + 0,0264 \%C*\%HC \\
 & + 0,1098 \%C*\%PA + 1,3751 \%C*E_{C_l} - 0,0000 \%C*E_{C_t} + 0,1506 \%C*E_{HC} \\
 & + 0,0087 \%C*E_{PA} - 4,6774 \%C*LD + 0,0000 \%C*MFA - 0,1447 \%HC*\%PA \\
 & + 0,1511 \%HC*E_{C_l} + 0,0000 \%HC*E_{C_t} + 0,1603 \%HC*E_{HC} - 0,1342 \%HC*E_{PA} \\
 & - 1,5146 \%HC*LD + 0,0000 \%HC*MFA + 0,0594 \%PA*E_{C_l} + 0,0000 \%PA*E_{C_t} \\
 & - 0,5886 \%PA*E_{HC} + 0,2672 \%PA*E_{PA} - 0,6294 \%PA*LD - 0,0000 \%PA*MFA \\
 & + 0,0000 E_{C_l}*E_{C_t} + 0,4725 E_{C_l}*E_{HC} + 0,0761 E_{C_l}*E_{PA} + 2,0967 E_{C_l}*LD \\
 & + 0,0000 E_{C_l}*MFA - 0,0000 E_{C_t}*E_{HC} - 0,0000 E_{C_t}*E_{PA} - 0,0000 E_{C_t}*LD \\
 & - 0,0000 E_{C_t}*MFA + 0,0965 E_{HC}*E_{PA} - 4,8092 E_{HC}*LD + 0,0000 E_{HC}*MFA \\
 & - 0,7620 E_{PA}*LD + 0,0000 E_{PA}*MFA - 0,0000 LD*MFA
 \end{aligned}$$

III.3. Equation de régression module transversal initial

$$\begin{aligned}
 E_{T_ini} = & 11,6997 + 5,2617 \%C + 0,7137 \%HC + 0,2618 \%PA - 0,0012 E_{C_l} + 1,4351 E_{C_t} \\
 & + 2,0813 E_{HC} + 0,3408 E_{PA} - 0,0036 LD - 0,0296 MFA - 0,0569 \%C*\%HC \\
 & + 0,0251 \%C*\%PA - 0,0008 \%C*E_{C_l} + 1,0376 \%C*E_{C_t} - 0,1643 \%C*E_{HC}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
& - 0,0319 \%C * E_{PA} - 0,0009 \%C * LD - 0,0696 \%C * MFA - 0,0494 \%HC * \%PA \\
& - 0,0001 \%HC * E_{C_l} \\
& + 0,1232 \%HC * E_{C_t} + 0,1223 \%HC * E_{HC} - 0,0386 \%HC * E_{PA} + 0,0000 \%HC * LD \\
& - 0,0007 \%HC * MFA - 0,0001 \%PA * E_{C_l} + 0,0448 \%PA * E_{C_t} - 0,2019 \%PA * E_{HC} \\
& + 0,1008 \%PA * E_{PA} - 0,0001 \%PA * LD - 0,0098 \%PA * MFA - 0,0003 E_{C_l} * E_{C_t} \\
& - 0,0003 E_{C_l} * E_{HC} - 0,0001 E_{C_l} * E_{PA} - 0,0000 E_{C_l} * LD - 0,0006 E_{C_l} * MFA \\
& + 0,3580 E_{C_t} * E_{HC} + 0,0581 E_{C_t} * E_{PA} - 0,0008 E_{C_t} * LD - 0,0593 E_{C_t} * MFA \\
& + 0,0593 E_{HC} * E_{PA} + 0,0005 E_{HC} * LD - 0,0604 E_{HC} * MFA + 0,0001 E_{PA} * LD \\
& - 0,0111 E_{PA} * MFA - 0,0020 LD * MFA
\end{aligned}$$

III.4. Equation de régression module transversal final

$$\begin{aligned}
E_{T_{fin}} = & 11,7572 + 5,3835 \%C + 0,7153 \%HC + 0,2786 \%PA - 0,0000 E_{C_l} + 1,5381 E_{C_t} \\
& + 2,1858 E_{HC} + 0,3601 E_{PA} + 0,0000 LD + 0,0000 MFA - 0,0477 \%C * \%HC \\
& + 0,0337 \%C * \%PA - 0,0000 \%C * E_{C_l} + 1,1236 \%C * E_{C_t} - 0,1172 \%C * E_{HC} \\
& - 0,0266 \%C * E_{PA} - 0,0000 \%C * LD + 0,0000 \%C * MFA - 0,0505 \%HC * \%PA \\
& + 0,0000 \%HC * E_{C_l} + 0,1311 \%HC * E_{C_t} + 0,1256 \%HC * E_{HC} - 0,0411 \%HC * E_{PA} \\
& + 0,0000 \%HC * LD + 0,0000 \%HC * MFA - 0,0000 \%PA * E_{C_l} + 0,0512 \%PA * E_{C_t} \\
& - 0,2049 \%PA * E_{HC} + 0,1072 \%PA * E_{PA} - 0,0000 \%PA * LD - 0,0000 \%PA * MFA \\
& + 0,0000 E_{C_l} * E_{C_t} + 0,0000 E_{C_l} * E_{HC} + 0,0000 E_{C_l} * E_{PA} + 0,0000 E_{C_l} * LD \\
& + 0,0000 E_{C_l} * MFA + 0,4033 E_{C_t} * E_{HC} + 0,0660 E_{C_t} * E_{PA} + 0,0000 E_{C_t} * LD \\
& - 0,0000 E_{C_t} * MFA + 0,0684 E_{HC} * E_{PA} + 0,0000 E_{HC} * LD + 0,0000 E_{HC} * MFA \\
& + 0,0000 E_{PA} * LD + 0,0000 E_{PA} * MFA - 0,0000 LD * MFA
\end{aligned}$$

IV. Effet de la température sur les propriétés mécaniques en compression quasi-statique et en dynamique

Une dernière étude porte sur l'effet de la température en dynamique. Les températures choisies sont les mêmes en quasi-statique (0.008 s⁻¹) et en dynamique (1120 s⁻¹). Les essais en température sont réalisés en quasi-statique sur le montage Instron avec une chambre climatique. Les essais en température sur la barre d'Hopkinson sont réalisées à l'aide d'une enceinte thermique maison. Les températures choisies sont les suivantes : 20 °C, 40 °C, 60 °C et enfin 80 °C. D'après la documentation technique de la résine XO Elium, la température de fléchissement sous charge est de 76 °C (ISO 75) et la température DMA (Dynamic Mechanical Analysis) est de 107 °C (ISO 6721). C'est pour cela que la température maximale testée est 80 °C. La Figure 151 résume l'effet de la température sur les propriétés mécaniques de l'empilement [0,90]_{10s}. La Figure 152 résume l'effet de la température et de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques de l'empilement [0]₄₀.

Les empilements testés présentent une importante sensibilité à la température (Figure 151 et Figure 152). Ce constat était à prévoir avec l'étude bibliographique réalisée et selon les résultats de la Figure 16 [59]. Une chute du module et de la contrainte maximale sont observées avec l'augmentation de la température pour les deux empilements testés. Par exemple, La contrainte à rupture de l'empilement [0,90]_{10s} en compression va diminuer de 32 % de 20 °C à 60 °C. La

contrainte à rupture de l'empilement $[0]_{40}$ en compression va diminuer de 18 % de 20 °C à 60 °C. En comparaison, d'après les résultats de la Figure 16, la contrainte à rupture de la résine Elium va diminuer de 50 % de 23 °C à 60 °C [59].

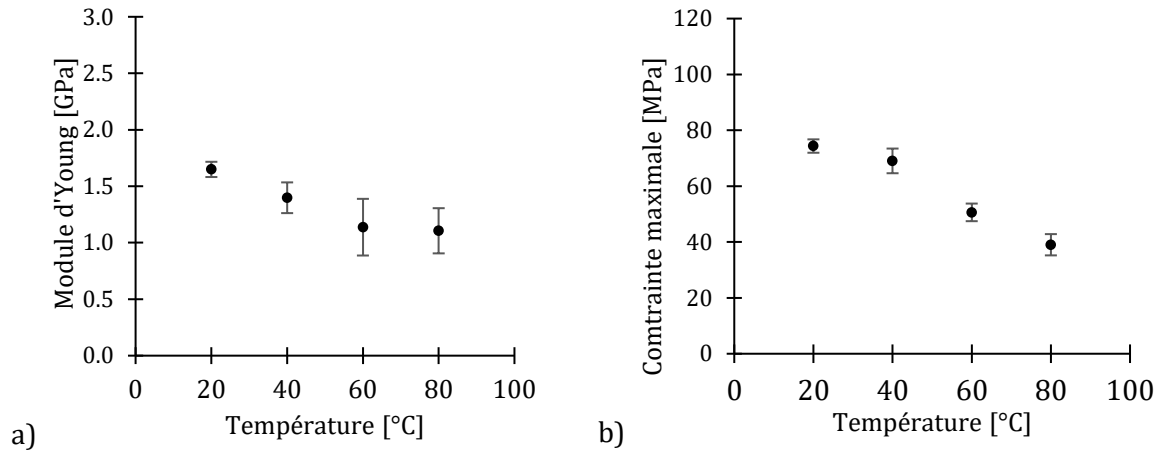


Figure 151 : Résultats essais de compression de 20 à 80 °C à la vitesse de déformation de 0.008 s^{-1} : a) Module d'Young $[0,90]_{10s}$; b) Contrainte maximale $[0,90]_{10s}$

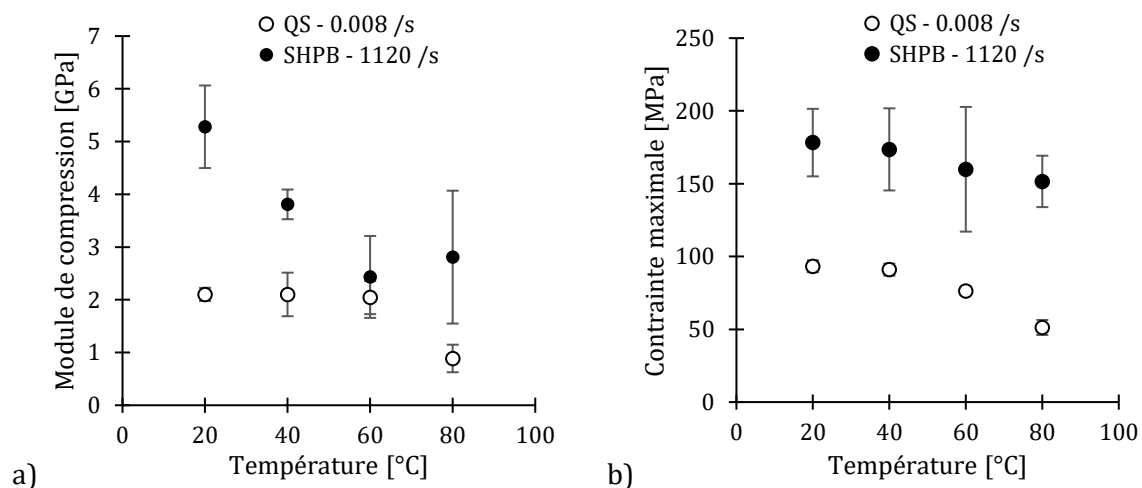


Figure 152 : Effet de la température sur l'empilement $[0]_{40}$ en dynamique : a) Module de compression ; b) Contrainte maximale

Les mêmes observations peuvent être faites en quasi-statique et en dynamique : Il est observé une baisse du module et de la contrainte à rupture avec l'augmentation de la température. De plus, comme présenté dans le Chapitre 3, on observe une augmentation du module de compression et de la contrainte maximale avec l'augmentation de la vitesse de déformation. L'autre observation connexe est la plus grande variabilité des essais à la barre d'Hopkinson qui est illustrée sur la Figure 152.

Tableau 41 : Ecart de la contrainte à rupture moyenne par rapport à la valeur de la contrainte à rupture à température ambiante

	Résine Elium seule [59]	Stratifié [0] ₄₀	Stratifié [0] _{10s}
20 °C	Référence	Référence	Référence
40 °C	- 23 %	- 2 %	- 7 %
60 °C	- 50 %	- 18 %	- 32 %
80 °C	Pas de données	- 45 %	- 48 %

Pour les fibres de lin, les propriétés mécaniques (module longitudinal et contrainte à rupture) sont moins sensibles à la température que la résine seule [109]. Par exemple, l'effort à rupture d'une fibre de lin à 100 °C sera 25 % plus faible que l'effort de rupture à température ambiante [238]. De même, d'après ces travaux, pour la fibre de lin, la baisse de l'effort à rupture est linéaire entre la température ambiante et 250 °C. Ainsi, la baisse des propriétés mécaniques avec l'augmentation de la température est principalement gouvernée par la résine.

V. Programme Matlab : Traitement des signaux barre Hopkinson

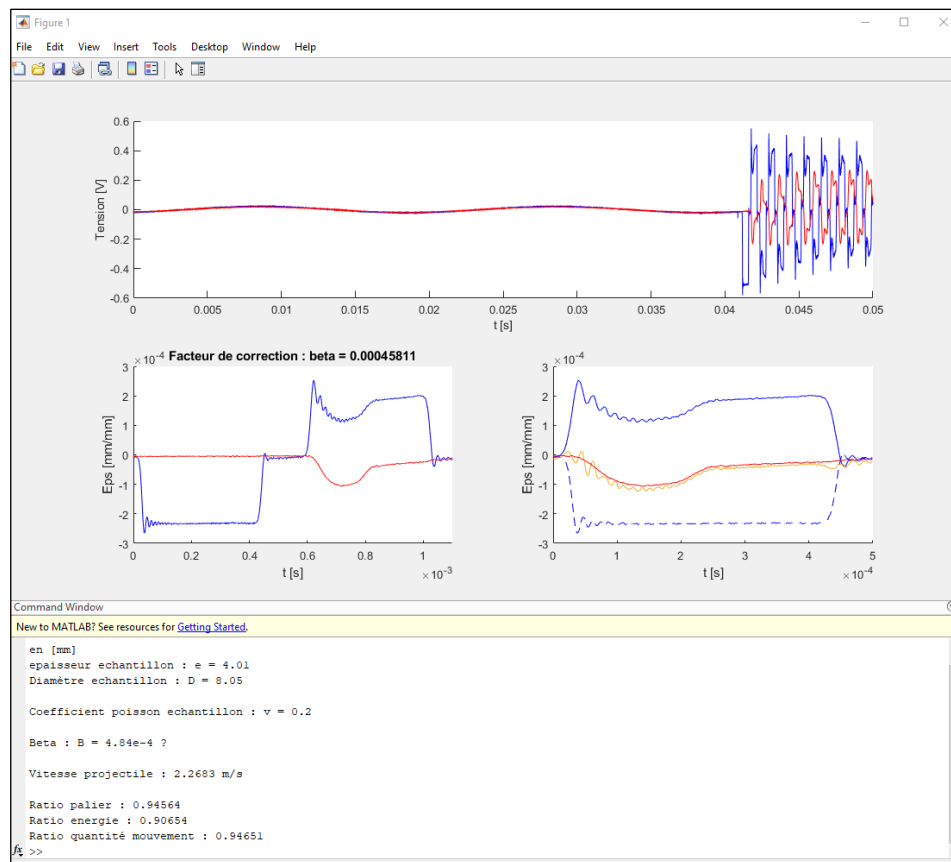


Figure 153 : Interface du programme Matlab avec affichage des signaux de la barre d'Hopkinson

Entrées utilisateur :

- Epaisseur échantillon
- Diamètre échantillon
- Coefficient Poisson échantillon

Calculs automatiques des coefficients correctifs (palier/énergie/quantité de mouvement). Par défaut, le choix est défini sur le palier.

Allignement automatique des signaux incidents et réfléchis (en bleu) en connaissant la distance entre les jauges sur la barre incidente et la vitesse de l'onde dans la barre. Ensuite, l'opération $\varepsilon_1(t) - \varepsilon_T(t) = \varepsilon_R(t)$ sera effectuée (courbe orange). Le signal transmis mesuré (rouge) sera décalé pour s'ajuster avec le signal transmis calculé (orange) par méthode des moindres carrés. Successivement, la vitesse de déformation, la déformation et la contrainte seront calculés et tracés.

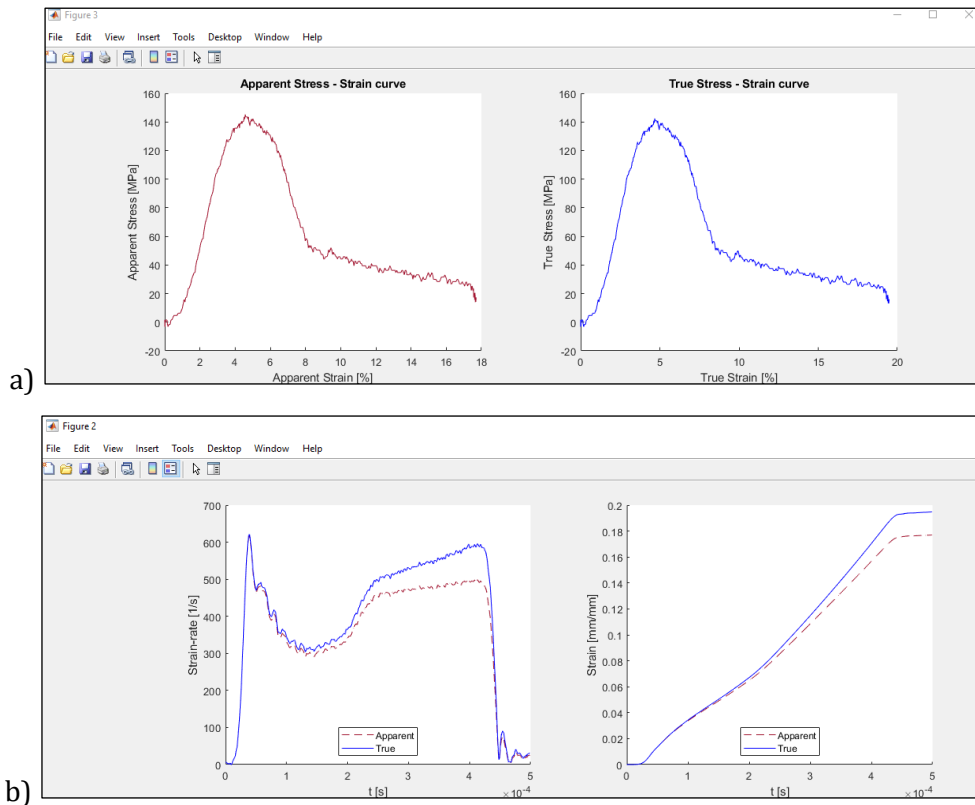


Figure 154 : Résultats de traitement : a) Affichage de la vitesse de déformation et de la déformation (vraie et nominale) ; b) Affichage de la courbe contrainte-déformation (vraie et nominale)

VI. Equation du plan d'expérience – Composite

Facteur	Nom
Fraction cellulose [%]	%C
Fraction hémicellulose [%]	%HC
Fraction polymères amorphes (PA) [%]	C
Module longitudinal cellulose [GPa]	D
Module transversal cellulose [GPa]	E
Module hémicellulose [GPa]	F
Module polymère amorphe [GPa]	G
Module cisaillement cellulose [GPa]	H
Module cisaillement hémicellulose [GPa]	J
Module cisaillement polymère amorphe [GPa]	K
Coefficient Poisson cellulose	L
Elancement fibre élémentaire (L/D)	M
Volume fibre dans le composite [%]	N
Volume porosité dans le composite [%]	O
Coefficient de contigüité C	P

VI.1. Equation de régression module longitudinal du pli

$$\begin{aligned}
 EL = & 28797,9 + 7973,70 \%C + 937,30 \%HC + 418,33 \%PA + 1676,12 E_C_L - 0,00 E_C_T \\
 & + 2931,29 E_HC + 469,29 E_PA - 0,00 G_C - 0,00 G_HC - 0,00 G_PA - 0,00 v_C + 5805,17 LD \\
 & + 6568,98 \%f - 78,00 \%p - 0,00 c - 68,01 \%C*\%HC + 6,30 \%C*\%PA + 639,13 \%C*E_C_L \\
 & - 0,00 \%C*E_C_T - 196,48 \%C*E_HC - 35,91 \%C*E_PA - 0,00 \%C*G_C - 0,00 \%C*G_HC \\
 & - 0,00 \%C*G_PA - 0,00 \%C*v_C - 1180,15 \%C*LD + 1993,43 \%C*\%f + 0,00 \%C*\%p - 0,00 \%C*c \\
 & - 87,26 \%HC*\%PA + 87,99 \%HC*E_C_L - 0,00 \%HC*E_C_T + 12,84 \%HC*E_HC - 79,90 \%HC*E_PA \\
 & - 0,00 \%HC*G_C - 0,00 \%HC*G_HC - 0,00 \%HC*G_PA + 0,00 \%HC*v_C - 390,50 \%HC*LD \\
 & + 234,33 \%HC*\%f + 0,00 \%HC*\%p + 0,00 \%HC*c + 37,78 \%PA*E_C_L - 0,00 \%PA*E_C_T \\
 & - 336,94 \%PA*E_HC + 134,89 \%PA*E_PA - 0,00 \%PA*G_C + 0,00 \%PA*G_HC - 0,00 \%PA*G_PA \\
 & - 0,00 \%PA*v_C - 136,62 \%PA*LD + 104,58 \%PA*\%f + 0,00 \%PA*\%p + 0,00 \%PA*c \\
 & - 0,00 E_C_L*E_C_T + 276,47 E_C_L*E_HC + 44,15 E_C_L*E_PA - 0,00 E_C_L*G_C \\
 & + 0,00 E_C_L*G_HC - 0,00 E_C_L*G_PA + 0,00 E_C_L*v_C + 618,38 E_C_L*LD + 419,03 E_C_L*\%f \\
 & - 0,00 E_C_L*\%p - 0,00 E_C_L*c + 0,00 E_C_T*E_HC - 0,00 E_C_T*E_PA + 0,00 E_C_T*G_C \\
 & + 0,00 E_C_T*G_HC + 0,00 E_C_T*G_PA - 0,00 E_C_T*v_C - 0,00 E_C_T*LD - 0,00 E_C_T*\%f \\
 & + 0,00 E_C_T*\%p - 0,00 E_C_T*c + 16,77 E_HC*E_PA + 0,00 E_HC*G_C + 0,00 E_HC*G_HC \\
 & + 0,00 E_HC*G_PA + 0,00 E_HC*v_C - 1250,77 E_HC*LD + 732,82 E_HC*\%f + 0,00 E_HC*\%p \\
 & - 0,00 E_HC*c + 0,00 E_PA*G_C + 0,00 E_PA*G_HC + 0,00 E_PA*G_PA + 0,00 E_PA*v_C \\
 & - 198,17 E_PA*LD + 117,32 E_PA*\%f - 0,00 E_PA*\%p - 0,00 E_PA*c + 0,00 G_C*G_HC \\
 & - 0,00 G_C*G_PA - 0,00 G_C*v_C - 0,00 G_C*LD - 0,00 G_C*\%f + 0,00 G_C*\%p - 0,00 G_C*c \\
 & + 0,00 G_HC*G_PA + 0,00 G_HC*v_C - 0,00 G_HC*LD - 0,00 G_HC*\%f + 0,00 G_HC*\%p \\
 & + 0,00 G_HC*c - 0,00 G_PA*v_C - 0,00 G_PA*LD - 0,00 G_PA*\%f - 0,00 G_PA*\%p + 0,00 G_PA*c \\
 & - 0,00 v_C*LD - 0,00 v_C*\%f + 0,00 v_C*\%p + 0,00 v_C*c + 1451,29 LD*\%f - 0,00 LD*\%p \\
 & + 0,00 LD*c - 0,00 \%f*\%p + 0,00 \%f*c + 0,00 \%p*c
 \end{aligned}$$

VI.2. Equation de régression module transverse du pli

$$\begin{aligned}
 ET = & 4255,88 + 647,994 \%C + 96,493 \%HC + 40,861 \%PA - 0,000 E_C_L + 114,517 E_C_T \\
 & + 297,091 E_HC + 46,874 E_PA + 47,895 G_C + 14,929 G_HC + 12,183 G_PA - 84,154 v_C \\
 & + 0,000 LD + 535,795 \%f + 163,810 \%p + 142,413 c - 51,796 \%C*\%HC - 24,797 \%C*\%PA \\
 & - 0,000 \%C*E_C_L + 46,418 \%C*E_C_T - 172,355 \%C*E_HC - 26,480 \%C*E_PA + 42,862 \%C*G_C \\
 & + 5,409 \%C*G_HC + 4,566 \%C*G_PA - 46,267 \%C*v_C - 0,000 \%C*LD + 240,534 \%C*\%f \\
 & + 74,443 \%C*\%p + 126,822 \%C*c - 10,489 \%HC*\%PA + 0,000 \%HC*E_C_L + 4,798 \%HC*E_C_T \\
 & - 5,453 \%HC*E_HC - 9,031 \%HC*E_PA + 4,629 \%HC*G_C + 2,316 \%HC*G_HC - 0,205 \%HC*G_PA \\
 & - 4,580 \%HC*v_C + 0,000 \%HC*LD + 33,671 \%HC*\%f + 10,374 \%HC*\%p + 15,448 \%HC*c \\
 & - 0,000 \%PA*E_C_L + 1,711 \%PA*E_C_T - 38,261 \%PA*E_HC + 13,116 \%PA*E_PA + 1,473 \%PA*G_C \\
 & - 1,558 \%PA*G_HC + 3,597 \%PA*G_PA - 2,167 \%PA*v_C - 0,000 \%PA*LD + 13,438 \%PA*\%f \\
 & + 4,127 \%PA*\%p + 4,459 \%PA*c - 0,000 E_C_L*E_C_T + 0,000 E_C_L*E_HC + 0,000 E_C_L*E_PA \\
 & - 0,000 E_C_L*G_C - 0,000 E_C_L*G_HC - 0,000 E_C_L*G_PA - 0,000 E_C_L*v_C \\
 & - 0,000 E_C_L*LD + 0,000 E_C_L*\%f - 0,000 E_C_L*\%p - 0,000 E_C_L*c + 13,618 E_C_T*E_HC \\
 & + 2,032 E_C_T*E_PA + 7,762 E_C_T*G_C + 2,396 E_C_T*G_HC + 1,961 E_C_T*G_PA \\
 & - 9,127 E_C_T*v_C + 0,000 E_C_T*LD + 46,914 E_C_T*\%f + 14,751 E_C_T*\%p + 20,965 E_C_T*c \\
 & - 2,311 E_HC*E_PA + 7,750 E_HC*G_C + 5,308 E_HC*G_HC + 4,147 E_HC*G_PA - 15,922 E_HC*v_C \\
 & - 0,000 E_HC*LD + 105,457 E_HC*\%f + 32,459 E_HC*\%p + 21,535 E_HC*c + 1,235 E_PA*G_C \\
 & + 0,788 E_PA*G_HC + 0,740 E_PA*G_PA - 2,532 E_PA*v_C + 0,000 E_PA*LD + 16,636 E_PA*\%f \\
 & + 5,132 E_PA*\%p + 3,404 E_PA*c + 3,459 G_C*G_HC + 2,802 G_C*G_PA + 2,790 G_C*v_C \\
 & + 0,000 G_C*LD + 12,908 G_C*\%f + 3,814 G_C*\%p + 47,895 G_C*c + 3,376 G_HC*G_PA \\
 & + 1,131 G_HC*v_C - 0,000 G_HC*LD + 3,768 G_HC*\%f + 1,108 G_HC*\%p + 14,929 G_HC*c \\
 & + 0,933 G_PA*v_C + 0,000 G_PA*LD + 3,069 G_PA*\%f + 0,903 G_PA*\%p + 12,183 G_PA*c \\
 & - 0,000 v_C*LD - 24,015 v_C*\%f - 7,133 v_C*\%p + 6,947 v_C*c + 0,000 LD*\%f - 0,000 LD*\%p \\
 & + 0,000 LD*c + 32,401 \%f*\%p + 40,211 \%f*c + 11,948 \%p*c
 \end{aligned}$$

VI.3. Equation de régression module de cisaillement du pli

$$\begin{aligned}
 GLT = & 1450,42 + 265,154 \%C + 46,403 \%HC + 6,463 \%PA - 0,000 E_C_L - 0,000 E_C_T - 0,000 E_HC \\
 & - 0,000 E_PA + 140,669 G_C + 85,326 G_HC + 69,780 G_PA - 0,000 v_C - 0,000 LD \\
 & + 126,414 \%f + 38,150 \%p + 54,608 c - 18,260 \%C*\%HC - 2,497 \%C*\%PA - 0,000 \%C*E_C_L \\
 & - 0,000 \%C*E_C_T - 0,000 \%C*E_HC - 0,000 \%C*E_PA + 79,199 \%C*G_C - 35,377 \%C*G_HC \\
 & - 28,736 \%C*G_PA - 0,000 \%C*v_C + 0,000 \%C*LD + 77,435 \%C*\%f + 23,421 \%C*\%p \\
 & + 46,413 \%C*c - 3,090 \%HC*\%PA + 0,000 \%HC*E_C_L - 0,000 \%HC*E_C_T + 0,000 \%HC*E_HC \\
 & + 0,000 \%HC*E_PA + 8,452 \%HC*G_C + 4,569 \%HC*G_HC - 8,372 \%HC*G_PA + 0,000 \%HC*v_C \\
 & - 0,000 \%HC*LD + 12,878 \%HC*\%f + 3,889 \%HC*\%p + 6,349 \%HC*c + 0,000 \%PA*E_C_L \\
 & - 0,000 \%PA*E_C_T + 0,000 \%PA*E_HC - 0,000 \%PA*E_PA + 1,148 \%PA*G_C - 12,065 \%PA*G_HC \\
 & + 18,078 \%PA*G_PA - 0,000 \%PA*v_C - 0,000 \%PA*LD + 1,814 \%PA*\%f + 0,548 \%PA*\%p \\
 & + 1,003 \%PA*c + 0,000 E_C_L*E_C_T - 0,000 E_C_L*E_HC - 0,000 E_C_L*E_PA \\
 & - 0,000 E_C_L*G_C - 0,000 E_C_L*G_HC - 0,000 E_C_L*G_PA + 0,000 E_C_L*v_C \\
 & + 0,000 E_C_L*LD + 0,000 E_C_L*\%f + 0,000 E_C_L*\%p - 0,000 E_C_L*c + 0,000 E_C_T*E_HC \\
 & - 0,000 E_C_T*E_PA - 0,000 E_C_T*G_C - 0,000 E_C_T*G_HC - 0,000 E_C_T*G_PA \\
 & - 0,000 E_C_T*v_C + 0,000 E_C_T*LD - 0,000 E_C_T*\%f - 0,000 E_C_T*\%p - 0,000 E_C_T*c \\
 & + 0,000 E_HC*E_PA + 0,000 E_HC*G_C - 0,000 E_HC*G_HC + 0,000 E_HC*G_PA + 0,000 E_HC*v_C \\
 & + 0,000 E_HC*LD + 0,000 E_HC*\%f + 0,000 E_HC*\%p - 0,000 E_HC*c + 0,000 E_PA*G_C \\
 & - 0,000 E_PA*G_HC - 0,000 E_PA*G_PA + 0,000 E_PA*v_C + 0,000 E_PA*LD - 0,000 E_PA*\%f \\
 & - 0,000 E_PA*\%p - 0,000 E_PA*c + 15,631 G_C*G_HC + 12,743 G_C*G_PA - 0,000 G_C*v_C \\
 & + 0,000 G_C*LD + 42,647 G_C*\%f + 12,938 G_C*\%p + 36,062 G_C*c + 20,947 G_HC*G_PA \\
 & - 0,000 G_HC*v_C - 0,000 G_HC*LD + 24,024 G_HC*\%f + 7,255 G_HC*\%p + 12,058 G_HC*c \\
 & - 0,000 G_PA*v_C - 0,000 G_PA*LD + 19,654 G_PA*\%f + 5,936 G_PA*\%p + 10,033 G_PA*c \\
 & - 0,000 v_C*LD - 0,000 v_C*\%f - 0,000 v_C*\%p - 0,000 v_C*c - 0,000 LD*\%f - 0,000 LD*\%p \\
 & - 0,000 LD*c + 4,042 \%f*\%p + 9,885 \%f*c + 2,865 \%p*c
 \end{aligned}$$

VI.4. Equation de régression coefficient de Poisson du pli

$$\begin{aligned}
 vLT = & 0,295053 + 0,051093 \%C + 0,009379 \%HC + 0,003566 \%PA - 0,000000 E_C_L + 0,000929 E_C_T \\
 & + 0,000013 E_HC + 0,000003 E_PA + 0,029210 G_C + 0,012165 G_HC + 0,010034 G_PA \\
 & + 0,042336 v_C - 0,000000 LD - 0,022069 \%f - 0,014706 \%p + 0,058118 c + 0,002706 \%C*\%HC \\
 & + 0,001105 \%C*\%PA - 0,000000 \%C*E_C_L + 0,001129 \%C*E_C_T + 0,001541 \%C*E_HC \\
 & + 0,000249 \%C*E_PA + 0,023982 \%C*G_C + 0,002504 \%C*G_HC + 0,002073 \%C*G_PA \\
 & + 0,015419 \%C*v_C + 0,000000 \%C*LD - 0,006219 \%C*\%f - 0,004621 \%C*\%p + 0,044062 \%C*c \\
 & - 0,000221 \%HC*\%PA - 0,000000 \%HC*E_C_L + 0,000234 \%HC*E_C_T + 0,000305 \%HC*E_HC \\
 & + 0,000047 \%HC*E_PA + 0,003724 \%HC*G_C + 0,001631 \%HC*G_HC - 0,000276 \%HC*G_PA
 \end{aligned}$$

+ 0,001599 %HC*v_C - 0,000000 %HC*LD - 0,000999 %HC*f - 0,000838 %HC*p
 + 0,007573 %HC*c - 0,000000 %PA*E_C_L + 0,000066 %PA*E_C_T + 0,000108 %PA*E_HC
 + 0,000017 %PA*E_PA + 0,000951 %PA*G_C - 0,001212 %PA*G_HC + 0,002764 %PA*G_PA
 + 0,000383 %PA*v_C - 0,000000 %PA*LD + 0,000175 %PA*f - 0,000219 %PA*p
 + 0,001829 %PA*c + 0,000000 E_C_L*E_C_T - 0,000000 E_C_L*E_HC + 0,000000 E_C_L*E_PA
 - 0,000000 E_C_L*G_C - 0,000000 E_C_L*G_HC + 0,000000 E_C_L*G_PA + 0,000000 E_C_L*v_C
 + 0,000000 E_C_L*LD - 0,000000 E_C_L*f + 0,000000 E_C_L*p - 0,000000 E_C_L*c
 + 0,000025 E_C_T*E_HC + 0,000003 E_C_T*E_PA + 0,000970 E_C_T*G_C + 0,000378 E_C_T*G_HC
 + 0,000315 E_C_T*G_PA + 0,000472 E_C_T*v_C - 0,000000 E_C_T*LD - 0,000637 E_C_T*f
 - 0,000317 E_C_T*p + 0,001159 E_C_T*c + 0,000011 E_HC*E_PA + 0,000833 E_HC*G_C
 + 0,000427 E_HC*G_HC + 0,000351 E_HC*G_PA + 0,000827 E_HC*v_C - 0,000000 E_HC*LD
 - 0,000616 E_HC*f - 0,000366 E_HC*p + 0,001025 E_HC*c + 0,000134 E_PA*G_C
 + 0,000066 E_PA*G_HC + 0,000062 E_PA*G_PA + 0,000133 E_PA*v_C + 0,000000 E_PA*LD
 - 0,000099 E_PA*f - 0,000059 E_PA*p + 0,000166 E_PA*c + 0,005739 G_C*G_HC
 + 0,004733 G_C*G_PA + 0,006390 G_C*v_C - 0,000000 G_C*LD - 0,006523 G_C*f
 - 0,003203 G_C*p + 0,029210 G_C*c + 0,003960 G_HC*G_PA + 0,002394 G_HC*v_C
 - 0,000000 G_HC*LD - 0,002551 G_HC*f - 0,001246 G_HC*p + 0,012165 G_HC*c
 + 0,001975 G_PA*v_C - 0,000000 G_PA*LD - 0,002110 G_PA*f - 0,001032 G_PA*p
 + 0,010034 G_PA*c + 0,000000 v_C*LD + 0,007536 v_C*f - 0,000993 v_C*p
 + 0,012275 v_C*c + 0,000000 LD*f - 0,000000 LD*p - 0,000000 LD*c + 0,001499 %f*p
 - 0,009539 %f*c - 0,005222 %p*c

VII. Essai de flexion en régime quasi-statique

VII.1. Matériaux et méthode

Les essais de flexion 3 points sont réalisés sur une machine Zwick-Roell. Les essais sont réalisés selon la norme NF EN ISO 14125, méthode A : Flexion 3-points. Les stratifiés testés sont $[0]_{12}$, $[0,90]_{3s}$, $[90,0]_{3s}$, $[90]_{12}$ et $[+45,-45]_{3s}$. Les éprouvettes ont des épaisseurs environ égales à $h = 3.6$ mm. Selon cette norme de flexion 3 points, les éprouvettes de classe III sont de formes rectangulaires de dimensions $b = 25$ mm et $l = 80$ mm La portée entre les deux points d'appuis est de $l = 40$ mm.

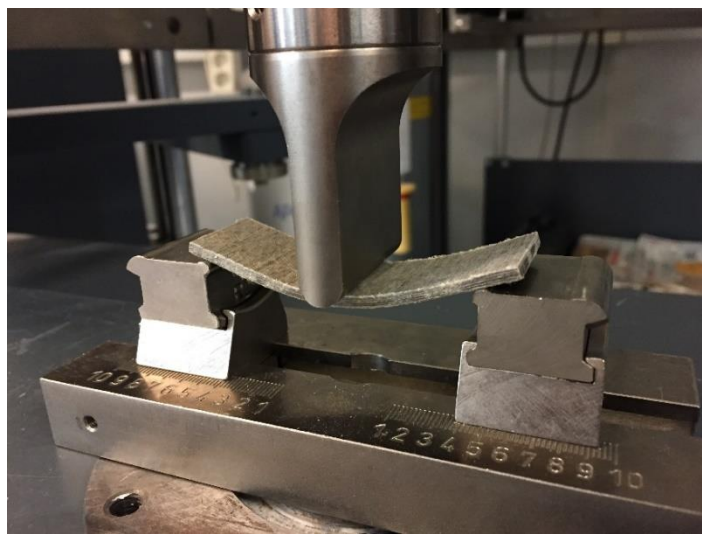


Figure 155 : Montage de flexion quasi-statique sur éprouvette rectangulaire

VII.2. Résultats en quasi-statique

Les courbes contraintes-déformation sont tracées dans la Figure 156 et la Figure 157.

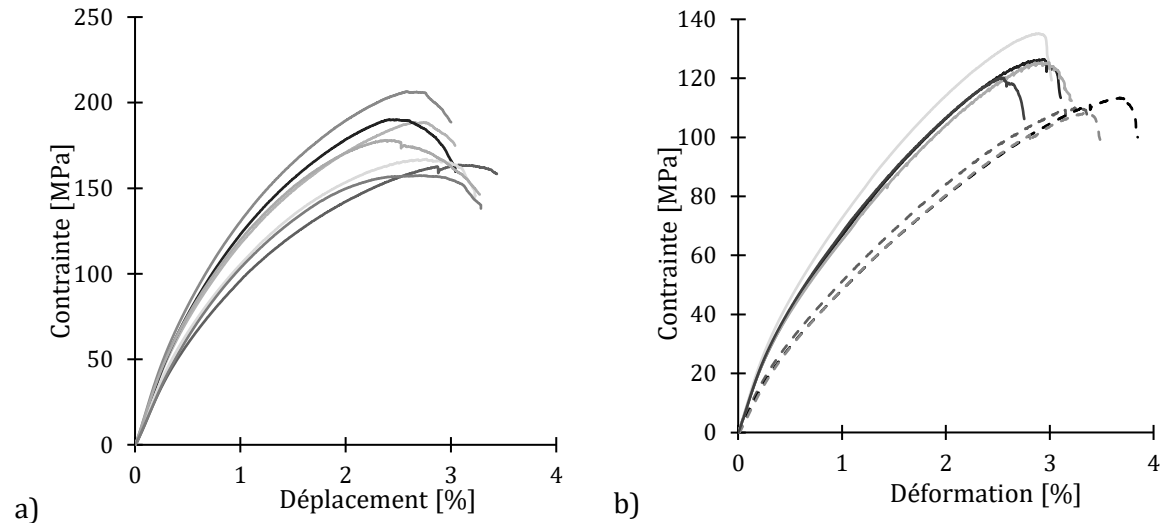


Figure 156 : Essais de flexion en régime quasi-statique sur les empilements : a) $[0]_{12}$; b) Traits pleins : $[0,90]_{3s}$ - Traits pointillés : $[90,0]_{3s}$

Nous pouvons observer un comportement en traction non linéaire

Nous pouvons remarquer une différence entre les stratifiés $[0,90]_{3s}$ et $[90,0]_{3s}$. En effet, le stratifié $[0,90]_{3s}$ a une plus grande rigidité et résistance à rupture en compression car les couches extérieures et intérieures sont composées de plis longitudinaux dans les directions des sollicitations. La flexion est une sollicitation particulière car les plis supérieurs sont sollicités en compression, les plis inférieurs sont sollicités en traction et enfin, sur la fibre neutre, il n'y a pas de champ de contrainte. Or, nous verrons dans la partie suivante que la résistance en compression du composite est moindre comparé à la traction.

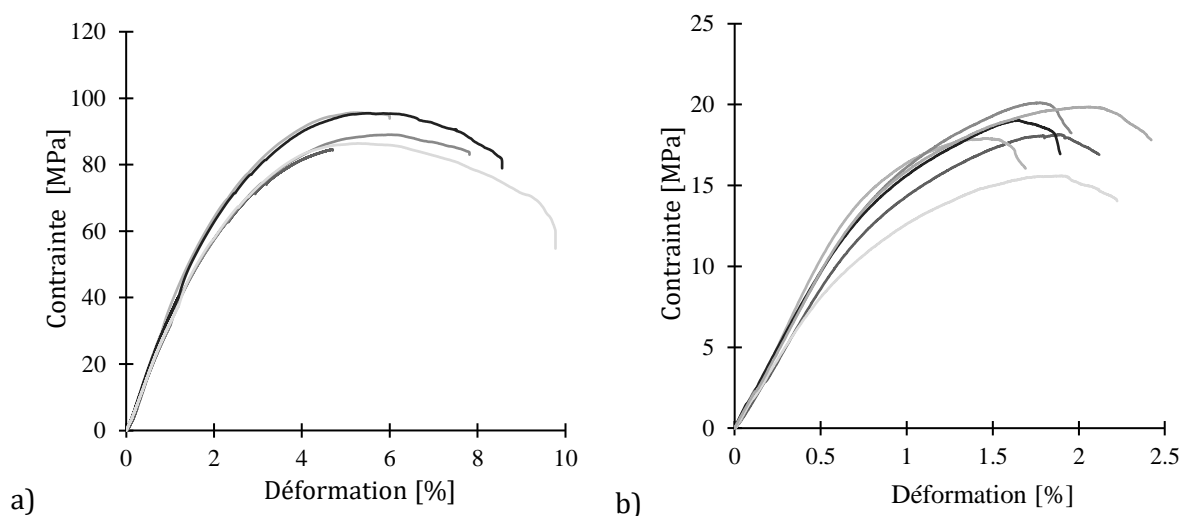


Figure 157 : Essais de flexion en régime quasi-statique sur les empilements : a) $[+45,-45]_{3s}$; b) $[90]_{12}$

Le saut à 1.2 % pour les essais de flexion du stratifié [+45,-45]_{3s} correspond à un changement de vitesse de la traverse pour réduire la durée des essais.

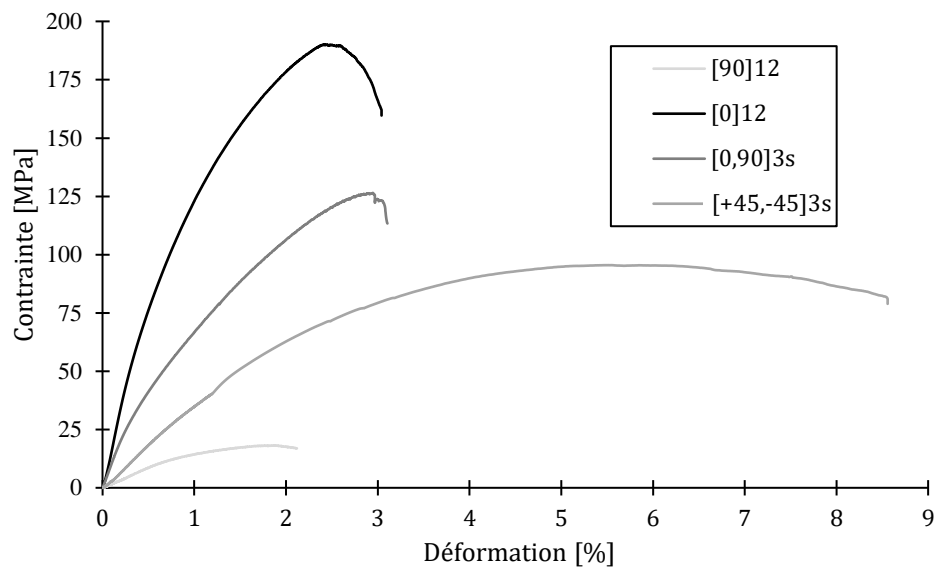


Figure 158 : Essais de flexion sur toutes les orientations testées en régime quasi-statique

La contrainte est calculée suivant la formule suivante :

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (\text{A.1})$$

h est l'épaisseur de l'éprouvette et F est la force mesurée.

Ensuite, le module de flexion est calculé selon la formule suivante :

$$E_f = \frac{L^3}{4bh^3} \left(\frac{\Delta F}{\Delta s} \right) \quad (\text{A.2})$$

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 42 : Résultats des essais de flexion sur les différents empilements

	[0] ₁₂	[0,90] _{3s}	[90,0] _{3s}	[90] ₁₂	[+45,-45] _{3s}
Moyenne module flexion [GPa]	17.26	11.23	7.44	1.83	3.78
Ecart-type module flexion [GPa]	2.42	0.44	0.45	0.18	0.29
Coefficient de variation [%]	14.0	3.9	6.0	9.8	7.7
Moyenne contrainte max. [MPa]	178.72	126.77	110.54	18.43	91.65
Ecart-type contrainte max. [MPa]	17.38	6.21	2.62	1.65	4.66
Coefficient de variation [%]	9.7	4.9	2.4	9.0	5.1
Moyenne déformation max. [%]	2.66	2.82	3.43	1.79	5.50
Ecart-type déformation max. [%]	0.23	0.20	0.22	0.21	0.33
Coefficient de variation [%]	8.6	7.1	6.4	11.7	6.0

VIII. Propriétés des plis renforcés de fibres de lin et des plis renforcés de fibres de verre

Tableau 43 : Propriétés des plis UD Lin/Elium et Verre/Epoxy [16], [239], [240]

	Pli lin UD	Pli verre UD		Pli lin UD	Pli verre UD
X_T	300 MPa	750 MPa	ρ	1350 kg/m ³	1875 kg/m ³
X_C	100 MPa	480 MPa	E_1	24000 MPa	30000 MPa
Y_T	10 MPa	40 MPa	E_2	3700 MPa	8300 MPa
Y_C	50 MPa	140 MPa	E_3	3700 MPa	8300 MPa
S_L	45 MPa	70 MPa	G_{12}	1400 MPa	5000 MPa
S_T	45 MPa	70 MPa	G_{13}	1400 MPa	5000 MPa
			G_{23}	1600 MPa	4000 MPa
			ν_{12}	0.29	0.1
			ν_{13}	0.29	0.1
			ν_{23}	0.30	0.3

Tableau 44 : Propriétés des plis sergés 2x2 Lin/Elium et Verre/Epoxy [16], [241]

	Pli lin sergé 2x2	Pli verre sergé 2x2		Pli lin sergé 2x2	Pli verre sergé 2x2
X_T	150 MPa	400 MPa	ρ	1350 kg/m ³	1875 kg/m ³
X_C	80 MPa	290 MPa	E_1	14000 MPa	26000 MPa
Y_T	150 MPa	400 MPa	E_2	14000 MPa	26000 MPa
Y_C	80 MPa	290 MPa	E_3	3700 MPa	8000 MPa
S_L	60 MPa	50 MPa	G_{12}	1600 MPa	2800 MPa
S_T	60 MPa	50 MPa	G_{13}	1400 MPa	3800 MPa
			G_{23}	1400 MPa	3800 MPa
			ν_{12}	0.22	0.1
			ν_{13}	0.29	0.4
			ν_{23}	0.29	0.4

Sur une approche multi-échelle de l'influence de la vitesse sur le comportement mécanique d'un composite biosourcé Lin/Elium

Résumé

De nombreux verrous persistent pour développer des composites biosourcés dans des pièces mécaniques à hauts niveaux d'exigences (aéronautique, automobile, etc.). L'objectif principal de cette thèse concerne ainsi l'étude multi-échelle du composite et de son renfort en fibres de lin et d'étudier sa sensibilité à la vitesse de déformation à différentes échelles. L'application spécifique visée est un drone longue endurance. Ces recherches sont motivées par un manque de données bibliographiques sur la sensibilité à la vitesse de ce matériau et des modèles de comportement existants non-exhaustifs. La fibre de lin seule a déjà une microstructure composite avec un comportement complexe, différent d'une fibre synthétique et qui mérite ainsi une caractérisation particulière. Ces travaux permettent ainsi de comprendre et de caractériser l'influence de cette microstructure sur le comportement du composite à l'échelle macroscopique et de proposer des modèles d'homogénéisation adéquats. De plus, un modèle constitutif prenant en compte la sensibilité à la vitesse de déformation à l'échelle du composite est proposé sur une large plage de vitesses du quasi-statique au dynamique.

Mots-clés

composite biosourcé / fibre de lin / multi-échelle / sensibilité vitesse de déformation

Abstract

Numerous barriers remain to develop biobased composites in mechanical parts with high requirements (aeronautics, automotive, etc.). The prime objective of this thesis concerns the multi-scale study of the composite and its flax fiber reinforcement and to study its strain rate sensitivity at various scales. The specific application targeted is a long range drone. These researches are motivated by a lack of bibliographical data on the strain rate sensitivity of this material and non-exhaustive existing behavior models. The flax fiber alone already has a composite microstructure with a complex behavior, different from a synthetic fiber and which deserves a particular characterization. This work allows to understand and characterize the influence of this microstructure on the behavior of the composite at the macroscopic scale and to propose adequate homogenization models. Moreover, a constitutive model taking into account the strain rate sensitivity at the composite scale is proposed over a broad range of speeds from quasi-static to dynamic.

Keywords

biobased composite / flax fiber / multi-scale / strain rate sensitivity