HAL
open science

Caractérisation du comportement hygro-mécanique des fibres liberiennes élémentaires issues du chanvre

Ousseynou Cisse

To cite this version:

Ousseynou Cisse. Caractérisation du comportement hygro-mécanique des fibres liberiennes élémentaires issues du chanvre. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Franche-Comté; École normale supérieure de l'enseignement technique et professionnel. Université Cheikh Anta Diop (Dakar (Sénégal)), 2014. Français. NNT : 2014BESA2031 . tel-01294319

HAL Id: tel-01294319

https://theses.hal.science/tel-01294319v1

Submitted on 29 Mar 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

SPIM

Thèse de Doctorat

école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**

UFC UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

Caractérisation du comportement hygro-mécanique des fibres libériennes élémentaires issues du chanvre.

Ousseynou CISSE

SPIM

Thèse de Doctorat

école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**

UFC UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

Projet de thèse présenté par

Ousseynou CISSE

Pour obtenir le

Grade de Docteur de l'Université de Franche-Comté

Spécialité : *Sciences Pour l'Ingénieur*

Caractérisation du comportement hygro-mécanique des fibres libériennes élémentaires issues du chanvre.

Thèse soutenue en cotutelle avec l'université Cheikh Anta Diop, Dakar (Sénégal)

Soutenue le 17 Juillet 2014 devant le jury :

Examinateur :	J. Y. DREAN, Professeur, ENSISA Mulhouse
Rapporteur :	M. GOMINA, Chargé de recherche CNRS, HDR CRISMAT, Caen
Rapporteur :	F. JACQUEMIN, Professeur, Ecole Centrale de Nantes
Directeur de thèse :	L. BOUBAKAR, Professeur, Université de Franche-Comté
Co-directeur de thèse :	I. K. CISSE, Professeur, Ecole Polytechnique de Thiès
Co-encadrant de thèse :	V. PLACET, Ingénieur de recherche HDR, Université de Franche-Comté

Remerciements

C'est avec un grand plaisir que je tiens à exprimer mes remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de mes travaux de thèse.
Ces travaux ont été réalisés dans le cadre d'une co-tutelle entre l'Université de Franche-Comté plus particulièrement dans le département de mécanique appliquée de l'institut Femto-ST de Besançon, et l'Ecole Polytechnique de Thiès du Sénégal.

Je tiens tout d'abord à exprimer toute ma gratitude et mes sincères remerciements à mes tuteurs en France. Mr Lamine Boubakar avec qui j'ai eu le plaisir de travailler depuis ma licence jusqu'à mon doctorat, et Mr Vincent Placet avec qui j'ai eu à travailler durant mon doctorat. Nos rapports ont dépassé le cadre strictement professionnel avec une naissance d'une véritable amitié durant ce travail. Un Grand merci leur est adressé pour leurs soutiens, leurs conseils, leur pédagogie, leurs disponibilités, leur patience etc.…

Je tenais également à remercier Mr Ibrahima Khalil Cissé d'avoir initié cette collaboration dans le cadre d'un transfert de connaissances entre les pays du Nord et ceux du Sud afin de renforcer l'enseignement et la recherche dans notre cher pays le Sénégal.

Je remercie Mr Moussa Gomina (Ecole Nationale Sup d'ingénieurs de CAEN) et Mr Frédérique Jacquemin (Ecole Centrale NANTES), d'avoir accepté de rapporter mon travail. Un remerciement est également adressé à Mr Jean Yves-Drean (Ecole Nationale Sup d'Ing Sud ALSACE) d'avoir accepté d'examiner mon travail. Je tiens aussi à remercier Mr Arnaud Day (Fibres Recherche et Développement) d'avoir accepté de participer au jury en tant qu'invité afin de juger également mon travail.

Je voudrais transmettre mes remerciements à travers Mr Guy Monteil pour tout le personnel du département de mécanique appliquée de l'institut Femto-ST de Besançon pour leur accueil. Des remerciements particuliers sont adressés à toute l'équipe du thème T2DC (tenue aux dommages et durabilité des composites) dans lequel j'ai travaillé durant mon doctorat. Des remerciements particuliers sont également adressés à Mr Camille Garcin et Mr Eric Joseph pour leur soutien ainsi que leurs conseils pour mener à bien les essais réalisés dans ce travail.

Je voudrais aussi remercier le ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche du Sénégal pour l'aide financière accordée pour la réalisation de ce travail. Merci également à la cellule d'Ingénierie de Transfert (CIT) du département de mécanique appliquée de Besançon. Je remercie aussi tout le personnel du service mécanique de l'Ecole Nationale Supérieure de

Mécanique et des Microtechnique de Besançon (ENSMM) de m'avoir accordé leur confiance en m'acceptant en tant qu'attaché temporaire d'enseignement et de recherche. Ce poste m'a permis également d'acquérir de l'expérience en termes d'enseignements.

Je voudrais associer à ces remerciements tous les docteurs, doctorants ou doctorantes que j'ai pu côtoyer durant ce travail, plus particulièrement à tous ceux avec qui j'ai pu partager le bureau 45H. Je leur dis un Grand merci à tous pour leur soutien.

Enfin je dédie ce travail à mes parents et à toute ma famille pour les sacrifices auxquels ils ont consenti pour la réussite de mes études.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE **2**

1 ELEMENTS BIBLIOGRAPHIQUES SUR LES FIBRES D'ORIGINE VEGETALE **4**

1.1 Introduction **4**

1.2 Généralités sur les fibres naturelles **4**
1.2.1 Description générale des fibres issues des plantes annuelles 4
1.2.2 Production et domaines d'application 6

1.3 Fibres libériennes issues du chanvre : Etat des connaissances **7**
1.3.1 De la culture à l'obtention des fibres 8
1.3.2 Architecture et composition biochimique 9
1.3.3 Présence de zones de dislocations et origines 13
1.3.4 Performances mécaniques : Synthèse bibliographique 14

1.4 Caractérisation et Modélisation des fibres végétales : Etat de l'art **16**
1.4.1 Méthodes de caractérisation : Précautions, avantages et inconvénients 16
1.4.2 Performances mécaniques : Dispersion et origine de la variabilité 21
1.4.3 Comportement des fibres 23
1.4.4 Modélisation du comportement des fibres : Etat des connaissances 26

1.5 Conclusions **29**

2 CARACTERISATION DU COMPORTEMENT ET DETERMINATION DES PROPRIETES MECANIQUES DES FIBRES ELEMENTAIRES DE CHANVRE SOUS UN ENVIRONNEMENT CONSTANT EN TRACTION QUASI-STATIQUE **30**

2.1 Introduction **30**

2.2 Caractérisation mécanique des fibres : Matériels et Méthodes **31**
2.2.1 Préparation et isolement des fibres élémentaires de chanvre 31
2.2.2 Méthode de détermination du diamètre extérieur de la fibre 31
2.2.3 Dispositif expérimental de traction sur fibres 33
2.2.4 Micro-traction sous microscope optique 34
2.2.5 Méthode de détermination des propriétés mécaniques de la fibre 35

2.3 Comportement mécanique en traction quasi-statique des fibres **36**
2.3.1 Types de comportement observés 36
2.3.2 Comportement des fibres sous Chargements Répétés Progressifs (CRP) 37
2.3.3 Traction sous microscope optique 42
2.3.4 Interprétation des résultats 43

2.4 Propriétés mécaniques de la fibre élémentaire de chanvre **46**
2.4.1 Variabilité et dispersion des propriétés mécaniques 46
2.4.2 Représentation statistique des résultats de la campagne de mesures 48

2.5 Conclusions **49**

3 INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT SUR LE COMPORTEMENT ET LES PROPRIETES MECANIQUES EN TRACTION QUASI-STATIQUE DES FIBRES ELEMENTAIRES DE CHANVRE **50**

3.1 Introduction **50**

3.2 Influence de l'humidité relative sur le comportement et les performances des fibres **51**
3.2.1 Protocole expérimental 51
3.2.2 Effet de l'humidité relative sur le comportement des fibres 51
3.2.3 Observation MEB des faciès de rupture 53
3.2.4 Effet de l'humidité relative sur les propriétés mécaniques 54

3.3 Influence de la température sur le comportement et les performances des fibres **65**
3.3.1 Protocole expérimental 65
3.3.2 Influence de la température sur le comportement des fibres 65
3.3.3 Les performances mécaniques des fibres sous l'effet de la température 66
3.3.4 Effet du temps d'exposition à la température sur les propriétés mécaniques 68

3.4 Conclusions **70**

4 CARACTERISATION STOCHASTIQUE DU COMPORTEMENT DIFFERE DES FIBRES ELEMENTAIRES DE CHANVRE SOUS ENVIRONNEMENT CONSTANT **71**

4.1 Introduction **71**

4.2 Matériels et Méthodes **72**
4.2.1 Essai de Fluage/Recouvrance 74
4.2.2 Expérience de Relaxation 76

4.3 Résultats expérimentaux **77**
4.3.1 Variabilité et dispersion des résultats 77
4.3.2 Types de comportement observés 79

4.4 Modélisation du comportement différé sous un environnement constant **81**
4.4.1 Modèle mathématique 82
4.4.2 Modèles 1D isotrope 82
4.4.3 Modèle anisotrope 85

4.5 Procédure d'identification paramétrique **87**
4.5.1 Sondage de l'espace des paramètres par un algorithme génétique 87
4.5.2 Convergence locale par un algorithme de recherche heuristique 88

4.6 Choix du modèle **90**

4.7 Conclusions **96**

5 CARACTERISATION DETERMINISTE DU COMPORTEMENT DIFFERE DES FIBRES ELEMENTAIRES DE CHANVRE SOUS CHARGEMENT ET ENVIRONNEMENT VARIABLES 97

5.1 Introduction 97

5.2 Protocole expérimental 98

5.3 Influence de l'humidité relative sur le comportement différé 98

5.3.1 Caractérisation statistique du comportement différé des fibres 98

5.3.2 Caractérisation déterministe du comportement différé des fibres 100

5.3.3 Comportement différé sous climat variable 106

5.4 Influence du chargement sur le comportement différé 110

5.4.1 Niveau de contrainte 110

5.4.2 Comportement différé sous chargements mécaniques cycliques 113

5.5 Conclusions 115

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES 116

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 118

Sommaire des figures

Figure 1-1 : Classification des fibres végétales en fonction de leur origine dans la plante 5
Figure 1-2 : Répartition géographique des différentes fibres issues des plantes annuelles 5
Figure 1-3 : Production mondiale de fibres végétales hors coton et bois 2001-2008 d'après Meirhaeghe (Meirhaeghe, 2011) 6
Figure 1-4 : Nombre d'articles scientifiques publiés par an sur le chanvre d'après Placet (Placet, 2013) 7
Figure 1-5 : Stades de développement de la culture de chanvre d'après FRD (FRD, 2011) 8
Figure 1-6 : Produits et rendements obtenus après transformation des pailles de chanvre d'après FRD (FRD, 2011) 8
Figure 1-7 : Illustration multi-échelle de la tige de chanvre à la micro-fibrille.....9
Figure 1-8 : Coupe transversale de la tige de chanvre colorée à l'acridine orange. Microscopie confocale à balayage laser d'après Abot (Abot, 2010). Ep : épiderme ; Fp : fibres primaires ; Ph : phloème ; R : rayons parenchymateux ; Fs : fibres secondaires ; Cb : cambium ; Xy : xylème. 9
Figure 1-9 : Structure interne d'une fibre élémentaire de chanvre, image adaptée des travaux de Thygesen (Thygesen, 2006) 10
Figure 1-10 : Mise en évidence après dégradation par des champignons de plusieurs sous-couches au sein de S2 sur une coupe transversale d'une fibre élémentaire de chanvre selon Thygesen (Thygesen, 2006) 10
Figure 1-11 : Structure moléculaire de la cellulose 11
Figure 1-12 : Exemple de structure moléculaire d'une hémicellulose 12
Figure 1-13 : Coupe transversale d'une tige de chanvre, mise en évidence des zones riches en lignine à l'aide de colorant d'après Crônier et al (Crônier et al., 2005) 12
Figure 1-14 : Exemple de structure moléculaire d'une lignine.....13
Figure 1-15 : Illustration des différentes parois cellulaires d'une fibre.....13
Figure 1-16 : Mise en évidence des zones de dislocations d'une fibre de chanvre sous microscope optique à lumière polarisée selon Thygesen et al. (Thygesen et al., 2006) 14
Figure 1-17 : Illustration du défibrage mécanique des tiges de chanvre 14
Figure 1-18 : Synthèse bibliographique des performances mécaniques des fibres de chanvre 15
Figure 1-19 : Mise en évidence de la structure interne de deux fibres de chanvre d'une trentaine de microns de diamètre extérieur. a. : fibre élémentaire ; b. : faisceau d'une douzaine de fibres élémentaires. Extrait des travaux de Placet (Placet, 2013) 17
Figure 1-20 : Profil transversal (a) et longitudinal (b) d'une fibre élémentaire de lin. Extraits respectivement des travaux d'Aslan et al. et Charlet (Aslan et al., 2011; Charlet, 2008) 17
Figure 1-21 : Types de positionnement de la fibre sur un dispositif expérimental de traction. a. : Extrait de Placet et al (Placet, 2009) ; b. : Extrait de Yu et al (Yu et al., 2010) 18
Figure 1-22 : Illustration d'un dispositif expérimental pour l'étude du comportement dynamique des fibres. Extrait des travaux de Więcek (Więcek, 2014).....18
Figure 1-23 : Illustration d'un test de compression sur fibre. Extrait de Bos (Bos, 2004) 19
Figure 1-24 : Mise en évidence des dislocations d'une fibre de lin lors de sa mise en compression d'après Bos (Bos, 2004) 19
Figure 1-25 : Développement d'un dispositif expérimental pour caractériser des échantillons e paroi de fibres de bois en flexion selon Orso et al (Orso et al., 2006).....20

Figure 1-26 : Illustration de la caractérisation par nanoindentation à l'échelle de la paroi des fibres de lin d'après Bourmaund (Bourmaud, 2011) 20
Figure 1-27 : Evolution de la contrainte à rupture en fonction du diamètre des fibres. Données FRD® 21
Figure 1-28 : Synthèse bibliographique des différents facteurs influençant les propriétés mécaniques des fibres 22
Figure 1-29 : Synthèse des types de comportement observés sur des fibres végétales. Selon les auteurs (Baley, 2002; Duval et al., 2011; Page and EI-Hosseiny, 1971) 23
Figure 1-30 : Evolution de la contrainte et de l'AMF en fonction de la déformation des fibres de bois d'après Burgert (Burgert, 2006) 24
Figure 1-31 : Mise en évidence du niveau d'HR sur la déformation différée des fibres de bambou selon Yu et al. (Yu et al., 2010) 24
Figure 1-32 : Réponse d'une fibre élémentaire de bois sous chargement hygro-mécanique en échelle logarithmique des temps selon Dong et al. (Dong et al., 2009) 25
Figure 1-33 : Modèle multi-couche d'une fibre selon Gassan et al. (Gassan et al., 2001) 26
Figure 1-34 : Evolution du module longitudinal en fonction de l'AMF. Model 'A' : non prise en compte du lumen ; Model 'B' : prise en compte du lumen. Extrait de Gassan et al. (Gassan et al., 2001) 27
Figure 2-1 : Préparation de la fibre élémentaire de chanvre à un essai de traction 31
Figure 2-2 : Diagramme barre du nombre de mesures du diamètre extérieur moyen sur une fibre élémentaire de chanvre 32
Figure 2-3 : Répartition du diamètre moyen extérieur des fibres de chanvre 33
Figure 2-4 : Dispositif expérimental pour caractériser les fibres en traction quasi-statique sous un environnement contrôlé 34
Figure 2-5 : Machine de traction pour fibre élémentaire sous microscope optique 34
Figure 2-6 : Types de comportement des fibres élémentaires de chanvre en traction quasi-statique sous environnement constant (T=23°C ; HR=25%) 36
Figure 2-7 : Type de comportement majoritaire chez les fibres élémentaires de chanvre 37
Figure 2-8 : Charges cycliques progressives appliquées à une fibre (T=23°C ; HR=25%) 38
Figure 2-9 : Diagramme Contrainte/Déformation d'une fibre élémentaire sous charges progressives (T=23°C ; HR=25%) 38
Figure 2-10 : Module d'Young normalisé en fonction du niveau de chargement pour différentes fibres 39
Figure 2-11 : Charges cycliques progressives appliquées à une fibre avec un temps de pause pour chaque cycle (T=23°C ; HR=25%) 39
Figure 2-12 : Diagramme Contrainte/Déformation sous charges progressives (T=23°C ; HR=25%) 40
Figure 2-13 : Chargements cycliques répétés progressifs appliqués à une fibre élémentaire (T=23°C ; HR=25%) 40
Figure 2-14 : Diagramme Contrainte/Déformation sous l'effet de charges cycliques répétées progressives (T=23°C ; HR=25%) 41
Figure 2-15 : Evolution de la rigidité normalisée en fonction du nombre de cycles 41
Figure 2-16 : Observation sous microscope optique LMP d'une fibre élémentaire soumise à un CRP 42
Figure 2-17 : Disparition et réapparition des zones de défauts 43
Figure 2-18 : Evolution de la contrainte et de l'AMF en fonction de la déformation des fibres d'après Placet et al. (Placet et al., 2011) 44

Figure 2-19 : Illustration de l'origine possible du comportement non-linéaire de la fibre en traction quasi-statique....45
Figure 2-20 : Diagramme Contrainte/Déformation d'une fibre élémentaire de chanvre....46
Figure 2-21 : (a.) Module d'Young ; (b.) contrainte à rupture ; (c.) déformation à rupture en fonction du diamètre extérieur moyen des fibres (T=23°C ; HR=25%)....47
Figure 2-22 : Distribution du module d'Young (a), et de la contrainte à rupture (b)....48
Figure 3-1 : Evolution du taux d'humidité des fibres de chanvre en fonction de l'HR environnant à 25°C d'après Hill (Hill et al., 2009)....51
Figure 3-2 : Types de comportement observés (a) ; Distribution des types de comportement (b) en fonction du niveau d'HR....52
Figure 3-3 : Illustration schématique des sites de sorptions dans la paroi cellulaire des fibres végétales. Extrait d'Okubayashi (Okubayashi et al., 2004)....53
Figure 3-4 : Faciès de rupture des fibres à différentes HR sous MEB....53
Figure 3-5 : Propriétés mécaniques en fonction du diamètre moyen extérieur pour différents niveaux d'HR....55
Figure 3-6 : Illustration d'une boite à moustaches....56
Figure 3-7 : Représentation statistique des propriétés mécaniques en fonction du niveau d'HR (a. module d'Young ; b. contrainte à rupture ; c. déformation à rupture)....57
Figure 3-8 : Evolution de la contrainte en fonction du diamètre moyen extérieur pour différents niveaux d'HR (a) ; évolution des valeurs extrêmes (b)....58
Figure 3-9 : Evolution de la distribution de Weibull pour différents niveaux d'HR....60
Figure 3-10 : Charges cycliques répétées sous différents paliers d'HR (T = 23 ±1.5°C)....62
Figure 3-11 : Module d'Young en fonction du niveau d'HR (T = 23 ±1.5°C)....63
Figure 3-12 : Module d'Young en fonction du niveau d'HR avec ou sans prise en compte des variations dimensionnelles....64
Figure 3-13 : Types de comportement observés sous différents niveaux de température....66
Figure 3-14 : Propriétés mécaniques en fonction de la température (a. Module d'Young ; b. Contrainte à rupture ; c. Déformation à rupture)....67
Figure 3-15 : Propriétés mécaniques en fonction du temps d'exposition à une température (a. Module d'Young ; b. Contrainte à rupture ; c. Déformation à rupture)....69
Figure 4-1 : Illustration de la méthode utilisée pour caractériser le comportement différé de la fibre élémentaire de chanvre....72
Figure 4-2 : Diagramme force/déplacement d'une fibre élémentaire de chanvre testée en traction quasi-statique....73
Figure 4-3 : Effort en fonction du temps (a), diagramme contrainte/déformation (b)....74
Figure 4-4 : Essai de fluage/recouvrance d'une fibre élémentaire de chanvre sous un environnement constant (HR= 50% ±2.5 ; T= 23°C ±1.5)....75
Figure 4-5 : Essai de relaxation d'une fibre élémentaire de chanvre sous environnement constant (HR=50% ±2.5, T=23°C ±1.5)....76
Figure 4-6 : Evolution de la déformation totale au cours du temps pour une campagne de mesures en fluage sur fibres élémentaires de chanvre (T= 23°C ±1.5, HR= 50% ±2.5, σ = 50 MPa ±2)....77
Figure 4-7 : (a) Déformations différées des fibres élémentaires de chanvre, (b) Déformations différées normalisées....79
Figure 4-8 : (a) Evolution des déformations différées en fonction du logarithme du temps, (b) Mise en évidence de 3 types de réponses....80

Figure 4-9 : Fonction de fluage d'une fibre élémentaire de chanvre 81
Figure 4-10 : Représentation schématique du modèle de Kelvin-Voigt 82
Figure 4-11 : Représentation schématique du modèle de Kelvin-Voigt généralisé 83
Figure 4-12 : Distribution des rigidités en fonction du logarithme des temps de relaxation 84
Figure 4-13 : Principe de fonctionnement de l'algorithme génétique 87
Figure 4-14 : Evolutions possibles de la fonction coût en fonction d'un paramètre d'après (Carbillet, 2005) 88
Figure 4-15 : Principe de fonctionnement de l'algorithme hybride 89
Figure 4-16 : Trois types de réponses différées des fibres élémentaires de chanvre, échelle temporelle linéaire (a), échelle logarithmique (b) 90
Figure 4-17 : Résultat du modèle MAThématique sur les trois types de réponses 90
Figure 4-18 : Résultat du modèle de Kelvin-Voigt Généralisé à distribution Spectrale sur les trois types de réponses, échelle temporelle linéaire (a), échelle logarithmique (b) 91
Figure 4-19 : Résultat du modèle de Kelvin-Voigt Généralisé sur le type 2 92
Figure 4-20 : Différentes possibilités de troncatures du spectre 92
Figure 4-21 : Effet de la troncature sur la réponse du modèle de KVG_ST 92
Figure 4-22 : Résultat du modèle de Kelvin-Voigt Généralisé à distribution Spectrale Tronquée, échelle temporelle linéaire (a), échelle logarithmique (b) 93
Figure 4-23 : Résultats du modèle anisotrope sur les trois types de comportement 94
Figure 4-24 : Distribution des μ_i en fonction des τ_i pour les différents types de comportement 95
Figure 5-1 : Campagne de fluage sur fibre élémentaire de chanvre à différents niveaux d'HR et à température ambiante 99
Figure 5-2 : Essai de fluage sur fibre élémentaire, charge appliquée (a.), déformation totale, HR en fonction du temps (b.) 100
Figure 5-3 : Isotherme de sorption d'eau d'une fibre élémentaire de chanvre d'après (Hill et al., 2009) 101
Figure 5-4 : Charge-décharge appliquée, HR en fonction du temps (a.), déformation résultante en fonction du temps (b.) 102
Figure 5-5 : Evolution des déformations totales résultantes du chargement en fluage pour différents niveaux d'HR en fonction du temps 103
Figure 5-6 : Déformations différées aux différents niveaux d'HR sur une fibre élémentaire 104
Figure 5-7 : Déformation différée normalisée échelle temporelle linéaire (a) ; échelle logarithmique (b) 104
Figure 5-8 : Déformation différée pour chaque niveau d'HR en fonction du temps sur trois fibres différentes 105
Figure 5-9 : Déformations différées normalisées échelle temporelle linéaire (gauche) ; échelle logarithmique (droite) 106
Figure 5-10 : Fluage mécanosorptif à vitesse d'humidification 8%HR/min, échelle temporelle linéaire (a) ; échelle logarithmique (b) 106
Figure 5-11 : Fluage mécanosorptif à vitesse d'humidification 20%HR/min, échelle temporelle linéaire (a) ; échelle logarithmique (b) 107
Figure 5-12 : Fluage mécanosorptif à deux vitesses d'humidification (20 et 8%HR/min) sur une même fibre échelle linéaire temporelle (a), échelle logarithmique (b) 108
Figure 5-13 : Illustration schématique de l'effet d'une variation d'HR à l'échelle de la paroi cellulaire des microfibrilles 109

Figure 5-14 : Essais de fluage à différents niveaux de chargement (HR=50 ± 2.5%; T=23 ± 1.5°C).....110
Figure 5-15 : Déformations totales des différents niveaux de chargement.....111
Figure 5-16 : Déformations différées des différents niveaux de chargement.....112
Figure 5-17 : Chargement mécanique cyclique 1 113
Figure 5-18 : Déformation différé résultante du chargement mécanique cyclique.....113
Figure 5-19 : Chargement mécanique cyclique 2 114
Figure 5-20 : Déformation différée résultante du chargement mécanique cyclique 2 114

Sommaire des tableaux

Tableau 1.1 : Besoins totaux en fibres végétales pour des applications matériaux. Extrait FRD (FRD, 2011) 7
Tableau 1.2 : Proportions des différents constituants des fibres libériennes de chanvre selon Bonatti et al. (Bonatti et al., 2004), Crônier et al. (Crônier et al., 2005), Dai (Dai, 2010) et Thygesen (Thygesen, 2006) 11
Tableau 1.3 : Grandeurs déterminées sur des fibres élémentaires de bois sous un chargement hygro-mécanique d'après Olsson et al. (Olsson et al., 2006) 25
Tableau 1.4 : Synthèse de quelques modèles 3 D de la littérature pour les fibres végétales 27
Tableau 2.1 : Mesure du diamètre extérieur moyen sur une fibre élémentaire de chanvre 32
Tableau 2.2 : Modules de rigidité apparente à la décharge pour des différents niveaux de chargement (r : rupture) 38
Tableau 2.3 : Propriétés mécaniques des fibres en traction (T=23°C ; HR=25%) 46
Tableau 2.4 : Valeurs des paramètres identifiés 48
Tableau 3.1 : Module d'Young, Contrainte à rupture et Déformation à rupture pour différents niveaux d'HR 54
Tableau 3.2 : Paramètres de la régression logarithmique de l'évolution de la contrainte à rupture en fonction du diamètre pour différents niveaux d'HR 58
Tableau 3.3 : Paramètres de la régression linéaire des distributions de Weibull 60
Tableau 3.4 : Module tangent initial sous différents niveaux d'HR (T = 23 ±1.5°C) 62
Tableau 3.5 : Module d'Young, contrainte à rupture et déformation à rupture pour différents niveaux de température 68
Tableau 3.6 : Module d'Young, contrainte à rupture et déformation à rupture pour différents temps d'exposition à une température 68
Tableau 4.1 : Module d'Young apparent instantané, déformations instantanées, différées et totales déterminées au cours d'une campagne de fluage 78
Tableau 4.2 : Valeurs des paramètres identifiés sur les trois types de comportement 95
Tableau 5.1 : Déformation totale cumulée pour chaque niveau d'HR 101
Tableau 5.2 : Module d'Young apparent instantané (charge/décharge), Déformation instantanée, Déformation différée pour chaque niveau d'HR 104
Tableau 5.3 : Module d'Young apparent instantané, Déformation instantanée, Déformation différée (3 600s et 10 000s) pour chaque niveau de contrainte 111

Abréviations

INRA : Institut National de la Recherche Agronomique

FRD : Fibre Recherche et Développement

LCDA : La Chanvrière De l'Aube

AMF : Angle des Micro-Fibrilles

HR : Humidité Relative

MO LMP : Microscope Optique à Lumière Polarisée

MEB : Microscope Electronique à Balayage

CRP : Chargement Répété Progressif

Introduction générale

Face aux problèmes environnementaux actuels, les matériaux structurels légers d'origine biologique, tels que les composites à fibres végétales, suscitent un intérêt grandissant et de nombreuses investigations, tant au niveau académique qu'industriel. Ceci s'explique notamment par des enjeux écologiques (utilisation de fibres végétales en remplacement de fibres de verre, biodégradation et recyclage possibles), techniques (gain de poids et obtention de bonnes propriétés mécaniques spécifiques), et socio-économiques. Effectivement les fibres végétales présentent un faible coût de production et sont une source de création d'emplois dans les pays émergents producteurs de fibres.

De nombreux efforts ont été consentis ces dernières années pour obtenir des composites avec une forte interaction physique entre la fibre végétale et une matrice polymère, notamment par des modifications chimiques de la fibre, des traitements chimiques de la matrice ou par l'ajout d'agent couplant, cette interaction dictant les propriétés macroscopiques du composite. Des premières réalisations en composites à base de polymère thermoplastique répondent ainsi au cahier des charges d'applications en tant que matériaux de remplissage dans l'industrie automobile, la plasturgie et dans le secteur de la construction, marché en pleine expansion.

Considérant les performances mécaniques assez exceptionnelles de certaines fibres (lin, chanvre,…), il est possible d'envisager une valorisation dans des applications structurelles. Pour accéder à ces applications à haute performance et forte valeur ajoutée, il est nécessaire de lever certains verrous scientifiques liés aux procédés d'extraction et de transformation des fibres végétales, à leur caractérisation mécanique, aux méthodes de conception et aux procédés de fabrication. En ce qui concerne le comportement mécanique des fibres végétales, la littérature fait état d'une forte dispersion des propriétés et d'une sensibilité à l'humidité et à la température. Contrairement aux composites à matrice organique renforcés par des fibres continues de verre ou de carbone, les conditions environnementales peuvent non seulement affecter le comportement de la matrice, mais également celui des fibres, dans le cas de composites renforcés par des fibres végétales.

Dans les applications composites, les fibres d'origine végétale peuvent être soumises à des sollicitations hygrothermiques plus ou moins sévères, à la fois au cours du procédé de fabrication et lors de leur utilisation en service. Afin de valoriser pleinement cette ressource naturelle une bonne compréhension de leur comportement et de leurs propriétés mécaniques ainsi que la maîtrise de leur durabilité sont requises sous des conditions environnementales contrôlées.

Dans le cadre de cette thèse, nous proposons d'apporter des éléments de compréhension au niveau du comportement hygro-mécanique des fibres libériennes de chanvre. Pour comprendre et caractériser ce comportement couplé complexe, une caractérisation expérimentale déterministe en traction est proposée à l'échelle de fibres élémentaires isolées. Afin d'intégrer les fortes dispersions au niveau des propriétés mécaniques, un travail de caractérisation stochastique est également proposé.

Cette thèse s'est déroulée en co-tutelle entre l'Ecole Polytechnique de Thiès du Sénégal et l'Université de Franche-Comté. Le travail a été réalisé au Département de Mécanique Appliquée de l'institut FEMTO-ST à Besançon. Le choix du type de fibre a été motivé par des considérations liées aux activités de l'équipe bisontine. Evidemment, tous les outils et méthodologies et le savoir-faire

que j'ai acquis au cours de ces années de thèse ont vocation à être transféré à des ressources végétales disponibles au Sénégal.

Ce manuscrit comporte cinq grandes parties.

Dans le chapitre 1, un état de l'art sur les fibres d'origine végétale est réalisé. Ce chapitre propose dans une première partie quelques généralités sur les fibres naturelles ainsi que leurs utilisations dans des applications « matériaux ». Dans une seconde partie, un focus est fait sur l'état des connaissances portant sur les fibres libériennes issues du chanvre. Cette partie permet également de situer notre positionnement et nos contributions par rapport à l'existant. La troisième et dernière partie est dédiée à un état de l'art sur les méthodes de caractérisation et la modélisation mécanique des fibres d'origine végétale.

Dans le chapitre 2, une caractérisation du comportement et des propriétés mécaniques des fibres élémentaires de chanvre sous un environnement constant en traction quasi-statique est proposée. Après une présentation des matériels et des méthodes utilisées pour ce travail de caractérisation, les types de comportement observés expérimentalement sont présentés. Des essais plus complexes, mettant en œuvre des chemins de chargements plus évolués ainsi que des observations *in-situ* sont proposés afin d'apporter des éléments de compréhension sur les origines de ces types de comportement. Dans la dernière partie, la variabilité ainsi que la dispersion des propriétés mécaniques sont caractérisées à l'aide d'outils statistiques.

Le chapitre 3 propose une étude de l'influence des conditions environnementales (température, humidité relative) sur le comportement et les propriétés mécaniques des fibres. Ce chapitre comporte deux parties principales. La première est dédiée à l'influence de l'humidité relative (HR) sur le comportement et les propriétés mécaniques. Des approches déterministes et stochastiques sont proposées dans cette partie. La seconde partie porte sur la caractérisation de l'influence de la température sur le comportement et les propriétés mécaniques des fibres.

Dans le chapitre 4, nous proposons une caractérisation statistique du comportement différé des fibres élémentaires de chanvre sous un environnement constant. Ce chapitre propose, après avoir présenté les matériels et les méthodes utilisés, une synthèse des résultats expérimentaux collectés. Dans une troisième partie, plusieurs modèles sont présentés et proposés pour simuler le comportement viscoélastique des fibres de chanvre. Leur capacité à décrire l'ensemble des comportements différés observés expérimentalement est évaluée et comparée. L'identification des paramètres des modèles est réalisée à l'aide d'une méthode heuristique hybride alliant un algorithme de sondage de l'espace et une méthode de convergence locale.

Enfin dans le chapitre 5 et le dernier, nous proposons une caractérisation déterministe du comportement des fibres de chanvre sous chargement et environnement variables. L'influence de l'HR sur le comportement différé est abordée dans une première partie. L'influence du niveau de chargement sur le comportement différé des fibres est traitée dans une seconde partie. Le dernier paragraphe investigue le comportement différé en présence d'un cyclage mécanique.

Un rappel des différents résultats expérimentaux collectés durant ces travaux est présenté en conclusion. Les perspectives pour des projets futurs liés à ces sujets sont également abordées.

1 Eléments bibliographiques sur les fibres d'origine végétale

1.1 Introduction

Ce chapitre de notre travail consiste à faire un état de l'art relativement exhaustif sur les fibres végétales. Il est composé de trois parties. Une définition générale des fibres naturelles, leur origine ainsi que leurs possibilités d'utilisation pour des applications matériaux est abordée dans une première partie. Afin de positionner notre contribution dans la suite de ce chapitre, un focus est proposé sur l'état des connaissances des fibres libériennes issues du chanvre dans une seconde partie. Et enfin, dans une troisième et dernière partie, un état de l'art est établit sur la caractérisation et la modélisation des fibres d'origine végétale.

1.2 Généralités sur les fibres naturelles

Les fibres naturelles, selon leur origine, peuvent être distinguées en trois grands groupes : les fibres minérales, les fibres animales et les fibres végétales.

- Les fibres minérales à base d'amiante ont été découvertes vers la fin du 19^{éme} siècle. Elles sont utilisées pour leurs remarquables propriétés thermiques et électriques. Cependant l'utilisation de ce matériau est interdite dans de nombreux pays depuis les années 1990, suite aux graves problèmes de santé qu'il peut engendrer.
- Les fibres animales, peuvent être classées en trois groupes principaux selon les différents types de récolte. Il s'agit :
    - de laine obtenue à partir de la tonte des ovins.
    - de poils récoltés lorsque l'animal (chameau, lama…) mue.
    - Du ver à soie ainsi que la soie naturelle obtenue par la sécrétion de nombreux arthropodes (araignée).

    Les travaux de Dinh et al. (Dinh et al., 2009) montrent d'excellentes propriétés mécaniques en terme de résistance et d'allongement à rupture des fibres de soie. Malgré ces remarquables performances, une production de masse ne peut être que difficilement envisagée.
- Les fibres végétales, pour lesquelles deux groupes peuvent être distingués.
    - Les fibres issues des plantes annuelles, c'est à dire des plantes qui ont un cycle de vie inférieur à une année.
    - Et les fibres issues des plantes pluriannuelles, dont le cycle de vie s'inscrit sur plusieurs années.

Un focus est réalisé sur les fibres issues des plantes annuelles dans la suite de cette partie.

1.2.1 Description générale des fibres issues des plantes annuelles

En général, les fibres issues des plantes annuelles sont classées en quatre grandes familles selon leur origine dans la plante (Figure 1-1). Elles peuvent être issues des tiges (chanvre, lin, jute…), des feuilles (sisal, abaca, alfa…), des graines (kapok…) et également des fruits (coco,…). Selon leur fonction dans la plante, leurs performances mécaniques diffèrent également. En effet les fibres localisées dans la tige jouent un rôle de soutien mécanique dans la plante. Cette fonction leur confère des performances mécaniques élevées qui expliquent l'intérêt grandissant qui leur est porté.

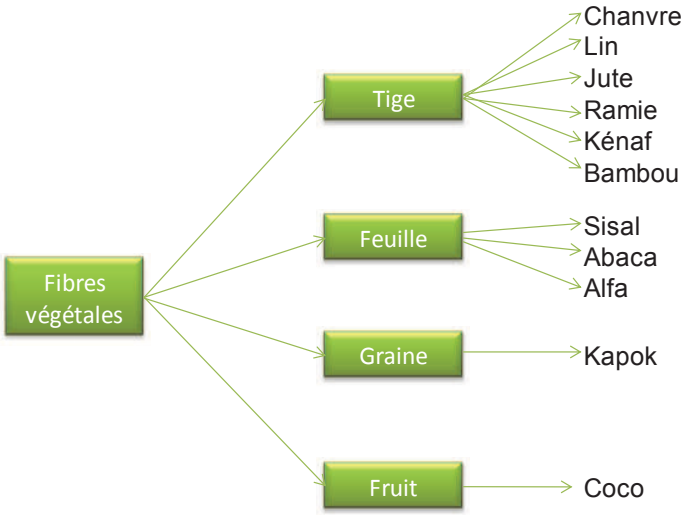


Figure 1-1 : Classification des fibres végétales en fonction de leur origine dans la plante

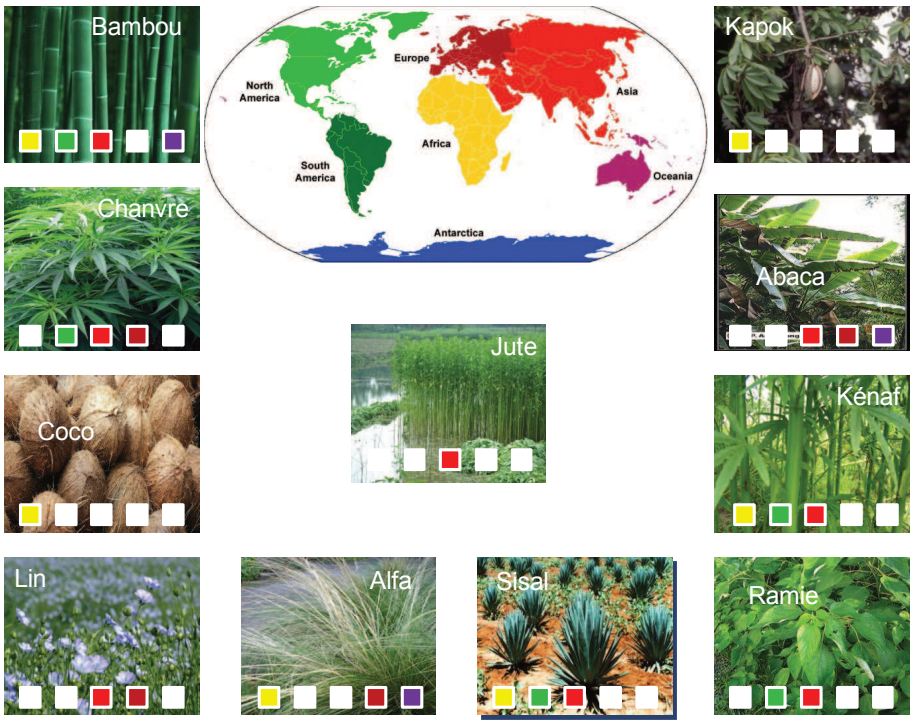


Figure 1-2 : Répartition géographique des différentes fibres issues des plantes annuelles

Selon les conditions climatiques et la nature du sol, ces différentes espèces se développent de manière privilégiée dans certaines parties du globe. Leur disponibilité est illustrée sur la Figure 1-2. Ainsi quatre grandes zones géographiques se distinguent pour la production des fibres végétales : l'Asie du sud, l'Europe, l'Amérique du sud et l'Afrique. Le choix des fibres végétales pour les applications visées est piloté à la fois par la disponibilité de la ressource, sa présence locale et par ses performances.

1.2.2 Production et domaines d'application

La production mondiale relevée entre 2001 et 2008 par la FAO pour les fibres végétales (hors coton et bois) est présentée sur la Figure 1-3. La moyenne de la production mondiale est estimée à environ 6 200 KT/an dont la moitié est issue de la culture du jute et de ses fibres apparentées. Les fibres les plus représentées ensuite sont le coco et le lin.

Le continent asiatique représente la zone de production la plus importante au niveau mondial avec plus de 2 500 KT/an pour une culture essentiellement basée sur le jute. Le continent européen marque sa présence au niveau mondial avec une production d'environ 214 KT/an, essentiellement basée sur le lin et le chanvre. Les continents américain et africain cultivent principalement le sisal avec des productions estimées respectivement à 175 et 50 KT/an.

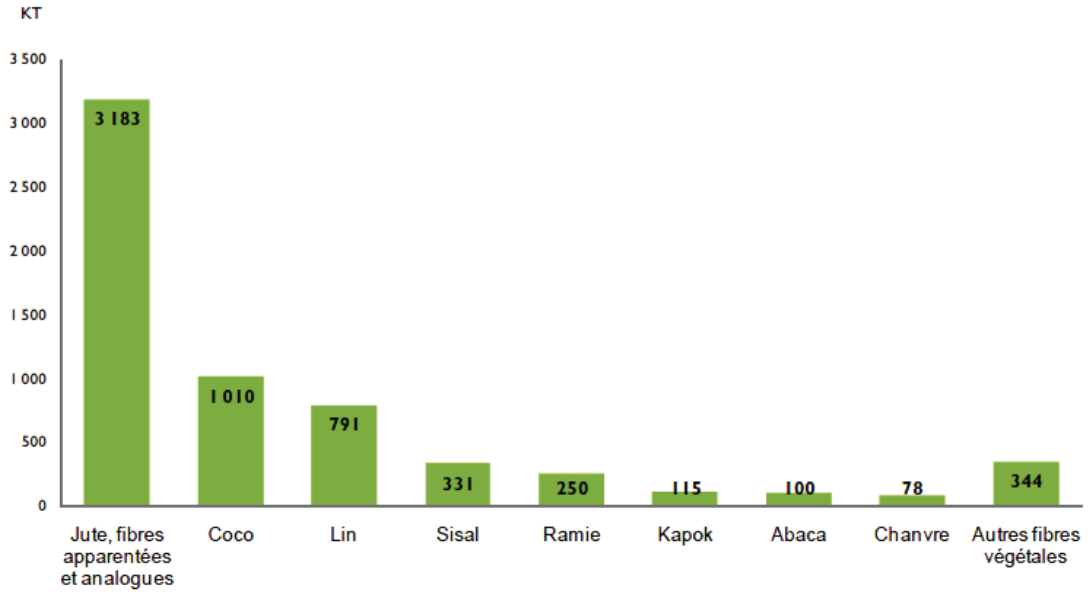


Figure 1-3 : Production mondiale de fibres végétales hors coton et bois 2001-2008 d'après Meirhaeghe (Meirhaeghe, 2011)

En plus de leurs performances mécaniques élevées, comparables pour certaines aux fibres de verre, les fibres végétales telles que le lin ou le chanvre présentent d'autres avantages. Leur faible densité d'environ 1.5 contre 2.5 pour les fibres de verre, constitue un atout majeur pour l'allégement de structures dans le secteur des transports. Elles présentent également d'excellentes qualités en termes de résistance thermique et d'absorption phonique, propriétés intéressantes pour les secteurs du bâtiment et du transport. Dans une démarche de développement durable et de réduction de l'impact environnementale des matériaux, leur biodégradabilité est également un atout majeur, en particulier dans le secteur de l'emballage. Le lin et le chanvre sont les fibres les plus cultivées en Europe, leurs domaines d'application dans le futur se situent pour l'essentiel dans les secteurs tels que le transport, l'automobile et le bâtiment (Meirhaeghe, 2011).

Une évaluation des besoins futurs en fibres dans ces secteurs évoqués est présentée dans le Tableau 1.1. Les prévisions montrent une augmentation de 350% de la part des surfaces actuelles pour satisfaire la demande en fibres à l'horizon de 2030. Cependant, même si les prévisions indiquent une augmentation des besoins en lin et également en chanvre, un niveau inégal de connaissances et de recherche est observé dans la littérature entre ces deux espèces. En effet, la plupart des activités de recherche dans la littérature concernent le lin et les composites renforcés par des fibres de lin. Une

intensification des activités de recherche concernant les fibres de chanvre est nécessaire pour accéder à certaines utilisations.

ANNEE	VOLUMES (t)		SURFACES nécessaires *(lin et chanvre)*	Part des surfaces actuelles
	Fibres végétales	Granulats		
Actuellement (2005)	8 000	2 000	2 977 ha	4 %
A 10 ans	159 000	219 000	157 000 ha	190 %
A 25 ans	317 000	340 000	290 000 ha	350 %

Tableau 1.1 : Besoins totaux en fibres végétales pour des applications matériaux. Extrait FRD (FRD, 2011)

Mes travaux de thèse s'inscrivent dans une démarche de transfert de connaissances entre les pays du nord et ceux du sud et ont pour principal objectif de valoriser les ressources naturelles disponibles au niveau local. Pour les raisons évoquées précédemment, une contribution à la valorisation des fibres de chanvre est proposée dans mes travaux, néanmoins les connaissances acquises durant les investigations pourront servir pour les fibres disponibles au Sénégal.
Dans ce contexte, nous proposons dans le paragraphe suivant d'effectuer l'état des connaissances sur les fibres libériennes issues du chanvre.

1.3 Fibres libériennes issues du chanvre : Etat des connaissances

Un réel déficit au niveau des connaissances sur les fibres libériennes issues du chanvre apparait dans les activités de recherche. Ce déficit est sans doute lié à l'histoire de la culture du chanvre, et à la production des substances psychotropes. Grâce à des sélections variétales et des manipulations génétiques réalisées par l'INRA, des cultivars donnant une faible teneur en TetraHydroCannabinol (THC), ont permis la renaissance de la culture du chanvre à partir des années 1970. Cependant il faudra attendre environ 25 ans pour observer une croissance des activités de recherche sur le chanvre, comme en témoigne la (Figure 1-4). La croissance des activités de recherche est liée à l'émergence de nouveaux secteurs de valorisation, tels que ceux à usages composites.

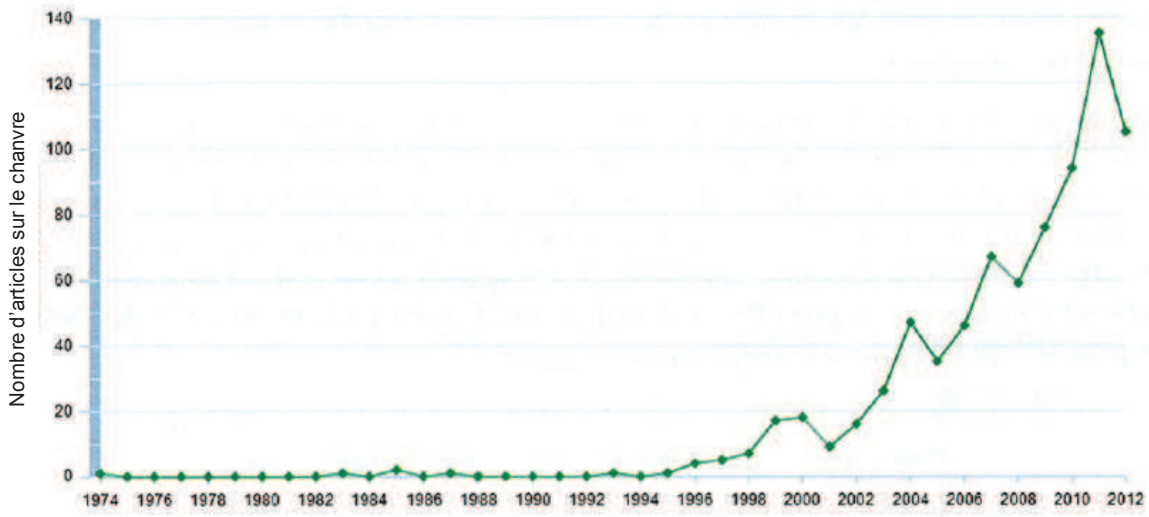


Figure 1-4 : Nombre d'articles scientifiques publiés par an sur le chanvre d'après Placet (Placet, 2013)

1.3.1 De la culture à l'obtention des fibres

Le chanvre est une plante rudérale, c'est-à-dire peu exigeante en terme pédoclimatique. Elle est d'une grande vitalité, nécessitant aucune irrigation et aucun produit phytosanitaire. Peu d'apport en fertilisant est nécessaire conduisant à des demandes d'interventions limitées. Elle constitue également une bonne « tête d'assolement ». Du fait de sa croissance rapide elle est un gros consommateur de CO_2. Sous de bonnes conditions de sol et de climat, le cycle complet des variétés cultivées en France est compris entre 120 et 150 jours (Figure 1-5).

Figure 1-5 : Stades de développement de la culture de chanvre d'après FRD (FRD, 2011)

A maturité des plantes, les tiges sont fauchées. Cette étape est suivie d'une phase de rouissage et de séchage (Septembre-Octobre). Contrairement au lin, cette phase de rouissage permettant la destruction de la lamelle mitoyenne qui relie les faisceaux de fibres entre eux, n'est pas systématique dans le cas du chanvre. Après fauchage, les tiges de chanvre peuvent être acheminées vers un lieu de transformation industrielle afin d'extraire les fibres du xylème (chènevotte) et les fibres libériennes, dites fibres techniques, par des procédés mécaniques. Les fibres libériennes sont organisées sous forme de faisceaux dans la zone périphérique de la tige. Chaque faisceau contenant quelques dizaines de fibres élémentaires qui sont liées les unes aux autres par une interface pectique.

Les différents produits obtenus ainsi que leur proportion après extraction sont présentés sur la Figure 1-6. En France, sur une surface cultivée annuellement d'environ 8 000 à 10 000 ha, le rendement des pailles est estimé à environ 7 tonnes/ha selon FRD (FRD, 2011). Les fibres techniques représentent 29 à 32% du poids de la paille et sont à destination des marchés principaux de la papeterie, du bâtiment, de l'automobile…. Les chènevottes représentent 55% du poids de la paille et sont valorisées dans les marchés principaux du paillage horticole, du bâtiment, du bien-être animal…. Les poudres représentent environ 10 à 15%, elles sont compactées et utilisées pour d'autres applications à faible valeur ajoutée. Les résidus représentant 2 à 5% sont considérés comme des déchets.

La Figure 1-7 illustre les différentes échelles de la tige de chanvre à la micro-fibrille.

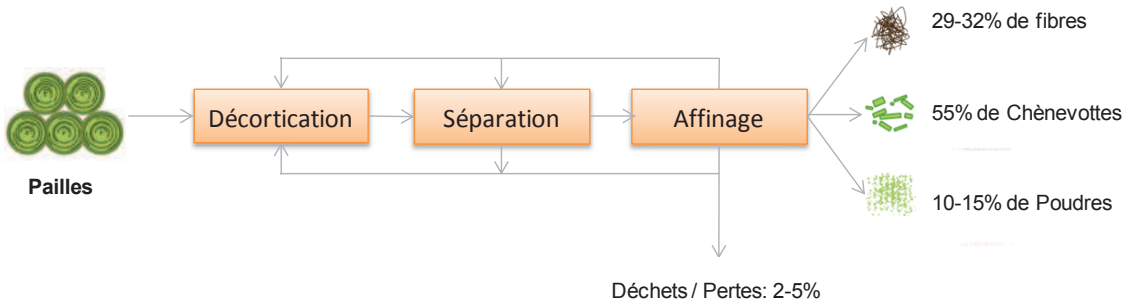


Figure 1-6 : Produits et rendements obtenus après transformation des pailles de chanvre d'après FRD (FRD, 2011)

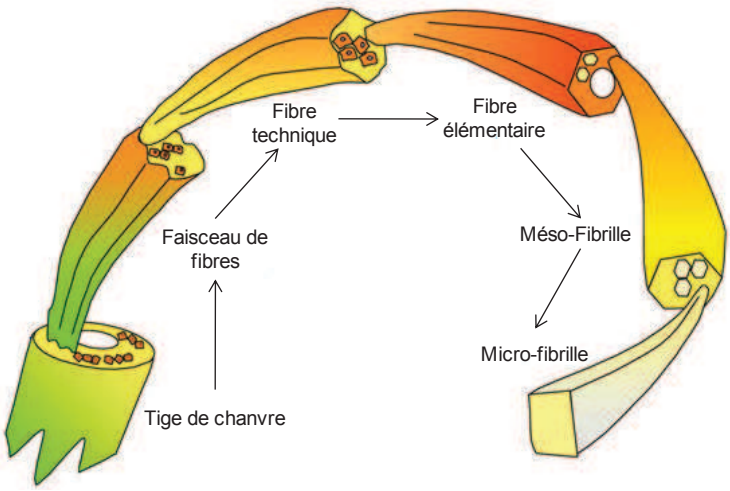


Figure 1-7 : Illustration multi-échelle de la tige de chanvre à la micro-fibrille

1.3.2 Architecture et composition biochimique

Dans le cas du chanvre, deux types de fibres libériennes sont distingués. Ils ont été mis en évidence dans les travaux d'Abot (Abot, 2010) et Crônier et al. (Crônier et al., 2005). Sur une coupe transversale d'une tige de chanvre colorée à l'acridine orange (Figure 1-8), nous distinguons des fibres dites primaires (Fp) et des fibres dites secondaires (Fs). Avec une forte présence dans la zone périphérique externe de la tige, les fibres primaires présentent une longueur qui peut atteindre jusqu'à 100 mm pour un diamètre allant de 10 à 40 µm avec une paroi très épaisse. Les fibres secondaires sont généralement situées dans la partie épaisse de la tige et sont distinguées par leurs faibles dimensions (environ 2 mm de long, diamètre inférieur et paroi plus mince que pour les fibres primaires).

La proportion des fibres primaires est estimée à 73 à 93% d'après Sankari (Sankari, 2000). Cette proportion dépend de la position dans la hauteur de la tige selon Abot (Abot, 2010) et Pickering et al. (Pickering et al., 2007).

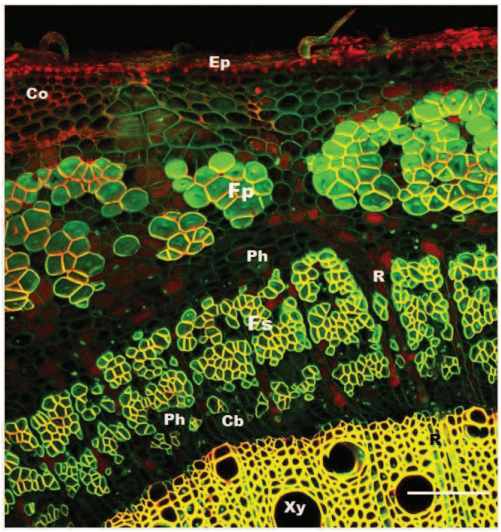


Figure 1-8 : Coupe transversale de la tige de chanvre colorée à l'acridine orange. Microscopie confocale à balayage laser d'après Abot (Abot, 2010). **Ep** : épiderme ; **Fp** : fibres primaires ; **Ph** : phloème ; **R** : rayons parenchymateux ; **Fs** : fibres secondaires ; **Cb** : cambium ; **Xy** : xylème.

Quels que soient les différents types de fibres dans la tige, la morphologie d'une fibre élémentaire de chanvre présente généralement une forme extérieure polygonale irrégulière et non-uniforme selon sa longueur. Cette structure externe relativement complexe peut varier d'une fibre à une autre. Au niveau de la structure interne, l'état des connaissances actuelles montrent qu'elle est composée de deux couches principales avec un vide cellulaire (Blake et al., 2008; Thygesen, 2006). Une paroi primaire très mince estimée à environ 70 à 200 nm, et une paroi secondaire majoritaire subdivisée en deux sous-couches S_1 et S_2 comme l'indique la Figure 1-9.

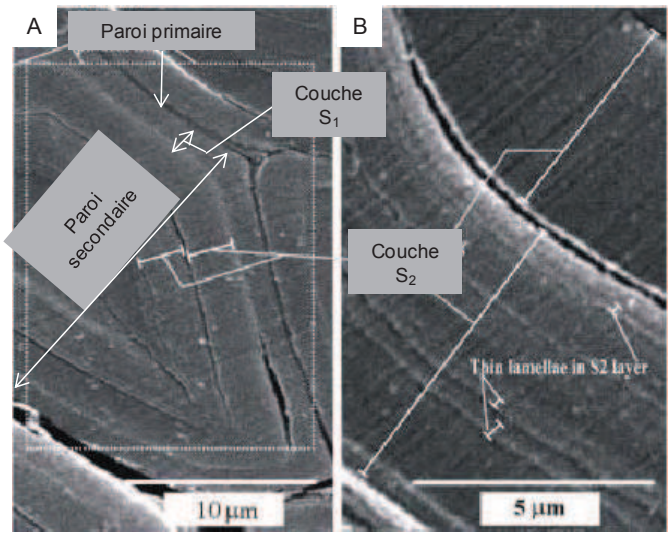


Figure 1-9 : Structure interne d'une fibre élémentaire de chanvre, image adaptée des travaux de Thygesen (Thygesen, 2006)

L'épaisseur de la sous-couche S_1 est estimée à environ 100 à 130 nm, tandis que celle de S_2 qui représente une grande majorité de l'épaisseur totale de la paroi est estimée à environ 3 à 13 µm. Selon les travaux de Thygesen (Thygesen, 2006), la couche S_2 est formée par plusieurs couches concentriques allant de 1 à 5 µm d'épaisseur comme l'illustre la Figure 1-10. Le vide cellulaire des fibres primaires est évalué aux environs de 9% de la surface totale de la fibre.

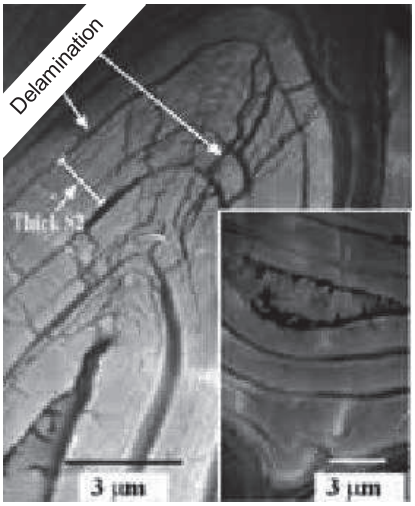


Figure 1-10 : Mise en évidence après dégradation par des champignons de plusieurs sous-couches au sein de S2 sur une coupe transversale d'une fibre élémentaire de chanvre selon Thygesen (Thygesen, 2006)

Au niveau de la composition biochimique, les travaux de Bonatti et al. (Bonatti et al., 2004), Crônier, et al. (Crônier et al., 2005), Dai (Dai, 2010) et Thygesen (Thygesen, 2006) s'accordent sur une composition à base de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines, de pectines, de cires, et de l'eau. La proportion de ces différents constituants est variable dans chaque couche pour les différents types de fibres. Une synthèse des différents résultats sur la proportion des constituants qui composent les fibres libériennes de chanvre est présentée dans le Tableau 1.2.

	Cellulose	Hémicelluloses	Lignine	Pectine	Cire	Eau
Proportion (%)	60-75	4-15	2-5	4-7	0-1	8-10

Tableau 1.2 : Proportions des différents constituants des fibres libériennes de chanvre selon Bonatti et al. (Bonatti et al., 2004), Crônier et al. (Crônier et al., 2005), Dai (Dai, 2010) et Thygesen (Thygesen, 2006)

La cellulose est le principal constituant de la fibre, c'est un homopolymère linéaire de glucose composé de plusieurs unités de β-D-glucoses (Figure 1-11). Des réseaux peuvent se former grâce à des liaisons inter et intra-moléculaires entre groupements hydroxyles libres des chaines glycosidiques. Ces structures composées de parties cristallines et de zones amorphes, sont organisées en micro-fibrilles. Ces microfibrilles de cellulose confèrent à la paroi cellulaire des performances mécaniques intéressantes avec des taux de cristallinité de l'ordre de 53% pour les fibres primaires d'après Bonatti et al. (Bonatti et al., 2004).
A l'image des proportions des constituants dans chaque couche, l'orientation de ces microfibrilles au sein de la paroi cellulaire est également différente. En effet l'angle entre les microfibrilles de cellulose et l'axe de la fibre (AMF) diffère d'une couche à une autre. D'après les résultats de Dai (Dai, 2010) et Thygesen (Thygesen, 2006), l'AMF est estimé entre 4 et 11° au niveau de la sous-couche S_2 de la paroi secondaire. Les microfibrilles de cellulose peuvent emprunter d'une couche à une autre un sens d'enroulement soit en forme de S-twist soit en forme de Z-twist.

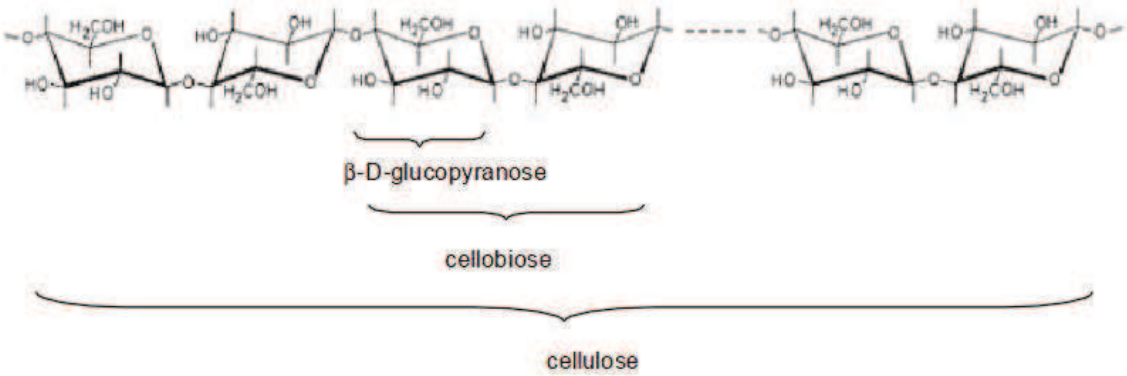


Figure 1-11 : Structure moléculaire de la cellulose

Les hémicelluloses appartiennent à la famille des polyoses (pentoses, hexoses, acides hexauroniques et désoxyoses). Elles forment des chaines moléculaires beaucoup plus courtes que la cellulose avec des ramifications sur la chaine principale. La Figure 1-12 représente la structure moléculaire d'un type d'hémicellulose.

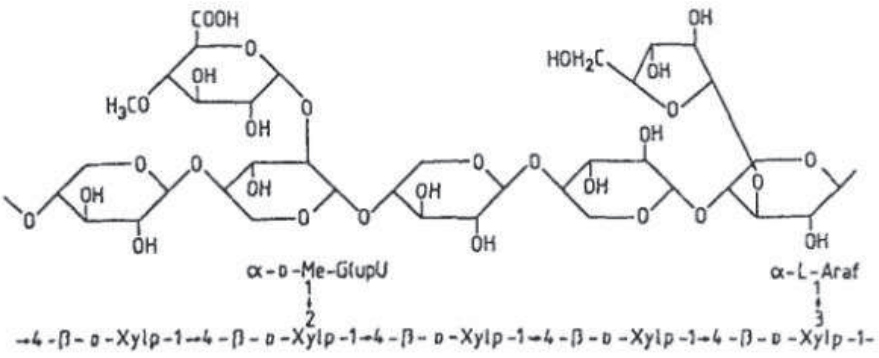


Figure 1-12 : Exemple de structure moléculaire d'une hémicellulose

La lignine appartient à la famille des polymères polyphénoliques branchés. Les unités primaires qui la composent, sont des alcools phénoliques p.coumarylique, coniférylique et sinapylique. Sa distribution est non homogène au sein de la paroi cellulaire et elle est présente en faible proportion dans les fibres primaires d'après les travaux de Crônier et al. (Crônier et al., 2005) et Thygesen (Thygesen, 2006). Grâce à des colorants, Crônier et al. (Crônier et al., 2005) ont mis en évidence les zones riches en lignine sur une coupe transversale d'une tige de chanvre (Figure 1-13). La lignine joue un rôle de cohésion des fibres au sein des faisceaux, un exemple d'une structure moléculaire d'une lignine est présenté sur la Figure 1-14.

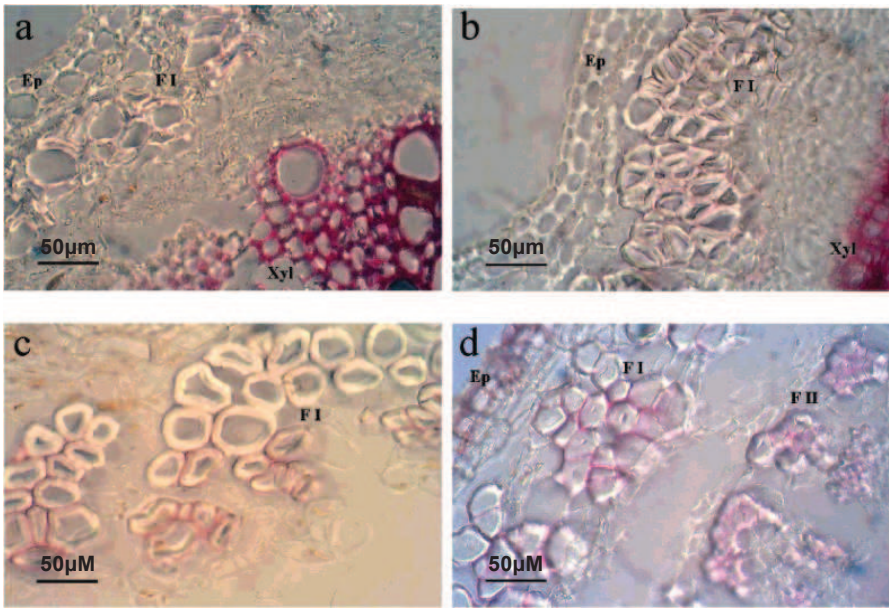


Figure 1-13 : Coupe transversale d'une tige de chanvre, mise en évidence des zones riches en lignine à l'aide de colorant d'après Crônier et al (Crônier et al., 2005)

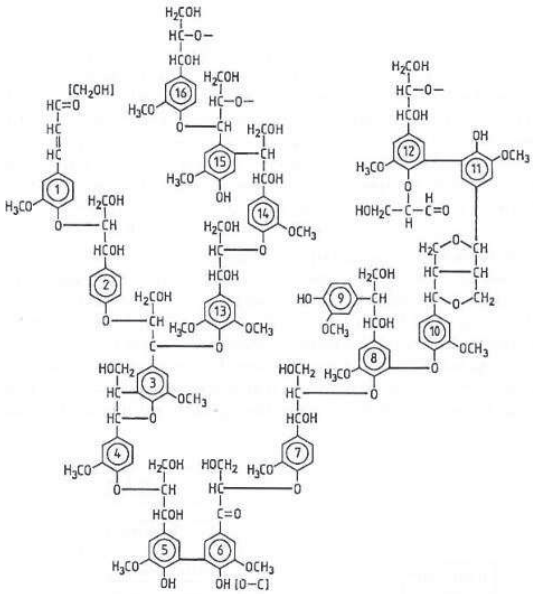


Figure 1-14 : Exemple de structure moléculaire d'une lignine

Les pectines sont des structures hétérogènes appartenant à la famille des polysaccharides. Elles ont un caractère hydrophile et peuvent être dégradées pendant le rouissage. Elles assurent la cohésion du faisceau.

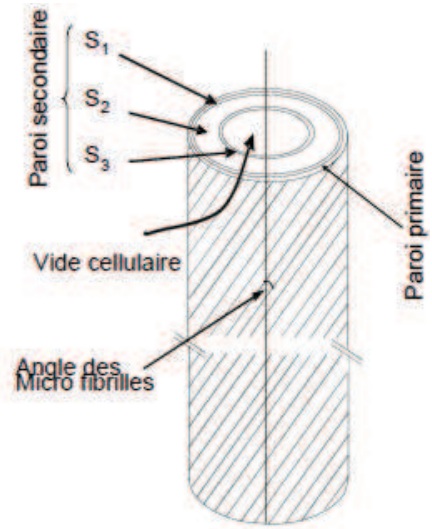


Figure 1-15 : Illustration des différentes parois cellulaires d'une fibre

1.3.3 Présence de zones de dislocations et origines

Les fibres de chanvre présentent généralement de nombreuses « zones de dislocations ». Ces zones dites dislocations appelées également genoux dans la littérature peuvent être mises en évidence sous microscope optique à lumière polarisée (Figure 1-16). Les travaux de Thygesen et al. (Thygesen et al., 2006) montrent une grande différence des AMF entre ces zones présentant une forte intensité sous lumière polarisée et celles avoisinantes.

Ces zones apparaissent en partie pendant la croissance de la plante, sous l'effet du vent ou de déficit hydrique (Thygesen et al., 2006). Ces contraintes provoqueraient le flambement de la paroi cellulaire, induisant ainsi des modifications dans l'orientation des microfibrilles. Ces zones de dislocations peuvent également être induites pendant le défibrage mécanique (Figure 1-17). Contrairement aux

fibres de lin, la présence de ces zones de dislocations est généralement plus marquée chez les fibres de chanvre.
L'impact de ces zones de dislocations sur les performances mécaniques de la fibre en particulier leur résistance peut être non-négligeable. Néanmoins, les résultats de la littérature ne permettent pas à l'heure actuelle d'établir une corrélation entre la proportion de zones de dislocations et les propriétés mécaniques (Thygesen et al., 2006).

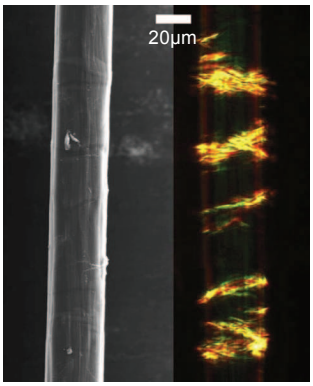


Figure 1-16 : Mise en évidence des zones de dislocations d'une fibre de chanvre sous microscope optique à lumière polarisée selon Thygesen et al. (Thygesen et al., 2006)

Figure 1-17 : Illustration du défibrage mécanique des tiges de chanvre

1.3.4 Performances mécaniques : Synthèse bibliographique

Les performances mécaniques des fibres de chanvre ont été évaluées par plusieurs auteurs dans la littérature. La Figure 1-18 présente une synthèse des travaux de Beckermann et Pickering (Pickering et al., 2007), Bodros et al. (Bodros et al., 2007), Bourmaud et Baley (Bourmaud and Baley, 2009), Charlet et al. (Charlet et al., 2010), Duval et al. (Duval et al., 2011), Eichhorn et Young (Eichhorn and Young, 2004), Keller (Keller, 2003), Li et al. (Li et al., 2006), Marrot et al. (Marrot et al., 2013), Placet (Placet, 2009), Symington et al. (Symington et al., 2009) et Thygesen (Thygesen, 2006).
Ces résultats montrent à la fois une grande dispersion des propriétés mécaniques collectées par un même auteur mais également entre les auteurs. Les moyens ainsi que les méthodes utilisés pour évaluer les performances des fibres peuvent expliquer une partie de la grande dispersion observée sur les résultats entre les différents auteurs. Pour une utilisation massive de ces fibres à des applications matériaux, les données issues de la littérature nécessitent d'être complétées afin d'apporter plus de lumière sur la ou les origines de cette variabilité.

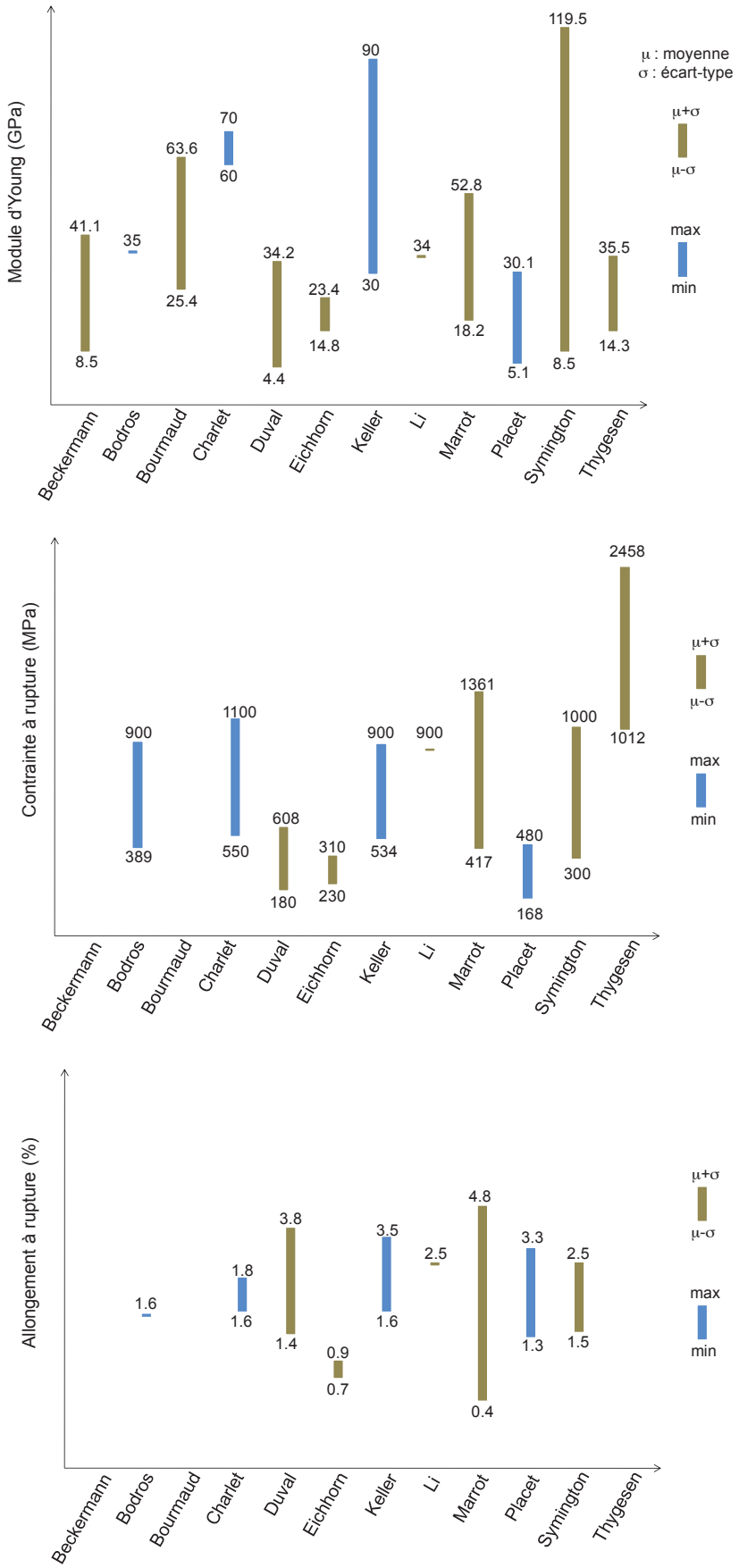


Figure 1-18 : Synthèse bibliographique des performances mécaniques des fibres de chanvre

1.4 Caractérisation et Modélisation des fibres végétales : Etat de l'art

Dans cette partie du manuscrit, un état de l'art est effectué afin de faire un point sur les travaux de caractérisation et de modélisation des fibres végétales. Les différents moyens et méthodes de caractérisation ainsi que l'influence des paramètres environnementaux sur le comportement et les performances mécaniques des fibres sont abordés dans une première partie. Un état de l'art sur les différents modèles de comportement des fibres ainsi que sur les lois de comportement est présenté dans une seconde partie.

1.4.1 Méthodes de caractérisation : Précautions, avantages et inconvénients

La caractérisation mécanique est une étape importante afin de renseigner le comportement et de déterminer les performances des fibres. Différentes méthodes de sollicitation existent pour caractériser un matériau. Les essais de type traction quasi-statique, dynamique, compression, flexion ou nanoindentation sont utilisés par différents auteurs dans la littérature pour caractériser les fibres végétales. Ces essais se distinguent par le mode de sollicitation, les vitesses de sollicitation et l'échelle à laquelle ils sont mis en œuvre. Cependant vu les dimensions que présentent les fibres, certains de ces essais demandent de prendre des précautions et d'autres, nécessitent un développement expérimental spécifique et conséquent. Ces différentes méthodes de caractérisation ainsi que leurs avantages et inconvénients sont présentés ci-après.

1.4.1.1 Traction quasi-statique

Pour des raisons de faisabilité et de facilité de mise en œuvre expérimentale, la caractérisation en traction quasi-statique dans la direction longitudinale est la méthode la plus utilisée dans la littérature pour les fibres végétales. Ce type de caractérisation présente néanmoins certaines difficultés. La première difficulté se situe au niveau de la préparation de la fibre. En effet comme nous l'avons évoqué précédemment, le procédé de défibrage ne permettant pas d'obtenir un même niveau de dégradation des interfaces pectiques entre les fibres, il est difficile de s'assurer du caractère unitaire de la fibre isolée. La plupart des auteurs s'assurent du caractère unique de la fibre en s'appuyant sur son diamètre moyen extérieur à l'aide d'une observation microscopique sous lumière polarisée. L'ablation de la paroi cellulaire des fibres à l'aide d'un faisceau d'ions focalisés effectuée par Placet (Placet, 2013), montre, pour un même diamètre extérieur, des structures internes différentes dans le cas du chanvre. En effet la Figure 1-19 présente deux fibres d'une trentaine de microns de diamètre moyen extérieur et met en évidence une différence significative de leur structure interne. Une méthode de détermination rapide et non-destructive de la structure interne des fibres est nécessaire afin de procéder à des essais de caractérisation fiable. Le développement d'une telle méthode demeure un réel défit au sein de la communauté.

Figure 1-19 : Mise en évidence de la structure interne de deux fibres de chanvre d'une trentaine de microns de diamètre extérieur. a. : fibre élémentaire ; b. : faisceau d'une douzaine de fibres élémentaires. Extrait des travaux de Placet (Placet, 2013)

La plupart des approches utilisées dans la littérature consistent à considérer la fibre parfaitement cylindrique et la section constante selon la longueur, tout en ignorant la présence du vide cellulaire ainsi que des éventuelles variations dimensionnelles pendant l'essai. Ce qui est très loin de la réalité (Figure 1-20). En procédant ainsi deux grandeurs (rigidité et résistance), dépendant directement de la section utile de la fibre, sont fortement affectées comme l'illustre les équations (1) et (2). Thomason et al. (Thomason et al., 2011a) et Virk et al. (Virk et al., 2010) ont mis en évidence respectivement dans leurs travaux une sous-estimation de la rigidité et de la résistance d'environ 60% pour le lin et le sisal, et 42% sur les fibres de jute.

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \qquad (1)$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \qquad (2)$$

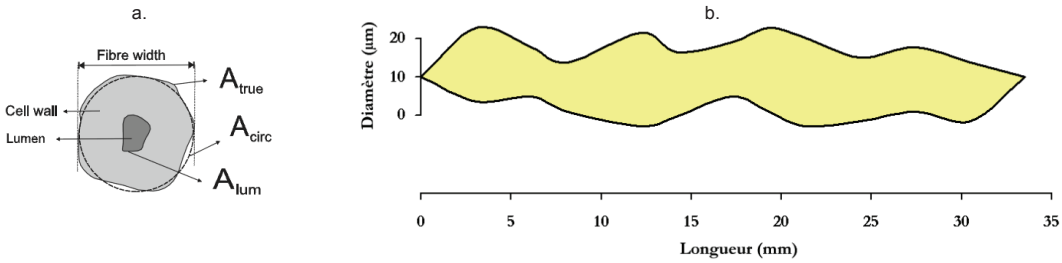


Figure 1-20 : Profil transversal (a) et longitudinal (b) d'une fibre élémentaire de lin. Extraits respectivement des travaux d'Aslan et al. et Charlet (Aslan et al., 2011; Charlet, 2008)

Une fois isolée, la fibre est placée sur un cadre papier fenêtré, avec une goutte de colle à chaque extrémité de la fibre. Ce cadre papier a pour objectif de faciliter la manipulation afin de positionner la fibre sur le dispositif expérimental comme l'illustre la Figure 1-21 (a). Cette technique est régie par la norme expérimentale XP-T25-501-2 pour la détermination des propriétés mécaniques des renforts végétaux. Les principales précautions consistent à s'assurer du bon alignement de la fibre au niveau des mors inférieur et supérieur de la machine de traction. Du fait de la taille que présente la fibre, il est difficile de s'en assurer en procédant à une observation à l'œil nu. Pour pallier ces difficultés liées à l'alignement, certains auteurs (Navi et al., 2002; Yu et al., 2010) ont proposé un système d'ancrage différent. Ce système consiste à mettre deux gouttes de résine sur chaque extrémité de la fibre, et d'assurer un auto-alignement de la fibre grâce à un système d'ancrage en « V » (Figure 1-21 (b)).

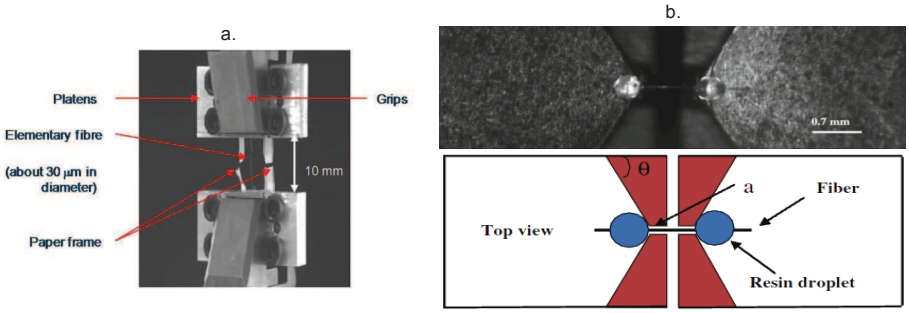


Figure 1-21 : Types de positionnement de la fibre sur un dispositif expérimental de traction. a. : Extrait de Placet et al (Placet, 2009) ; b. : Extrait de Yu et al (Yu et al., 2010)

1.4.1.2 Dynamique

Compte tenu de la taille des fibres, les méthodes de caractérisation dynamique sont très peu utilisées dans la littérature. Des travaux récents menés par Więcek (Więcek, 2014) ont permis de montrer la possibilité d'évaluer les propriétés dynamiques de certaines fibres. Ces travaux présentent une technique expérimentale sophistiquée comme l'illustre la Figure 1-22. Le principe consiste à encastrer une des extrémités de la fibre et d'appliquer des impulsions d'effort grâce à des impacts de billes en acier sur un cadre attaché à l'extrémité libre de la fibre. Un rayon laser mesurant la vibration du système permet de remonter aux propriétés dynamiques de la fibre. Cependant, cette méthode testée sur des fibres polyamides de longueur 371 mm et de diamètre 128 µm, requiert une adaptation pour les fibres végétales qui présentent généralement des dimensions inférieures.
Des résultats intéressants ont été collectés sur les fibres végétales par Khelfa et al (Khelfa et al., 2013) et Regazzi (Regazzi, 2013).

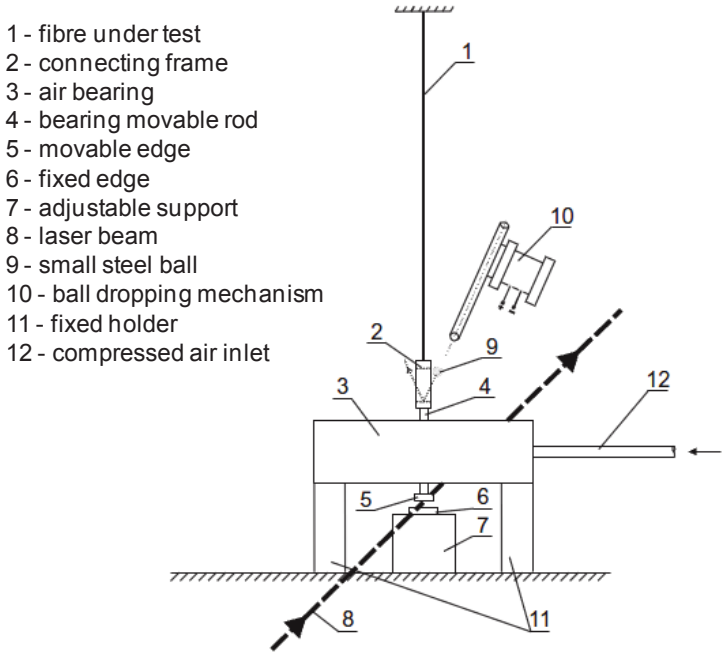


Figure 1-22 : Illustration d'un dispositif expérimental pour l'étude du comportement dynamique des fibres. Extrait des travaux de Więcek (Więcek, 2014)

1.4.1.3 Compression

Les difficultés rencontrées pour mettre en œuvre des essais de type compression longitudinale sur des fibres, font que les études recourant à cette méthode de caractérisation sont très peu nombreuses. Certains auteurs (Sinclair, 1950) proposent des modes de sollicitation mettant en œuvre de la compression, parmi d'autres modes de sollicitation. Une de ces techniques consiste à faire une boucle avec la fibre et de tirer sur ses extrémités (Figure 1-23). En suivant l'évolution du rapport $\frac{c}{a}$, les propriétés mécaniques en compression de la fibre peuvent être déduites (Bos, 2004; Sinclair, 1950).

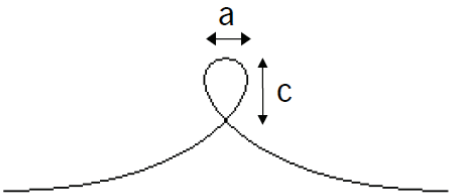


Figure 1-23 : Illustration d'un test de compression sur fibre. Extrait de Bos (Bos, 2004)

Dans ses travaux de thèse, Bos (Bos, 2004) met en évidence l'influence de la mise en compression des fibres de lin, en indiquant des zones de dislocations sur leur paroi primaire (Figure 1-24).

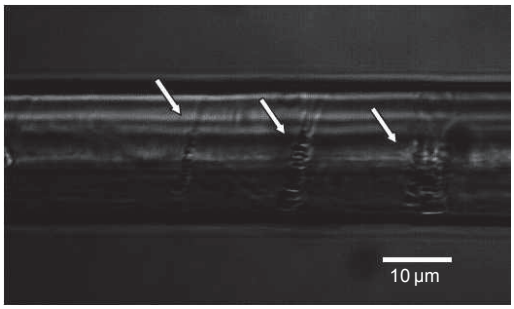


Figure 1-24 : Mise en évidence des dislocations d'une fibre de lin lors de sa mise en compression d'après Bos (Bos, 2004)

1.4.1.4 Flexion

Pour les mêmes raisons dimensionnelles, la caractérisation en flexion requiert des développements expérimentaux conséquents. Les travaux d'Orso et al. (Orso et al., 2006) ont montré la faisabilité de ce type de caractérisation en développant un micro-robot dans la chambre d'un microscope électronique à balayage (Figure 1-25). Des tests effectués sur des fibres de bois ont permis de remonter aux propriétés mécaniques locales en flexion des fibres.

Cependant ces essais réalisés sur paroi cellulaire découpée préalablement à l'aide d'un faisceau d'ions focalisés (FIB), mettent en œuvre des méthodes en partie destructive pour les fibres.

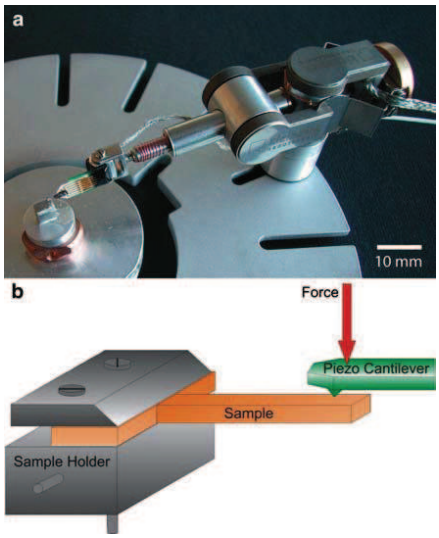
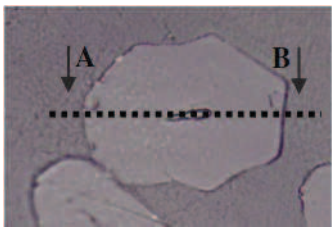


Figure 1-25 : Développement d'un dispositif expérimental pour caractériser des échantillons e paroi de fibres de bois en flexion selon Orso et al (Orso et al., 2006)

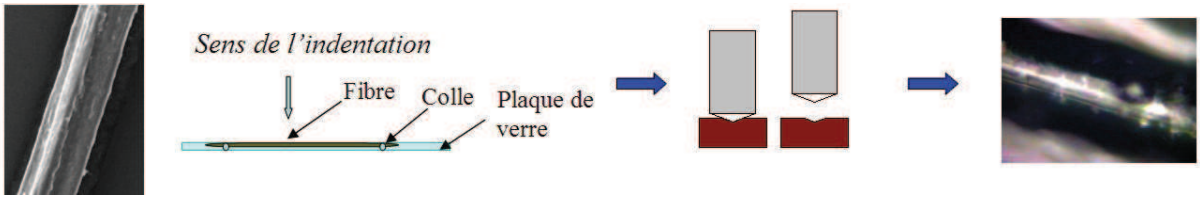
1.4.1.5 Nanoindentation à l'échelle des parois végétales

La caractérisation par nanoindentation permet d'accéder aux propriétés mécaniques longitudinales et transversales à l'échelle de la paroi cellulaire des fibres. Un comportement anisotrope est souligné dans les travaux de certains auteurs (Baley, 2002; Cichocki Jr. and Thomason, 2002; Gindl et al., 2008). Cette anisotropie à l'échelle de la fibre résulte en toute vraisemblance de l'anisotropie de certains composants pariétaux (cellulose et hémicelluloses). Dans ses travaux de thèse, Bourmaud (Bourmaud, 2011) a utilisé cette technique sur des fibres de lin afin d'accéder aux propriétés mécaniques à la fois longitudinales et transversales (Figure 1-26).

Il est important de noter que cette méthode ne donne accès qu'à un comportement local de la fibre, et que l'identification des propriétés mécaniques requiert la connaissance et l'utilisation d'un modèle de comportement. Gindl et al (Gindl et al., 2008) soulignent dans leurs travaux que la mesure du module de rigidité longitudinal peut être influencée par le module transverse et vice versa pour des raisons expérimentales.



Caractérisation dans le sens longitudinal de la fibre



Caractérisation dans le sens transversal de la fibre

Figure 1-26 : Illustration de la caractérisation par nanoindentation à l'échelle de la paroi des fibres de lin d'après Bourmaund (Bourmaud, 2011)

1.4.2 Performances mécaniques : Dispersion et origine de la variabilité

1.4.2.1 Variabilité des propriétés mécaniques

Les moyens ainsi que la complexité de mise en œuvre de certaines méthodes de caractérisation citées ci-dessus, font qu'à l'heure actuelle la majorité des données disponibles dans la littérature sont obtenues en traction longitudinale. Comme nous l'avons vu précédemment sur les fibres de chanvre, une forte dispersion des propriétés mécaniques est également observée sur d'autres fibres issues des plantes annuelles (Figure 1-27). Une partie des origines de cette dispersion a été attribuée à la nature du matériau, une autre partie majeure d'après Aslan et al. (Aslan et al., 2011) est liée aux hypothèses faites sur la section utile pour la détermination des propriétés mécaniques. Les travaux de Virk et al. (Virk et al., 2010) ont mis en évidence une variabilité des propriétés mécaniques plus accentuée au niveau de la rigidité et de la résistance des fibres qu'au niveau de l'allongement à rupture qui ne dépend pas du diamètre.

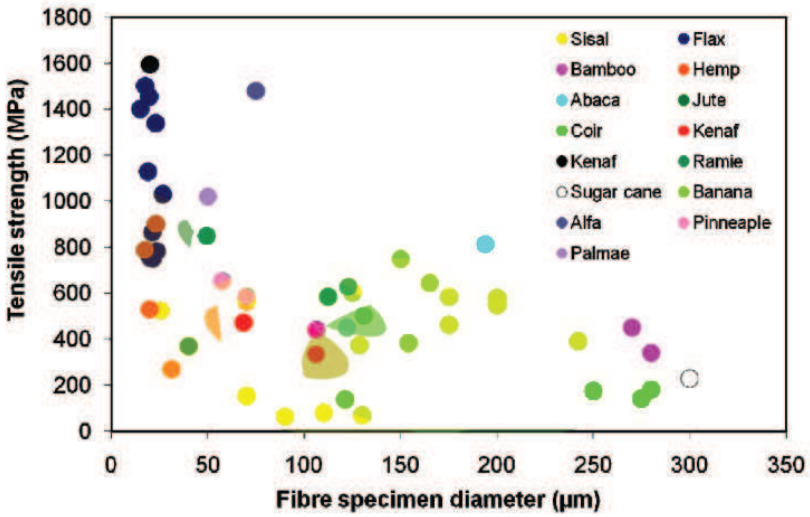


Figure 1-27 : Evolution de la contrainte à rupture en fonction du diamètre des fibres. Données FRD®

1.4.2.2 Origines de la dispersion des propriétés mécaniques

Hormis la proportion des différents constituants qui composent la fibre, d'autres paramètres qu'ils soient microstructuraux (AMF, composition biochimique), morphologiques, environnementaux, ou liés à la présence de zones de dislocations ou à la méthode expérimentale ont un impact significatif sur les propriétés mécaniques. En effet, comme l'illustre la Figure 1-28, différents auteurs ont mis en évidence l'influence de ces paramètres sur les performances mécaniques pour diverses espèces végétales.

Charlet (Charlet, 2008) et Thuault (Thuault, 2011) ont étudié dans leurs travaux de thèse l'impact de la vitesse de sollicitation sur les propriétés mécaniques des fibres de lin. Ils ont montré une légère diminution des performances mécaniques des fibres de lin en fonction de la vitesse de sollicitation. Des essais d'analyse mécanique en dynamique (DMA) réalisés par Placet (Placet, 2009) ont montré qu'un chauffage entre 20 et 200°C induit une diminution du module de stockage ainsi qu'une augmentation du facteur de perte sur des fibres de chanvre. Thuault (Thuault, 2011) et Gourier et al. (Gourier et al., 2014) dans leurs travaux ont montré une chute des propriétés mécaniques des fibres de lin en fonction de la température.

Une chute du module de rigidité ainsi que la résistance est observée sur des fibres de chanvre, coco et de lin pour des niveaux d'HR élevés dans les travaux de certains auteurs (Ho Thi, 2008; Roudier, 2012). Thuault (Thuault, 2011) montre une meilleure performance des fibres de lin au niveau de l'allongement à rupture pour des HR élevées.
Une diminution du module d'Young et de la résistance en fonction du diamètre des fibres de lin, chanvre et jute est observée dans les travaux de certains auteurs (Charlet et al., 2007; Duval et al., 2011; Summerscales et al., 2011; Virk et al., 2010).
Fan (Fan, 2010) attribue dans ses travaux une relation entre la proportion de zones de dislocations dans les fibres de chanvre et la performance modeste de leur résistance à rupture.
Une relation directe entre l'AMF des fibres de bois et leurs propriétés mécaniques a été établie dans les travaux de Keckes et al. (Keckes et al., 2003) et Salmén (Salmén, 2004). Ils ont montré une meilleure performance du module d'Young et de la résistance des fibres pour des AMF faibles.

Ces différents facteurs influençant les propriétés mécaniques peuvent également avoir un impact sur le comportement des fibres que nous étudions dans la suite de cette partie.

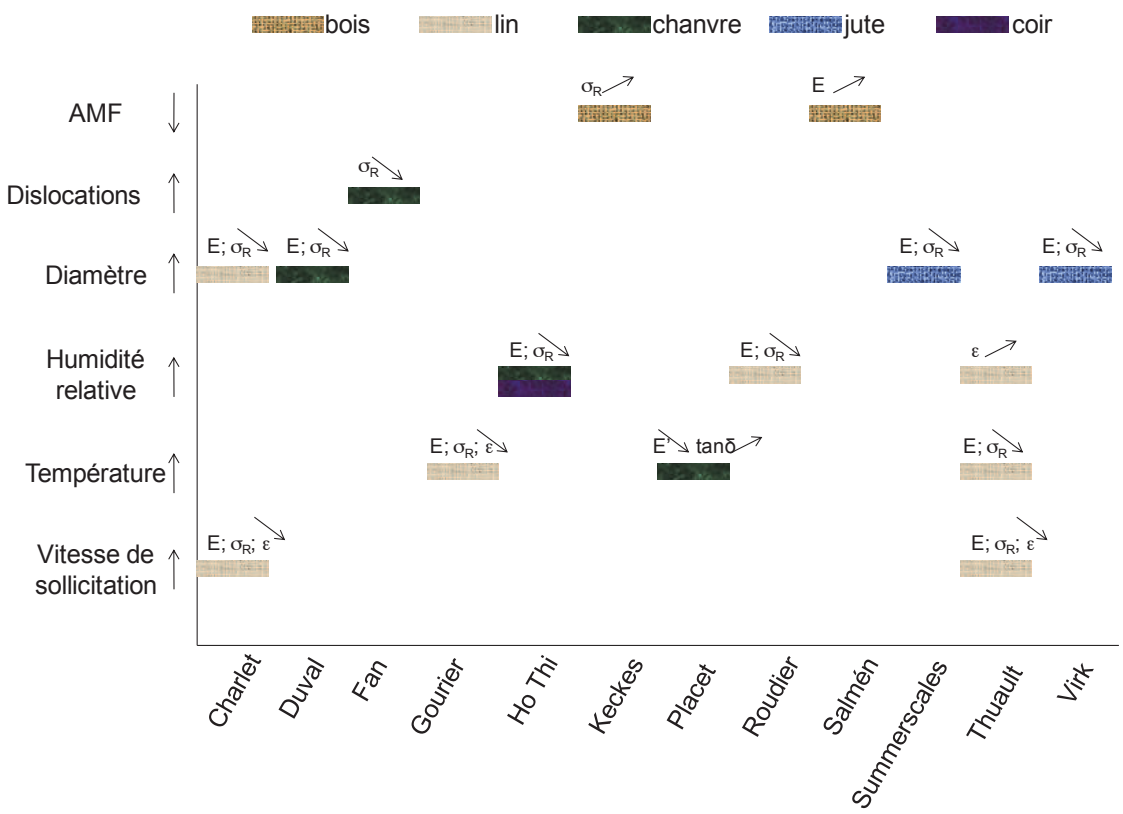


Figure 1-28 : Synthèse bibliographique des différents facteurs influençant les propriétés mécaniques des fibres

1.4.3 Comportement des fibres

1.4.3.1 Comportement des fibres en traction quasi-statique

La littérature présente, plusieurs types de comportement en traction quasi-statique sur les fibres végétales comme l'illustre la Figure 1-29. L'origine de ces différents types de comportement est à l'heure actuelle discutée au sein de la communauté. Trois types de comportement ont été observés dans les travaux de Duval et al. (Duval et al., 2011) et Pickering (Pickering et al., 2007) sur les fibres de chanvre. Ces trois comportements présentent un type fortement non-linéaire qui est retrouvé également sur d'autres espèces végétales comme le lin (Baley, 2002) et à l'échelle des fibres élémentaires issues du bois (Page and El-Hosseiny, 1971).
Liang (Liang, 2012) dans ses travaux de thèse a observé ce comportement non-linéaire à l'échelle d'un composite lin/époxy unidirectionnel.

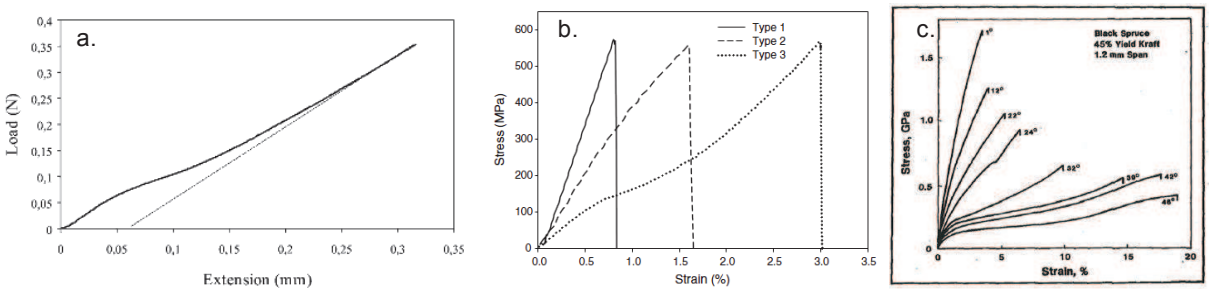


Figure 1-29 : Synthèse des types de comportement observés sur des fibres végétales. Selon les auteurs (Baley, 2002; Duval et al., 2011; Page and El-Hosseiny, 1971)

Plusieurs hypothèses sont avancées dans la littérature pour expliquer ce comportement non-linéaire des fibres en traction quasi-statique. Page et El-Hosseiny (Page and El-Hosseiny, 1971) avaient attribué à l'époque cette non-linéaire à un phénomène de flambement de la paroi cellulaire. Des travaux ultérieurs (Eder et al., 2008) ont montré qu'un phénomène de flambement ne peut pas se produire sur des fibres de bois présentant des parois épaisses.
Depuis d'autres hypothèses sont avancées dans la littérature comme une possible réorientation des microfibrilles de cellulose pendant le chargement. Burgert (Burgert, 2006) dans ses travaux a effectué des essais *in-situ* sur des fibres de bois et a mis en évidence une diminution de l'AMF sous sollicitation mécanique dans le sens des fibres (Figure 1-30).
Sur les fibres issues des plantes annuelles, les résultats de la littérature sont parfois contradictoires sur l'évolution de l'AMF au cours du chargement. Des phénomènes d'endommagement induits par des contraintes de cisaillement au sein de la paroi cellulaire sont proposés dans les travaux de Baley et al. (Baley et al., 2012) pour expliquer cette non-linéarité.
Placet (Placet, 2013) propose une hypothèse liée à la fois à la réorientation des microfibrilles et également au comportement viscoélastique des composants amorphes de la paroi cellulaire. Dans ce cadre, nous nous intéressons dans la suite de cette partie au comportement différé des fibres végétales.

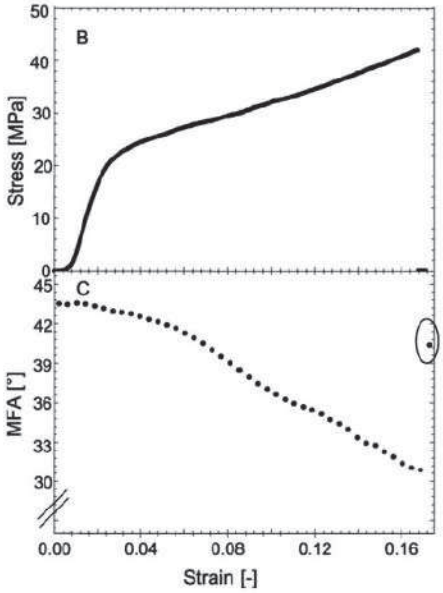


Figure 1-30 : Evolution de la contrainte et de l'AMF en fonction de la déformation des fibres de bois d'après Burgert (Burgert, 2006)

1.4.3.2 Comportement différé sous environnement constant ou variable

Le comportement différé des fibres issues des plantes annuelles est peu étudié dans la littérature. Seuls quelques auteurs (Bourmaud et al., 2011; Yu et al., 2010) ont investigué ce comportement sur des fibres de lin et de bambou. Contrairement aux fibres libériennes issues des plantes annuelles, le comportement différé des fibres de bois est davantage étudié dans la littérature (Dong et al., 2009; Habeger and Coffin, 2000; Habeger et al., 2001; Navi et al., 2002; Olsson et al., 2006; Sedlachek and Ellis, 1994). Cette volonté de la communauté bois d'étudier ce phénomène est dictée par l'application des fibres dans le domaine de la pâte à papier et des produits d'emballage. En effet les fibres de bois présentent une déformation instantanée ainsi qu'une déformation différée sous l'application d'une charge maintenue constante au cours du temps, témoignant d'un caractère viscoélastique des fibres.

Les conditions environnementales ont également un effet significatif sur le comportement différé des fibres. Yu et al. (Yu et al., 2010) dans leurs travaux, ont montré que le niveau de déformation des fibres de bambou est d'autant plus important que le niveau d'humidité dans la fibre (Figure 1-31). Cette tendance est observée également sur les fibres élémentaires de bois (Habeger and Coffin, 2000; Habeger et al., 2001; Olsson et al., 2006; Sedlachek and Ellis, 1994).

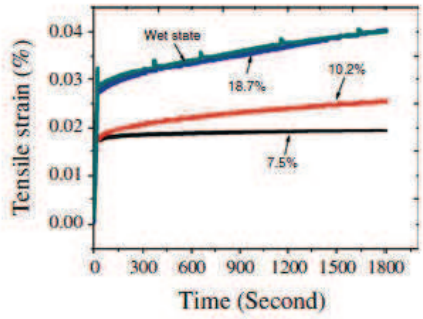


Figure 1-31 : Mise en évidence du niveau d'HR sur la déformation différée des fibres de bambou selon Yu et al. (Yu et al., 2010)

Un couplage hygro-mécanique peut induire pour les fibres de bois une augmentation de la déformation différée en fluage sous variation climatique. En effet plusieurs auteurs (Dong et al., 2009; Habeger and Coffin, 2000; Habeger et al., 2001; Navi et al., 2002; Olsson et al., 2006; Sedlachek and Ellis, 1994) ont étudié ce phénomène appelé effet mécano-sorptif et ont montré sous chargement mécanique constant, une accélération de la vitesse de déformation induite par une variation d'HR.

L'existence de cette accélération de fluage après un cycle de variation d'HR (Figure 1-32), est largement discutée sur les fibres élémentaires de bois. Des résultats contradictoires sont recensés.

Sedlachek et Ellis (Sedlachek and Ellis, 1994) rapportent dans leurs travaux, l'absence d'accélération de fluage sous cyclage d'HR. Les travaux d'Olsson et al. (Olsson et al., 2006) montrent une accélération de fluage après un cyclage d'HR quelque soit le niveau de chargement (Tableau 1.3).Dong et al. (Dong et al., 2009) établissent dans leurs travaux une relation entre l'existence du fluage mécano-sorptif et l'angle des microfibrilles (AMF). Ils avancent que plus l'AMF est important, moins l'accélération de fluage est visible et inversement. D'après cette hypothèse, il est fort probable que cette accélération de fluage existe chez les fibres issues des plantes annuelles du fait de leur faible AMF. A l'heure actuelle et à la lecture de la littérature, il semble qu'aucun résultat n'ait été publié sur l'existence de ce phénomène pour les fibres élémentaires issues des plantes annuelles. Un fluage mécano-sorptif a été observé par Célino (Célino, 2013) pour des torons de fibres de jute.

Après avoir étayer l'état des connaissances sur le comportement des fibres végétales en traction quasi-statique et différé, nous investiguons dans la suite de cette partie les différentes stratégies de modélisation de fibre existants dans la littérature.

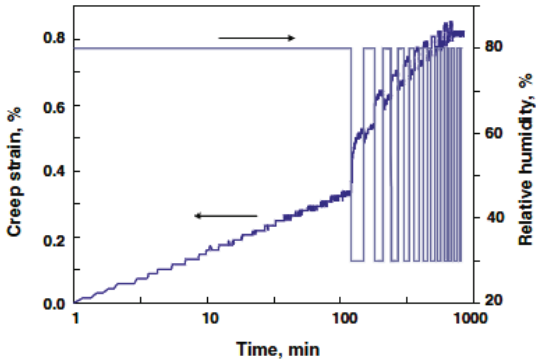


Figure 1-32 : Réponse d'une fibre élémentaire de bois sous chargement hygro-mécanique en échelle logarithmique des temps selon Dong et al. (Dong et al., 2009)

	Faible niveau de chargement (moyenne sur 8 fibres)	Niveau de chargement élevé (moyenne sur 9 fibres)
Niveau de chargement MPa (moyenne ± écart-type)	**280** ± 50	**440** ± 85
Module apparent, GPa *(moyenne ± écart-type)*	**31** ± 10	**37** ± 7
Vitesse de déformation %/log *(min) à HR constante*	**0.17** ± 0.06	**0.18** ± 0.03
Vitesse de déformation %/log *(min) à un cycle de variation d'HR*	**0.28** ± 0.08	**0.34** ± 0.05

Tableau 1.3 : Grandeurs déterminées sur des fibres élémentaires de bois sous un chargement hygro-mécanique d'après Olsson et al. (Olsson et al., 2006)

1.4.4 Modélisation du comportement des fibres : Etat des connaissances

Le recours à des modèles micro-mécaniques peut constituer une solution intéressante dans la compréhension des phénomènes à l'origine des différents types de comportement observés expérimentalement. Ces modèles peuvent également servir d'outils de prédiction du comportement. Dans cette partie de notre travail, nous nous intéressons aux modèles basés sur la théorie de la mécanique des milieux continus. Ces modèles disponibles dans la littérature, sont présentés et synthétisés ci-après.

Gassan et al. (Gassan et al., 2001) dans leurs travaux ont proposé deux types de modèles (Figure 1-33) afin de prédire le comportement ainsi que les performances des fibres élémentaires de bois. Leur Model 'A' de type plaque propose de considérer la fibre comme une structure stratifiée antisymétrique à 8 couches. Leur Model 'B' considère la fibre comme un tube composite stratifié composé de 4 couches concentriques. En plus des différences du nombre de couches et de morphologie entre ces deux modèles, la présence du vide cellulaire n'est pas prise en compte dans le Model 'A'. Dans ces deux modèles, chaque couche est composée de cellulose noyée dans une matrice composée d'hémicelluloses et de lignine. Un comportement isotrope transverse est considéré pour la cellulose et les hémicelluloses, un comportement isotrope est affecté à la lignine.

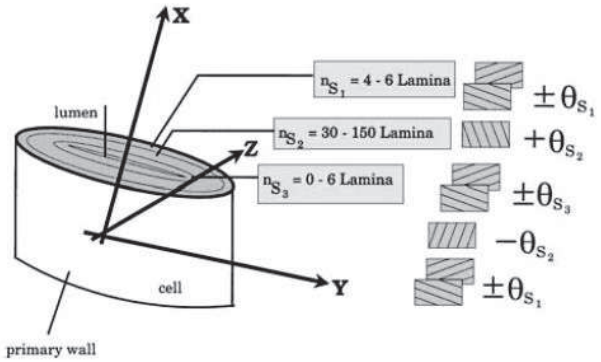


Figure 1-33 : Modèle multi-couche d'une fibre selon Gassan et al. (Gassan et al., 2001)

Les données d'entrée du modèle sont alimentées par les résultats de la littérature sur la teneur et la proportion des constituants (cellulose, hémicelluloses, lignine) dans chaque couche ainsi que les AMF. L'épaisseur de chaque couche a été également adaptée selon les résultats expérimentaux. L'exploitation des résultats montre une chute du module longitudinal en fonction de l'évolution de l'AMF de la couche S_2 sur les deux modèles (Figure 1-34). Cette diminution du module en fonction de l'AMF semble en accord avec les observations expérimentales de certains auteurs sur les fibres de bois.

Les résultats des deux modèles montrent également une sous-estimation du module longitudinal lorsque le vide cellulaire n'est pas pris en compte dans le Model 'A'. Malgré les difficultés expérimentales à collecter certaines informations sur la structure interne des fibres, la grande majorité des auteurs s'accorde sur une présence d'un vide cellulaire quelque soit l'espèce végétale en question. Le modèle considérant la fibre comme une structure stratifiée antisymétrique est donc très éloigné de la structure réelle des fibres.

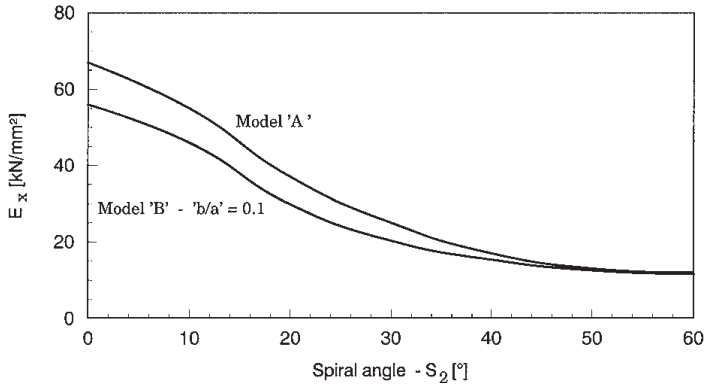


Figure 1-34 : Evolution du module longitudinal en fonction de l'AMF. Model 'A' : non prise en compte du lumen ; Model 'B' : prise en compte du lumen. Extrait de Gassan et al. (Gassan et al., 2001)

Ce type de modèle, basé sur la théorie des stratifiés, a été repris et développé par plusieurs auteurs (Marklund and Varna, 2009a, 2009b; Neagu and Gamstedt, 2007; Nilsson and Gustafsson, 2007; Placet et al., 2012a, 2012b; Roudier, 2012; Sedighi Gilani and Navi, 2006; Thuault, 2011). Aux avancées des investigations expérimentales, ces différents auteurs proposent des lois de comportement de plus en plus évoluées dans leur modèle. Une synthèse de ces différents modèles est présentée dans le Tableau 1.4.

<table>
<tr><th>Auteurs modèles</th><th>Fibres</th><th>Nombre de couches</th><th>Composition/couche</th><th>Paramétres</th><th>Comportements</th></tr>
<tr><td>Marklund (2009a)</td><td rowspan="3">Bois</td><td rowspan="2">3</td><td rowspan="4">Cellulose cristalline + Hémicelluloses - Lignine</td><td>-</td><td rowspan="3">Elastique</td></tr>
<tr><td>Marklund (2009b)</td><td rowspan="2">HR</td></tr>
<tr><td>Neagu</td><td>4</td></tr>
<tr><td>Nilsson</td><td>Lin/Chanvre</td><td>1</td><td>Dislocations</td><td>Elasto-plastique</td></tr>
<tr><td>Placet (2012a)</td><td rowspan="2">Chanvre</td><td rowspan="2">4</td><td rowspan="2">Cellulose cristalline + Cellulose amorphe + Hémicelluloses - Lignine</td><td>-</td><td rowspan="3">Elastique</td></tr>
<tr><td>Placet (2012b)</td><td rowspan="2">HR</td></tr>
<tr><td>Roudier</td><td>Lin</td><td>3</td><td rowspan="3">cellulose cristalline + Hémicelluloses - Lignine</td></tr>
<tr><td>Sedighi-Gilani</td><td>Bois</td><td>1</td><td>Variations AMF Longueur fibre</td><td rowspan="2">Elasto-plastique</td></tr>
<tr><td>Thuault</td><td>Lin</td><td>1 - 3</td><td>-</td></tr>
</table>

Tableau 1.4 : Synthèse de quelques modèles 3 D de la littérature pour les fibres végétales

Selon l'espèce végétale modélisée, le nombre de couches pris en compte par les auteurs diffère d'un modèle à l'autre. Considérant le volume de la sous-couche S_2 majoritaire dans la fibre élémentaire, des hypothèses simplificatrices sur les autres couches sont adoptées par certains auteurs dans leur modèle. Thuault (Thuault, 2011) montre dans ses travaux une légère surestimation du module longitudinal en considérant uniquement la couche S_2 dans la modélisation.

Des différences sont également recensées au niveau de l'homogénéisation des différents constituants de la fibre dans chaque couche. En effet, Placet et al. (Placet et al., 2012a, 2012b) proposent une approche d'homogénéisation en prenant en compte la cellulose amorphe dans leur modélisation. Après avoir homogénéisé les propriétés mécaniques des hémicelluloses et de la lignine, et d'autre part celles de la cellulose cristalline et amorphe, ils procèdent à une

homogénéisation de l'ensemble afin d'obtenir un matériau équivalent pour chaque sous couche. Dans les autres modèles, la cellulose amorphe est occultée dans la composition des différentes couches, probablement du fait de la méconnaissance de l'ultra-structure (O'Sullivan, 1997).

Nilson et Gustafsson (Nilsson and Gustafsson, 2007) proposent une modélisation particulière des zones de dislocations par rapport aux zones avoisinantes, tandis que Sedighi-Gilani et Navi (Sedighi Gilani and Navi, 2006) proposent une distribution non-uniforme de l'AMF le long de la fibre. Certains auteurs (Marklund and Varna, 2009b; Neagu and Gamstedt, 2007; Placet et al., 2012b; Roudier, 2012) prennent en compte dans leur modèle l'effet de l'HR sur les propriétés dimensionnelles et mécaniques des différents constituants de la fibre.

Le comportement du matériau homogénéisé est considéré élastique linéaire dans la majeure partie des modèles existants, seuls les travaux de Nilsson et al. (Nilsson and Gustafsson, 2007), Sedighi-Gilani et Navi (Sedighi Gilani and Navi, 2006) et Thuault (Thuault, 2011) proposent un comportement élasto-plastique pour la matrice. En effet pour expliquer le comportement non-linéaire des fibres végétales observé expérimentalement en traction quasi-statique, ces auteurs avancent des hypothèses sur un cumul de déformation plastique des hémicelluloses entre les micro-fibrilles de cellulose.

1.5 Conclusions

Ce chapitre bibliographique nous a permis de faire un point sur l'état des connaissances sur les fibres végétales et plus particulièrement sur les fibres issues des plantes annuelles. Grâce aux résultats prometteurs des différents auteurs cités dans ce travail, certaines fibres comme le lin et le chanvre, en plus de leurs avantages écologique et économique, montrent des performances mécaniques intéressantes pour être utilisées dans des applications à haute performance. Cependant comme nous l'avons mis en évidence dans ce travail, certains freins résident à l'heure actuelle dans le manque de maîtrise de leur comportement ainsi que de leurs performances mécaniques. Il est clair que pour prédire le comportement d'un matériau à l'échelle du composite, une bonne maitrise du comportement des renforts à une échelle inférieure est requise.

Dans ce contexte, nous proposons dans la suite de cette partie une caractérisation du comportement des fibres élémentaires de chanvre en traction quasi-statique sous un environnement contrôlé.

2 Caractérisation du comportement et détermination des propriétés mécaniques des fibres élémentaires de chanvre sous un environnement constant en traction quasi-statique

2.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de caractériser finement le comportement mécanique des fibres élémentaires de chanvre. La méthode de caractérisation en traction quasi-statique est préférée aux autres méthodes existantes (*cf*. Chapitre 1 : 1.4.1).

Dans une première partie, les matériels et les méthodes utilisés pour effectuer la caractérisation des fibres sont présentés.

La seconde partie est dédiée à l'étude du comportement mécanique en traction. Différents types de chargement sont appliqués en traction et des essais sous microscope optique sont réalisés. Les résultats obtenus sont interprétés et un scénario est proposé afin d'expliquer les phénomènes observés.

Dans une troisième et dernière partie, les propriétés mécaniques collectées sur un nombre important de fibres sont présentées ainsi qu'une discussion et une interprétation statistique des résultats expérimentaux.
Les essais réalisés dans cette partie ont été effectués sous des conditions environnementales contrôlées (T=23°C ; HR=25%). Ces conditions environnementales très éloignées des conditions ambiantes, ont été motivées par des considérations liées aux conditions observées lors du procédé de fabrication des composites à renforts végétaux. L'objectif de ce chapitre est d'étudier le comportement ainsi que les propriétés mécaniques des fibres élémentaires de chanvre dans ces conditions.

2.2 Caractérisation mécanique des fibres : Matériels et Méthodes

2.2.1 Préparation et isolement des fibres élémentaires de chanvre

Les fibres de chanvre testées proviennent de la compagnie LCDA (La Chanvrière De l'Aube). Elles ont été fournies sous forme de fibres techniques (faisceaux) en vrac. Différentes méthodes existent pour séparer les fibres élémentaires du faisceau. Les méthodes chimiques ou mécaniques peuvent engendrer une détérioration partielle de la fibre, et la conservation de l'intégrité des performances mécaniques n'est pas assurée. Une méthode de séparation inspirée des travaux de Bourmaud et al. (Bourmaud et al., 2010) sur le lin est préférée sur nos lots de fibres. Cette méthode consiste à plonger les faisceaux de fibres dans un bain marie à 30°C pendant 72h, après séchage les fibres élémentaires peuvent ainsi être séparées facilement dans les faisceaux. Ce traitement à l'eau permet de dégrader l'interface pectique.

Une fois isolées, les fibres élémentaires sont positionnées manuellement sur des cadres en papier fenêtrés comme l'illustre la Figure 2-1. Une goutte de colle est ensuite ajoutée à chaque extrémité de la fibre. Ce cadre papier facilite la manipulation de la fibre et permet d'éviter une rupture prématurée de la fibre lors de son positionnement sur le dispositif de traction.

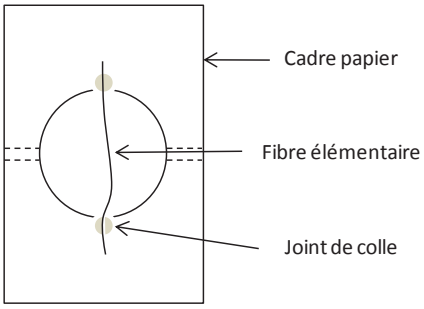


Figure 2-1 : Préparation de la fibre élémentaire de chanvre à un essai de traction

2.2.2 Méthode de détermination du diamètre extérieur de la fibre

Après avoir isolé et préparé les fibres élémentaires sur des cadres en papier, nous procédons à la mesure du diamètre extérieur moyen des fibres sous microscope optique. Les fibres élémentaires présentant une morphologie assez complexe (*cf* Chapitre 1 : 1.3.2), la question qui est posée ici est de savoir le nombre de mesures qu'il faut effectuer et à quel grossissement pour déterminer le diamètre extérieur moyen de la fibre. Afin de répondre à cette question, nous avons procédé à une série de mesures espacées de quelques microns dans la longueur sur une fibre pour différents grossissements. A l'issue de ces mesures, les diamètres extérieurs moyens sont représentés en fonction du nombre de mesures réalisées pour chaque grossissement sur la Figure 2-2. Le Tableau 2.1 présente une synthèse des valeurs mesurées.

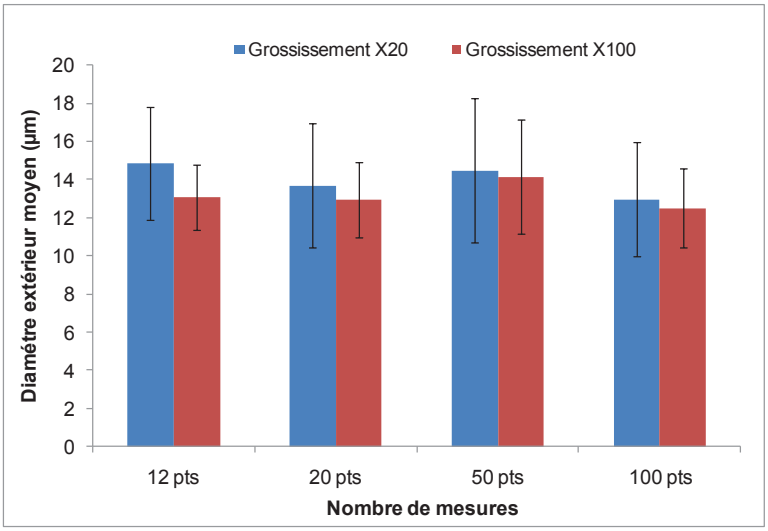


Figure 2-2 : Diagramme barre du nombre de mesures du diamètre extérieur moyen sur une fibre élémentaire de chanvre

	Nombre de points de mesures	12 pts	20 pts	50 pts	100 pts
Grossissement fois 20	**Diamètre moyen extérieur** ± Ecart-type	**14.84** ± 2.98	**13.69** ± 3.22	**14.46** ± 3.77	**12.96** ± 2.99
	CoV	*0.20*	*0,24*	*0,26*	*0.23*
Grossissement fois 100	**Diamètre moyen** extérieur ± Ecart-type	**13.10** ± 1.71	**12.91** ± 1.98	**14.14** ± 2.98	**12.51** ± 2.06
	CoV	*0.13*	*0.15*	*0.21*	*0.16*

Tableau 2.1 : Mesure du diamètre extérieur moyen sur une fibre élémentaire de chanvre

Les résultats montrent une même évolution du diamètre extérieur moyen en fonction du nombre de mesures pour chaque grossissement. N'ayant pas de valeur de référence, il est difficile de conclure sur la méthode à utiliser pour estimer la valeur moyenne du diamètre. Ces résultats conduisent généralement à conclure qu'une fibre ne peut pas être définie par une valeur moyenne de diamètre. Néanmoins, en attendant le développement de méthodes de caractérisation morphologique plus évoluées, c'est cette méthode qui a été retenue pour ce travail.
Notons quand même que le coefficient de variation est plus faible pour les mesures réalisées avec l'objectif X100. La difficulté avec ce niveau de grossissement est de s'assurer que les mesures de diamètre successives sont réalisées à chaque fois à la même distance focale.
Dans le cadre d'une campagne de mesures comportant un grand nombre de fibres, et compte tenu du faible écart observé entre les différentes configurations de mesures, il parait raisonnable d'utiliser une dizaine de points de mesures avec un objectif X20. Nos mesures de diamètre se feront donc sur 12 points espacés le long de chaque fibre avec un grossissement fois 20.

Soixante fibres élémentaires de chanvre ont été isolées et mesurées, la distribution des diamètres extérieurs moyens est présentée sur la Figure 2-3. Parmi les différentes lois statistiques testées, les lois Log-normale et Gamma sont identifiées comme celles couvrant au mieux la distribution des diamètres extérieurs moyens. Ces différentes lois sont présentées ci après ainsi que les valeurs des paramètres identifiés.

- Loi Log-normale ; valeurs paramètres identifiés : $m = 3.16; \sigma = 0.23$

$$Logn(m,\sigma) : f(x) = \frac{1}{x\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(\ln(x) - m)^2}{2\sigma^2} \right) \quad (3)$$

- Loi Gamma ; valeurs paramètres identifiés : $a = 20.02; \theta = 1.21$

$$G(a,b): f(x) = \frac{1}{b^a \Gamma(a)} e^{-\frac{x}{b}} x^{a-1} \qquad (4)$$

Le diamètre des fibres testées s'étend de 10 à 40 µm, avec une valeur moyenne aux environs de 22 µm.

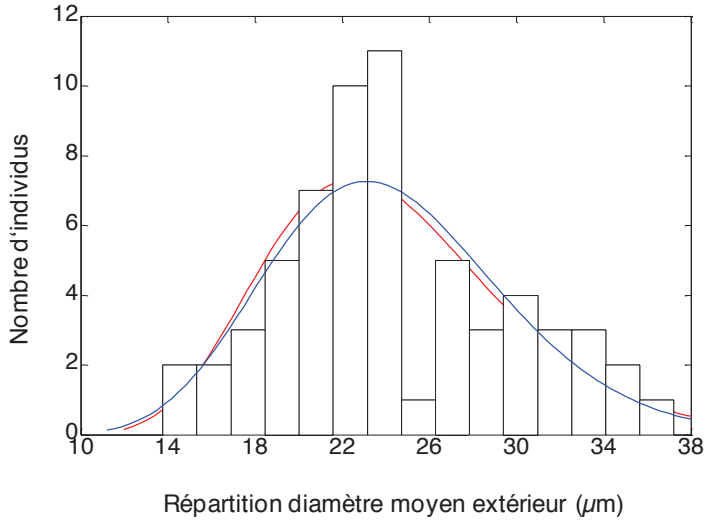


Figure 2-3 : Répartition du diamètre moyen extérieur des fibres de chanvre

2.2.3 Dispositif expérimental de traction sur fibres

La Figure 2-4 présente les détails des différents matériels du dispositif expérimental mis en place pour caractériser les fibres en traction quasi-statique sous un environnement contrôlé.
L'appareil de mesure est un outil commercial de la marque BOSE ElectroForce 3200. Il est doté de :

- une cellule de force avec une étendue de mesure de ± 2 N avec une résolution ±3 mN,
- un capteur de déplacement de ± 2 mm avec une résolution de ±0.5 µm.

Nous disposons d'un générateur d'Humidité Relative (HR) HumiSys permettant la régulation de l'HR de l'air environnant la fibre. Ce générateur fournit un air entre 10 et 90% d'HR sur des plages de températures allant de 20 à 70°C, avec un débit variant de 0.5 à 5 L/min. Il est équipé de :

- un capteur d'humidité relative avec une résolution de ±1.5%,
- un capteur de température avec une résolution de ±0.1°C.
  Ces deux capteurs sont positionnés à proximité de la fibre. Le générateur d'HR est asservi sur les grandeurs mesurées par ces capteurs, assurant ainsi un contrôle des plus fins.

Nous disposons également d'un four permettant de contrôler des températures entre 30 et 285°C.

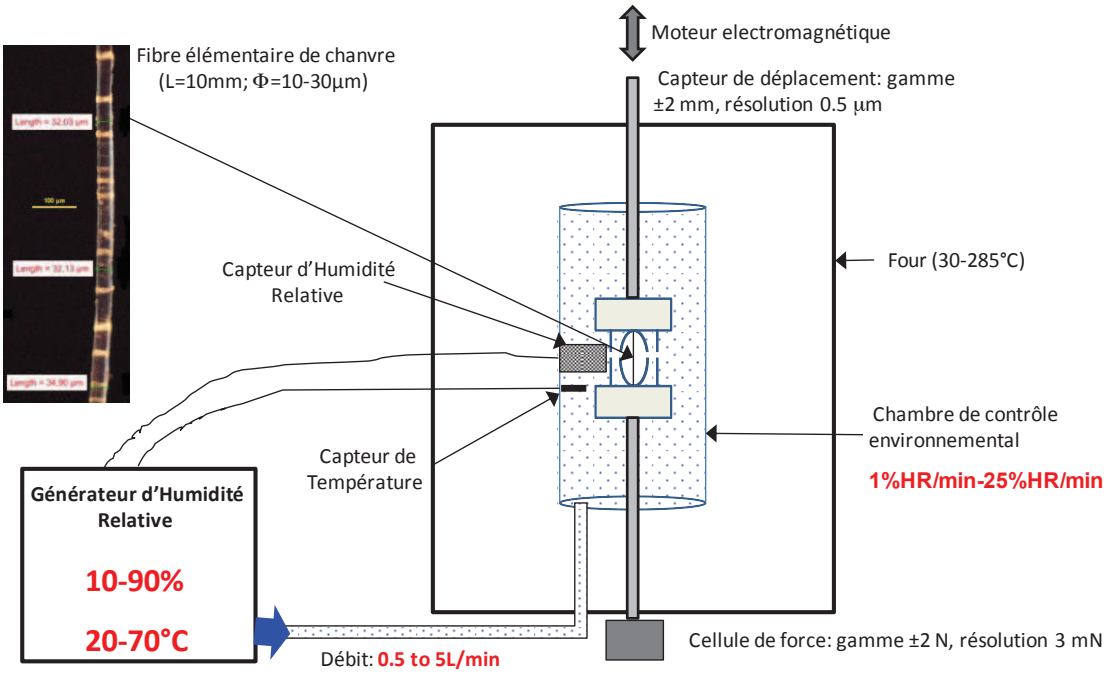


Figure 2-4 : Dispositif expérimental pour caractériser les fibres en traction quasi-statique sous un environnement contrôlé

2.2.4 Micro-traction sous microscope optique

Afin de suivre l'évolution de la déformation et des dislocations (*Cf* chapitre 1 : 1.3.3) d'une fibre au cours d'un essai, j'ai utilisé une platine de micro-traction développée dans l'équipe. Cette platine, comme l'indique la Figure 2-5, a été conçue compacte pour être placée sous un microscope optique, et permet de réaliser des observations *in situ*. Elle est dotée d'un micromoteur piézoélectrique linéaire d'une capacité maximale de 2 N, et d'un capteur magnétique sans contact pour mesurer le déplacement de la partie mobile avec une résolution de 0.5 µm. Son dimensionnement peut prendre en compte des longueurs de fibres allant de 1 à 10 mm pour quelques microns de diamètre. La raideur du bâti est 100 fois supérieure à la raideur de la fibre. Une enceinte permettant la régulation et le contrôle de l'humidité relative de l'air environnant la fibre est également disponible.

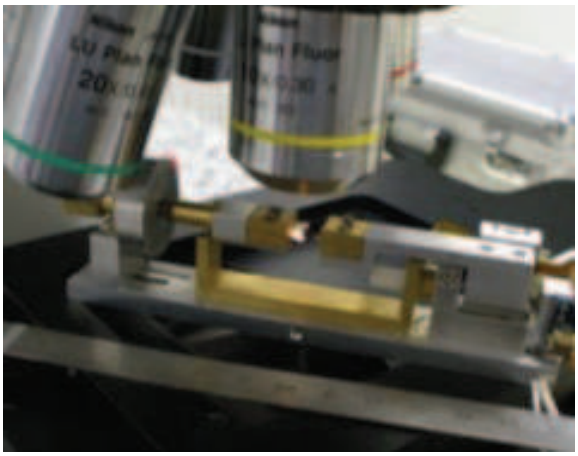


Figure 2-5 : Machine de traction pour fibre élémentaire sous microscope optique

2.2.5 Méthode de détermination des propriétés mécaniques de la fibre

A partir des données mesurées force/déplacement à chaque instant d'un essai de traction, nous calculons la contrainte ainsi que la déformation des fibres grâce aux équations (5) et (6).

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (5) \qquad \text{et} \qquad \varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (6)$$

avec :

- σ : contrainte en MPa
- F : force en N
- S_0 : section initiale de la fibre en mm^2
- ε : déformation
- Δl : déplacement en mm
- l_0 : longueur initiale de la fibre en mm

Le module de rigidité est déterminé en faisant une régression dans la zone linéaire de la courbe contrainte/déformation des fibres.
En procédant ainsi, nous formulons l'hypothèse forte qui consiste à considérer la fibre comme parfaitement cylindrique et pleine.

2.3 Comportement mécanique en traction quasi-statique des fibres

2.3.1 Types de comportement observés

Les fibres isolées et caractérisées dimensionnellement ont ensuite été testées en traction quasi-statique avec une vitesse de déplacement de 5 µm/s jusqu'à rupture. Après traitement des données, trois types de comportement ont été identifiés représentant l'ensemble des comportements observés expérimentalement. Ces trois types ainsi que leur proportion sont présentés sur la Figure 2-6.

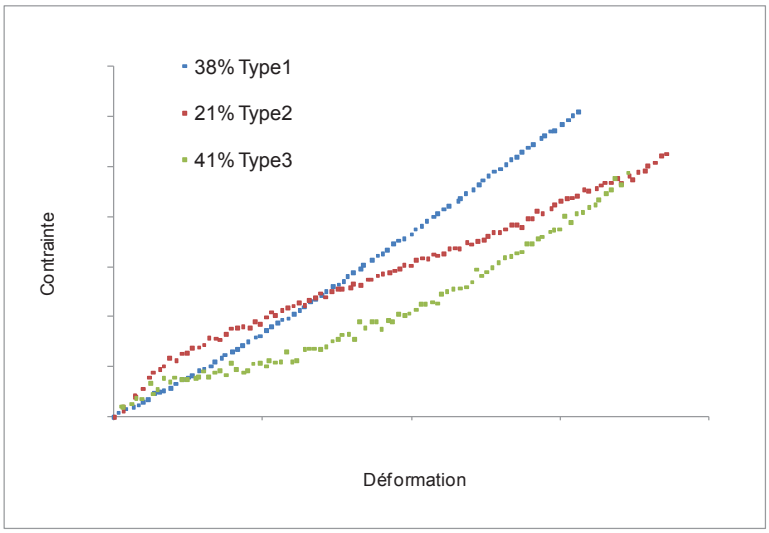


Figure 2-6 : Types de comportement des fibres élémentaires de chanvre en traction quasi-statique sous environnement constant (T=23°C ; HR=25%)

Les résultats des essais montrent 38% de type1 décrivant une allure quasi linéaire durant le chargement, 21% de type2 décrivant une allure à deux pentes distinctes, et 41% de type3 décrivant une allure à 3 pentes distinctes. Ces trois types de comportement ont été observés également sur le chanvre dans les travaux de certains auteurs (Duval et al., 2011; Pickering et al., 2007) et sur le lin (Gourier et al., 2014; Lefeuvre et al., 2014).

Le type3 qui présente un comportement fortement non linéaire et majoritaire est observé sur d'autres fibres végétales comme le lin et à l'échelle de la fibre élémentaire sur le bois (*Cf* chapitre 1 : 1.4.3.1). Les différentes parties de ce comportement sont marquées par deux points d'inflexion, matérialisés par des croix rouge sur la Figure 2-7. Le premier point marque le début d'une diminution du module apparent, et le deuxième, le point à partir duquel une forte augmentation de la rigidité est observée.

L'origine ou les origines de ces différents types de comportement est ou sont à l'heure actuelle inconnue(s). Hormis les origines liées à la nature du matériau, des hypothèses sont avancées sur les conditions expérimentales pour caractériser les fibres. En effet, au niveau des conditions aux limites, un défaut d'alignement de la fibre lors de son positionnement sur le cadre papier peut induire de la flexion ainsi que du cisaillement au niveau des points d'encastrement.

Des hypothèses sont également avancées au niveau des conditions initiales, la relaxation des contraintes internes dues au défibrage suivi d'un séchage peut entrainer un vrillage initial de la fibre et peut expliquer les différents types de comportement observés expérimentalement.

Dans le cas du chanvre, la présence de deux types de fibres libériennes (primaires et secondaires) sur une tige de chanvre peut également expliquer les différents types de comportement. Sur la Figure 1-19 présentée dans le chapitre précédent, Placet (Placet, 2013) montre deux fibres de chanvre ayant un même diamètre extérieur moyen (environ 30 µm) présentant une structure interne très différente.

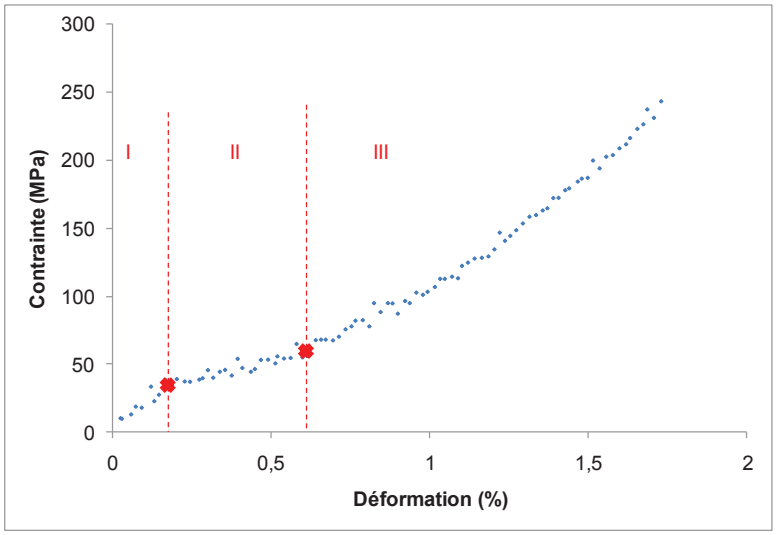


Figure 2-7 : Type de comportement majoritaire chez les fibres élémentaires de chanvre

Afin de mieux analyser et comprendre l'origine de ces différents types de comportement observés expérimentalement, nous avons mis en œuvre des chemins de chargement plus complexes, tels que des Chargements Répétés Progressifs (CRP).

2.3.2 Comportement des fibres sous Chargements Répétés Progressifs (CRP)

Dans cette démarche d'investigation, trois types d'essais ont été réalisés. Ceux-ci ainsi que les résultats collectés, sont décrits ci-dessous.

- Le premier type d'essai, comme illustré sur la Figure 2-8, consiste à appliquer des charges/décharges progressives par pas de 20 mN sur une fibre élémentaire avec une vitesse de charge constante de 5 mN/s. Dans ce type d'essai, contrôlé en effort et pour des raisons d'instabilité, le retour à 0 N est impossible. Pour cette raison un effort d'environ 8 mN est conservé lors de la décharge et pour chaque cycle.

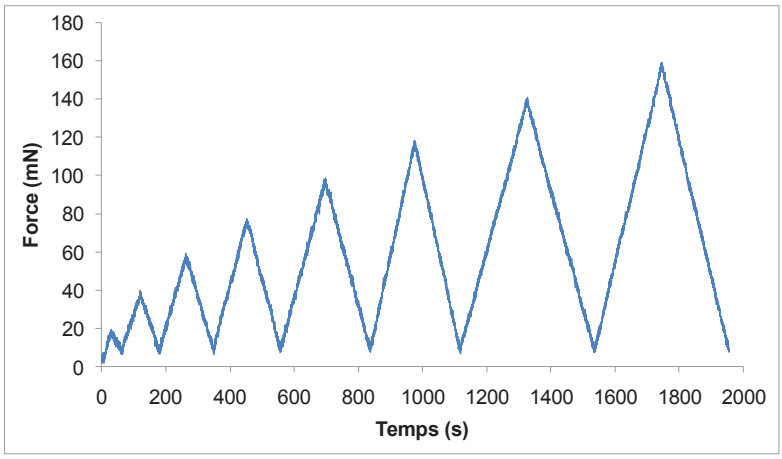


Figure 2-8 : Charges cycliques progressives appliquées à une fibre (T=23°C ; HR=25%)

Cette procédure a été appliquée sur quelques fibres élémentaires, et la réponse typique en contrainte/déformation est présentée sur la Figure 2-9. Une forte non-linéarité est observée pour chaque cycle de chargement ainsi que l'existence de déformations résiduelles.

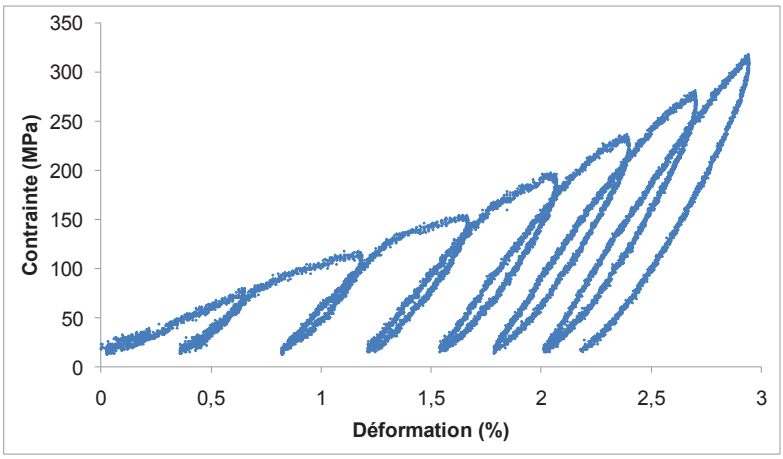


Figure 2-9 : Diagramme Contrainte/Déformation d'une fibre élémentaire sous charges progressives (T=23°C ; HR=25%)

Compte tenu de la non-linéarité de la courbe lors du chargement, induite par des phénomènes inélastiques, le module d'Young apparent a été déterminé par régression linéaire à partir des courbes de décharge. Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau 2.2.

Niveau de chargement (mN)	E (GPa) à la décharge / Augmentation de E (%)					
	Fibre 1	Fibre 2	Fibre 3	Fibre 4	Fibre 5	Fibre 6
20	11 /	9 /	16 /	10 /	12 /	13 /
40	23 / 109	16 / 78	24 / 50	16 / 60	22 / 83	20 / 54
60	28 / 155	20 / 122	27 / 69	18 / 80	25 / 108	22 / 69
80	31 / 182	20 / 122	31 / 94	22 / 120	30 / 150	25 / 92
100	35 / 218	21 / 133	r	22 / 120	r	30 / 131
120	35 / 218	r	r	r	r	32 / 146
140	39 / 255	r	r	r	r	r
160	41 / 273	r	r	r	r	r

Tableau 2.2 : Modules de rigidité apparente à la décharge pour des différents niveaux de chargement (r : rupture)

Les résultats font apparaitre une rigidification des fibres en fonction des cycles de chargement. En effet, nous pouvons voir pour la Fibre 1 par exemple, une augmentation du module de 109 à 273% pour un niveau de chargement allant de 20 à 160 mN. Cette augmentation est également mise en évidence sur les fibres en présentant le module d'Young normalisé par rapport au module max en fonction du niveau de chargement (Figure 2-10).

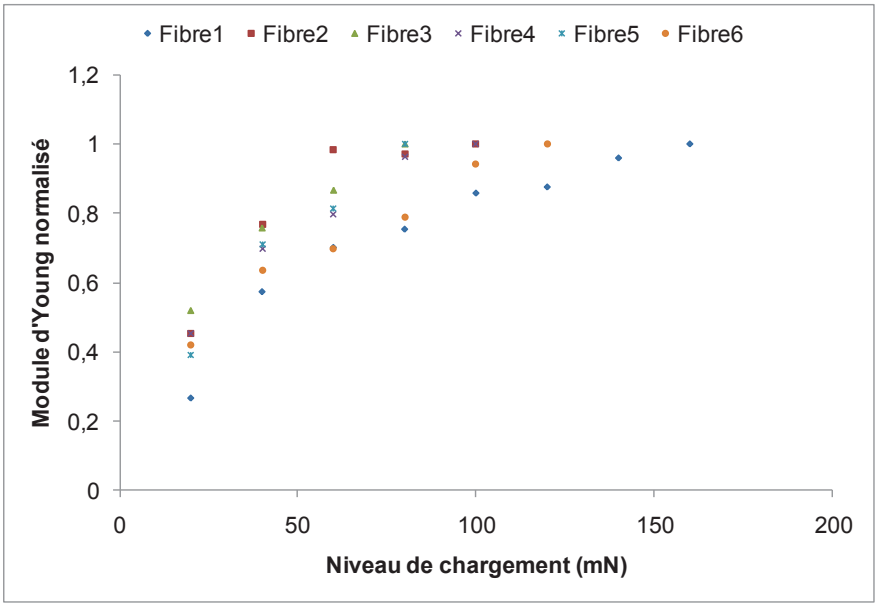


Figure 2-10 : Module d'Young normalisé en fonction du niveau de chargement pour différentes fibres

- Le second type d'essai comme l'illustre la Figure 2-11, a été mis en œuvre afin de mieux analyser les déformations résiduelles et leur éventuelle réversibilité. Cet essai consiste à appliquer des charges/décharges progressives sur une fibre avec un maintien de 8 mN pendant un temps long après décharge de chaque cycle. Les pas de chargement et la vitesse de chargement restent identiques à celles décrites précédemment.

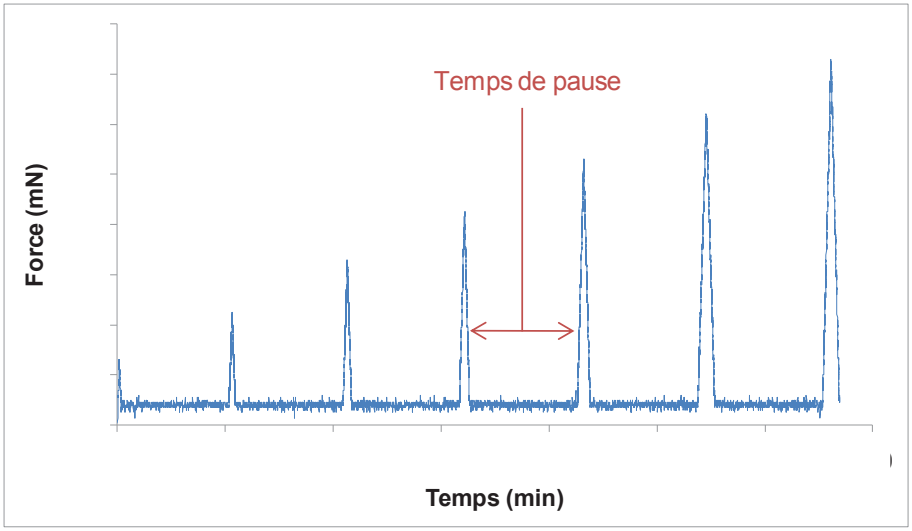


Figure 2-11 : Charges cycliques progressives appliquées à une fibre avec un temps de pause pour chaque cycle (T=23°C ; HR=25%)

Cette procédure est appliquée sur quelques fibres élémentaires avec deux temps de pause différents (30 min et 3 h). L'allure des réponses en contrainte/déformation des fibres semble toujours s'apparenter au comportement du type3 (Figure 2-12). Ce graphe met également en évidence l'existence d'une réversibilité partielle des déformations résiduelles au cours des temps de pause. Ces résultats témoignent de la mise en œuvre de mécanismes viscoélastiques.

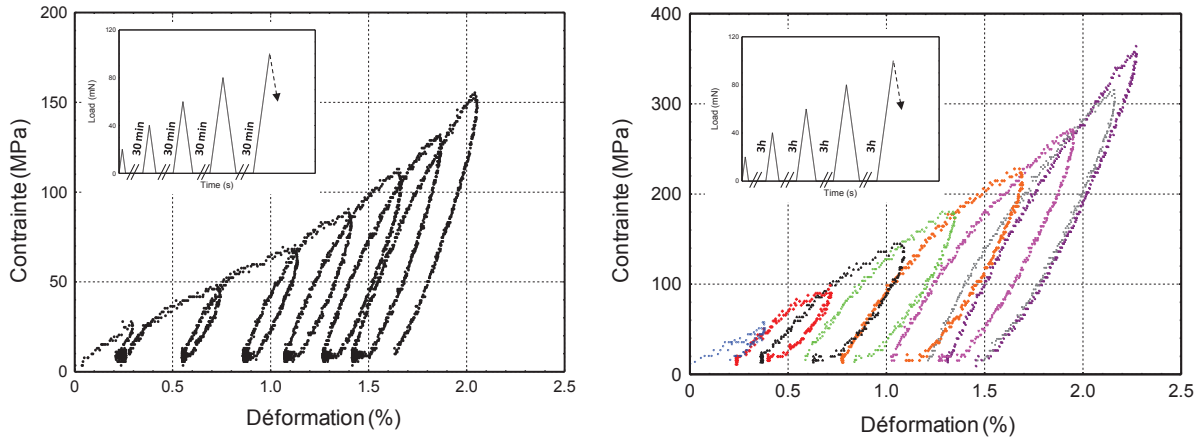


Figure 2-12 : Diagramme Contrainte/Déformation sous charges progressives (T=23°C ; HR=25%)

- Le troisième type d'essai consiste à appliquer des charges cycliques répétées progressives comme l'illustre la Figure 2-13. Chaque niveau de chargement comprend 9 cycles à amplitude constante. Les pas de chargement et la vitesse de chargement restent toujours identiques à celles décrites précédemment.

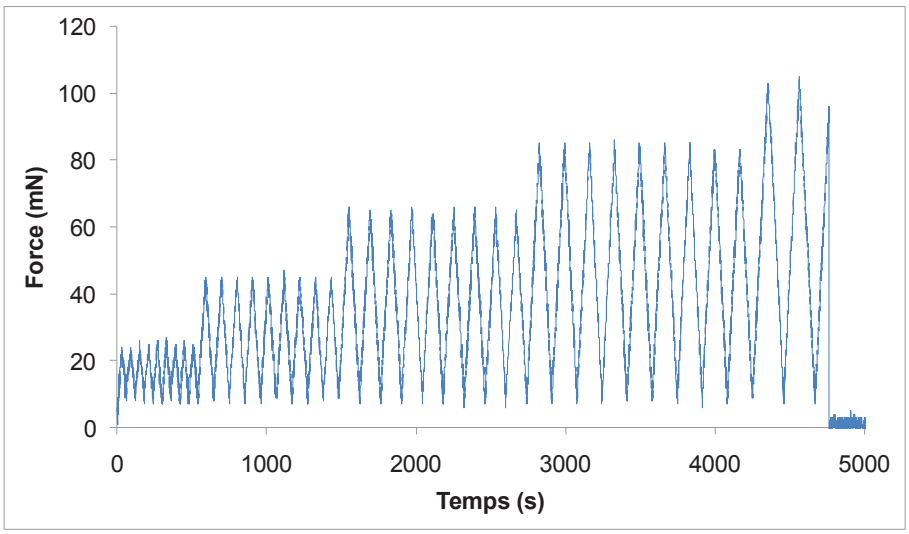


Figure 2-13 : Chargements cycliques répétés progressifs appliqués à une fibre élémentaire (T=23°C ; HR=25%)

Sur les quelques fibres testées avec cette procédure, la réponse typique en contrainte/déformation observée est présentée sur Figure 2-14. Ici également l'allure de la courbe semble toujours décrire le comportement du type3. Nous pouvons observer sur ce graphe, d'une part un cumul des déformations résiduelles au cours des cycles, et d'autre part une forte augmentation de la déformation entre la fin du 1er palier de chargement et le début du second palier. Ce résultat montre également un comportement quasi-linéaire de la fibre pour les paliers de chargements supérieurs.

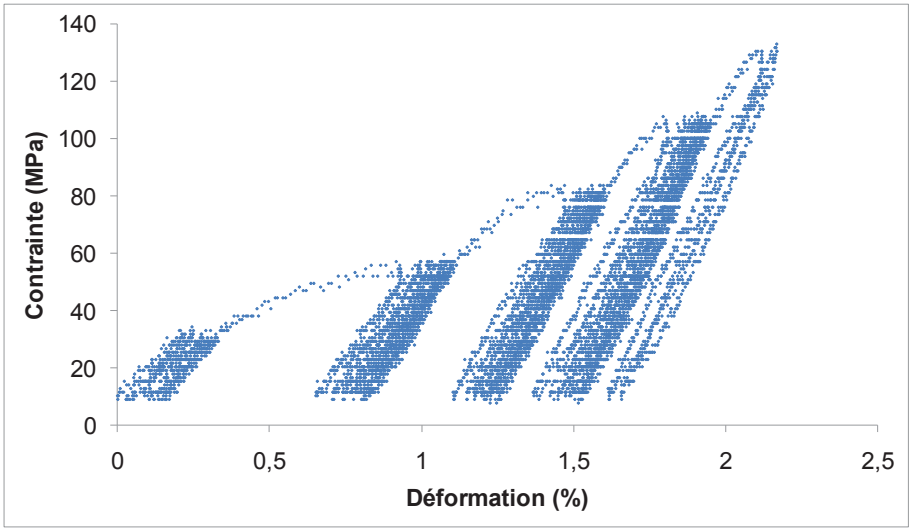


Figure 2-14 : Diagramme Contrainte/Déformation sous l'effet de charges cycliques répétées progressives (T=23°C ; HR=25%)

L'évolution du module d'Young normalisé en fonction du nombre de cycles est présentée sur la Figure 2-15. Ce résultat met encore une fois en évidence une rigidification de la fibre et montre une croissance quasi-linéaire du module d'Young pour chaque palier de chargement. La rigidification de la fibre est plus importante quand le niveau de chargement est élevé, que quand le nombre de cycles augmente pour un niveau de chargement à amplitude constante.

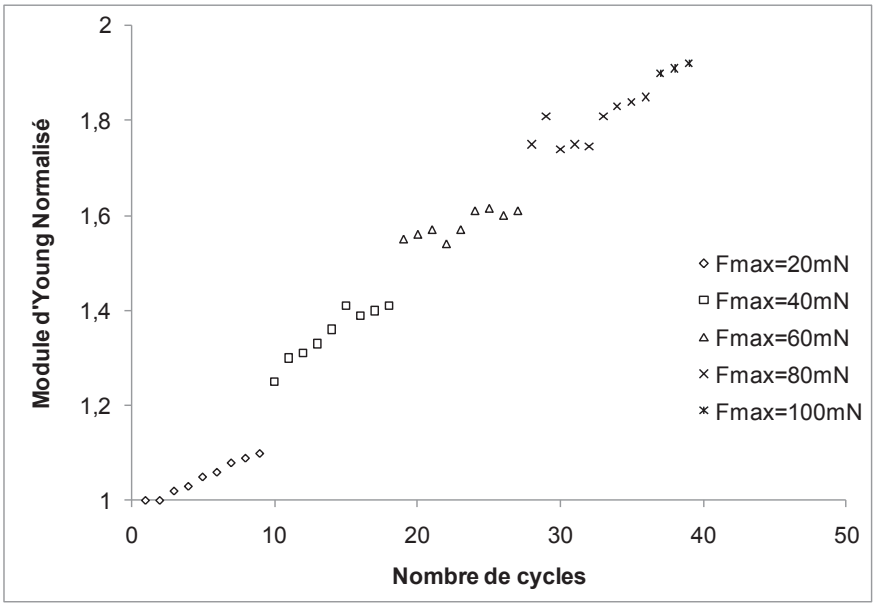


Figure 2-15 : Evolution de la rigidité normalisée en fonction du nombre de cycles

Ces différents tests ont permis d'observer le comportement complexe des fibres élémentaires de chanvre sous un environnement constant. Avant d'apporter des éléments d'interprétation sur les phénomènes pouvant être mis en jeu, des essais *in-situ* ont été réalisés pour compléter la base de données expérimentales et étayer certaines hypothèses.

2.3.3 Traction sous microscope optique

La cellulose étant biréfringente, il est possible de mettre en évidence, sous lumière polarisée, des différences d'organisation dans le réseau. En effet, l'observation sous microscope optique à lumière polarisée permet de mettre en évidence les zones dans lesquelles les AMF sont différents sur une longueur de fibre. Une lumière de forte intensité est renvoyée dans les zones de dislocations qui présentent des AMF plus importants que les autres zones avoisinantes de la fibre (*Cf* chapitre 1 : 1.3.3). Ainsi grâce à des observations *in-situ*, le suivi de l'évolution des AMF en particulier dans ces zones de dislocations au cours d'un chargement mécanique devient possible grâce à des équipements adaptés.

La micro-platine de traction présentée précédemment est utilisée ici afin de suivre l'évolution des AMF dans les zones de dislocations observées sur nos fibres élémentaires. Deux types d'essais ont été réalisés avec cet appareil. Ceux-ci, ainsi que les résultats des observations, sont présentés ci-dessous.

- Le premier type d'essai consiste, après avoir placé la fibre sur le dispositif expérimental, à identifier les zones de dislocations en l'absence de chargement comme l'indiquent les ellipses colorées sur la Figure 2-16. En procédant par la suite à des chargements progressifs par pas de 20 mN, nous pouvons observer une disparition quasi-totale de ces zones de dislocations pour un niveau de chargement équivalent à 120 mN. Ce type d'essai a été répété sur quelques fibres élémentaires, et les résultats montrent tous une disparition des zones de dislocations pour des niveaux de chargement élevés. Ce résultat témoigne d'une réorientation des AMF dans ces zones au cours du chargement.

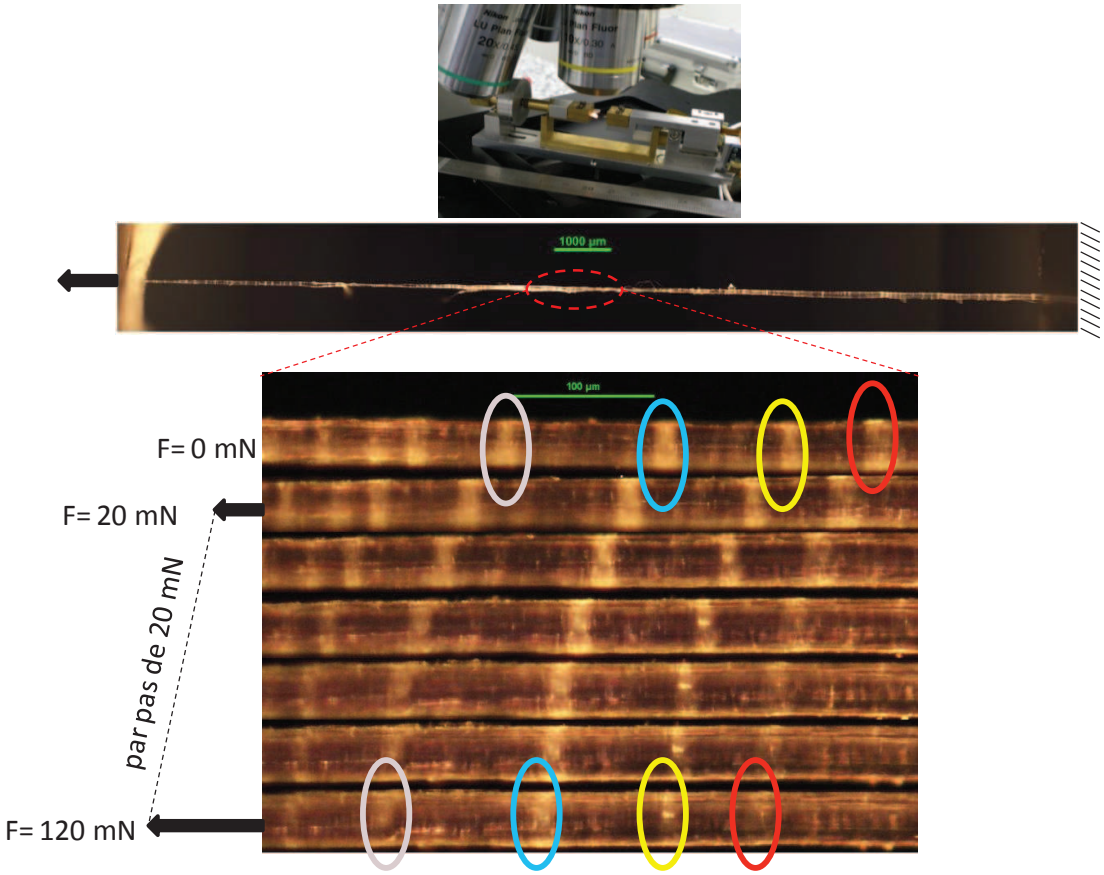


Figure 2-16 : Observation sous microscope optique LMP d'une fibre élémentaire soumise à un CRP

- Le second type d'essai réalisé avec la micro-platine est présenté sur la Figure 2-17. Ce type d'essai consiste, après avoir identifié les zones de dislocations, d'appliquer un effort suffisamment important afin d'observer la disparition de ces zones de dislocations sans rupture de la fibre. En procédant ainsi, nous observons une réapparition de ces zones de dislocations environ 5 min après décharge de l'effort maximal appliqué. Sur les quelques fibres élémentaires testées, les résultats montrent tous ce phénomène de réapparition des zones de défauts au bout de quelques temps après décharge. Ce résultat témoigne la mise en œuvre des mécanismes dépendants du temps au sein des fibres.

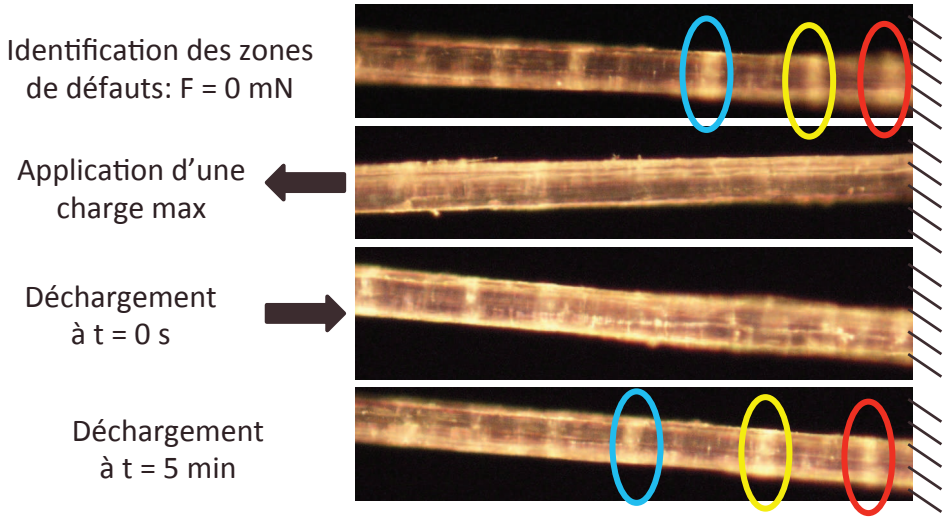


Figure 2-17 : Disparition et réapparition des zones de dislocations

Sur la base des différents résultats expérimentaux collectés dans cette partie de notre travail, nous proposons dans la suite leur interprétation. Un scénario est également proposé, afin d'expliquer l'origine possible du comportement non-linéaire observé expérimentalement sur les fibres élémentaires.

2.3.4 Interprétation des résultats

Les résultats des essais en traction quasi-statique et ceux des CRP, ont montré un comportement fortement non-linéaire et majoritaire ainsi qu'une rigidification des fibres élémentaires sous sollicitation de traction. A l'échelle d'un composite lin/époxy unidirectionnel, ce comportement et une rigidification du matériau sous chargement cyclique ont été observés dans les travaux de certains auteurs (Liang et al., 2012; Shah et al., 2012). L'étude et la compréhension de l'origine de ces phénomènes deviennent donc importantes à l'échelle de la fibre élémentaire. L'objectif de cette partie, et compte tenu des informations collectées expérimentalement, est de proposer quelques hypothèses permettant d'expliquer l'origine de ces phénomènes.

A l'échelle des fibres élémentaires de bois à paroi mince, ce comportement a été attribué à un phénomène de flambement de la paroi cellulaire (Page and El-Hosseiny, 1971). Il a été montré que ce phénomène de flambement n'est pas observé pour des fibres de bois à paroi épaisses. Il est donc fort probable que ce phénomène ne puisse pas expliquer le comportement non-linéaire du chanvre, dont les fibres possèdent une épaisseur de paroi d'environ 7 à 13 µm selon Sankari (Sankari, 2000).

Des hypothèses sur la réorientation des microfibrilles de cellulose au cours du chargement sont avancées dans la littérature pour expliquer ce phénomène. Une des investigations sur des essais *in situ* sur des fibres de chanvre réalisée par Placet et al. (Placet et al., 2011), montre l'évolution de

l'AMF d'un faisceau de fibres en fonction de la déformation (Figure 2-18). Une variation de quelques degrés (11 à 8°) de l'AMF en fonction de la déformation est ainsi observée sur un faisceau de quelques fibres. Cependant l'ordre de grandeur de cette diminution de l'AMF parait insuffisant pour expliquer la forte croissance du module observée expérimentalement sur les fibres élémentaires.
Une cristallisation de la cellulose amorphe sous chargement mécanique a été observée grâce à des essais *in-situ* aux RX réalisés par Asley et Donald (Astley and Donald, 2003) sur des fibres de lin. Ce phénomène de cristallisation pourrait certainement expliquer la forte rigidification observée sur nos fibres de chanvre.
Sur la base de toutes ces observations expérimentales, nous proposons un scénario pouvant expliquer le comportement non-linéaire des fibres élémentaires. Ce scénario décrivant les différents phénomènes mis en jeu dans chaque phase de la courbe contrainte/déformation des fibres est présenté sur la Figure 2-19.

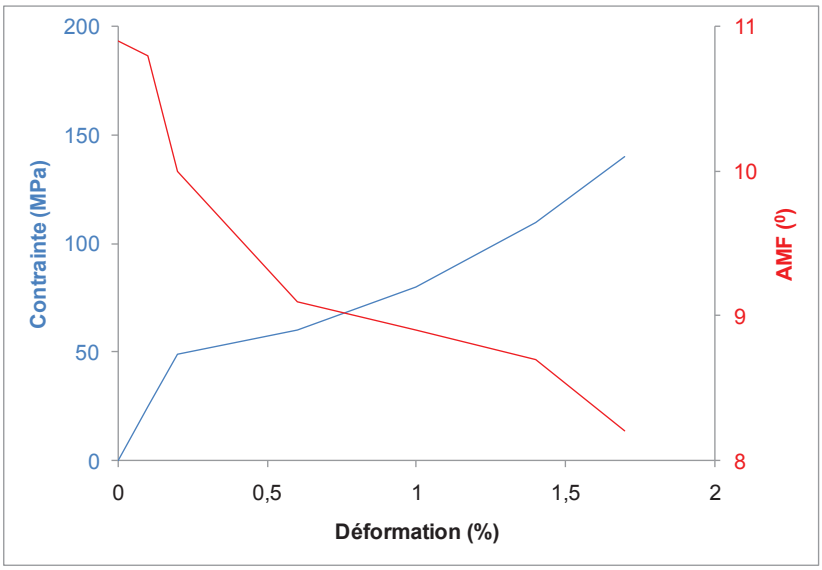


Figure 2-18 : Evolution de la contrainte et de l'AMF en fonction de la déformation des fibres d'après Placet et al. (Placet et al., 2011)

Notre interprétation des différentes phases est décrite ci-dessous.
La phase (I) de la courbe contrainte/déformation où une augmentation de la rigidité apparente est observée a été attribuée à une déformation élastique de tous les composants de la fibre.
La phase (II), où une diminution apparente de la rigidité et une déformation irréversible sont observées, a été attribuée à des phénomènes de « stick-slip »au sein de la paroi cellulaire. Ces phénomènes correspondraient à des ruptures de liaisons hydrogènes dues aux glissements des micro-fibrilles. Pour expliquer la présence de mécanismes partiellement réversibles et dépendants du temps observée expérimentalement, une possible reformation de ces liaisons hydrogènes au cours du temps est également avancée dans cette phase.
La troisième et dernière phase (III) où une augmentation de la rigidité apparente est observée, a été attribuée à une cristallisation de la cellulose amorphe due à la contrainte de cisaillement induite à l'interface matrice/micro-fibrilles et à un réalignement général des micro-fibrilles dans le sens de la fibre

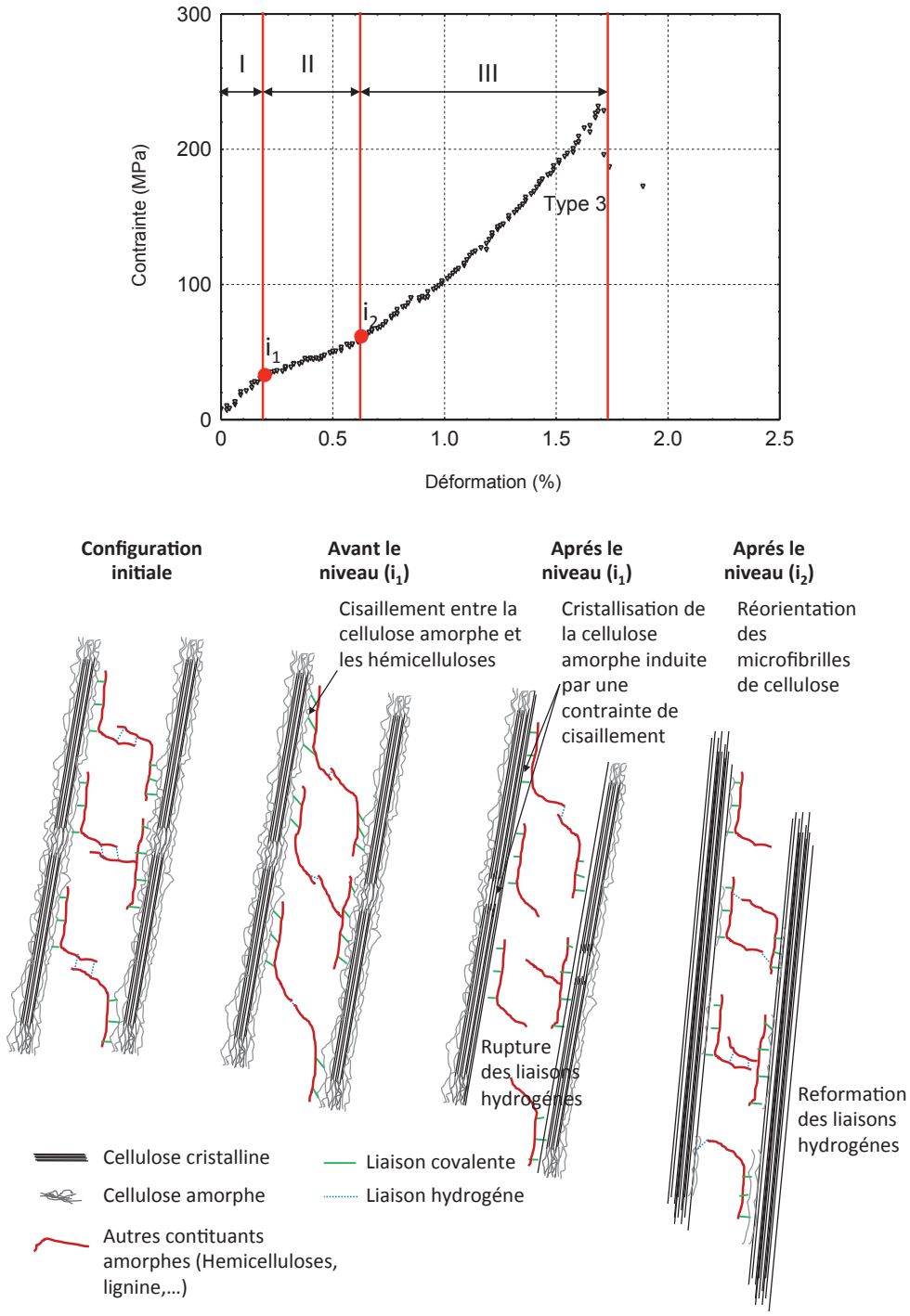


Figure 2-19 : Illustration de l'origine possible du comportement non-linéaire de la fibre en traction quasi-statique

Après avoir observé le comportement des fibres, nous proposons d'étudier les performances mécaniques dans la suite de cette partie.

2.4 Propriétés mécaniques de la fibre élémentaire de chanvre

Dans ce paragraphe, nous proposons d'étudier les propriétés mécaniques des fibres en traction, à savoir leur résistance, leur rigidité ainsi que leur élongation à rupture. Vu le comportement fortement non-linéaire des fibres, les modules d'Young présentés dans la suite sont déterminés dans la partie finale de la courbe contrainte/déformation comme l'indique la Figure 2-20. La détermination du module initial est souvent délicate compte tenu des faibles niveaux d'efforts mis en jeu avant d'atteindre le premier point d'inflexion.

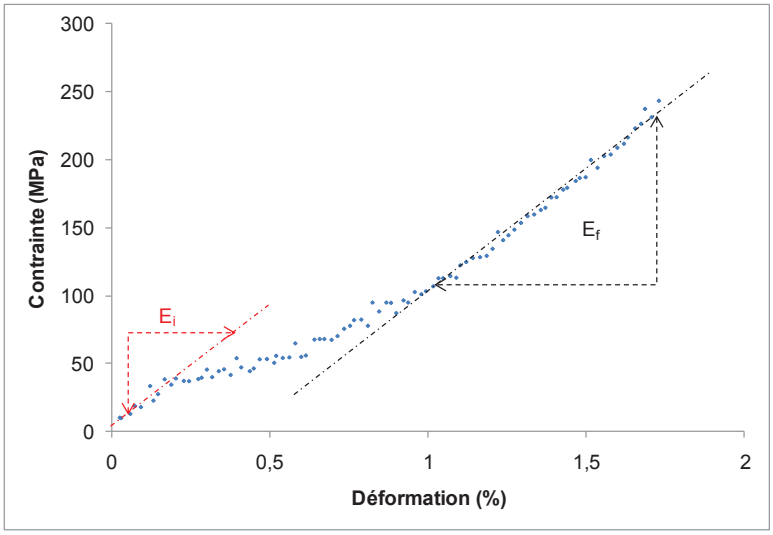


Figure 2-20 : Diagramme Contrainte/Déformation d'une fibre élémentaire de chanvre

2.4.1 Variabilité et dispersion des propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des 60 fibres élémentaires testées en traction quasi-statique sont présentées dans le Tableau 2.3 et sur la Figure 2-21.

Les résultats montrent un coefficient de variation (CoV) élevé, pour le module d'Young et la résistance à rupture, comparé à celui de la déformation à rupture des fibres. Ce résultat met en évidence une grande variabilité du module et de la résistance des fibres. Une grande dispersion est également observée sur les propriétés mécaniques en fonction de leur diamètre extérieur moyen.

En plus de la variabilité inhérente liée aux fibres, une autre partie majeure des origines de cette dispersion en particulier sur le module et la résistance est liée aux méthodes utilisées pour déterminer les propriétés mécaniques (*Cf* chapitre 1 : 1.4.2.1). En effet les hypothèses faites sur la section utile des fibres, peuvent expliquer l'origine de cette variabilité. Ces hypothèses entrainent non seulement une dispersion des grandeurs mécaniques mais également une sous estimation de la rigidité et de la résistance des fibres.

	E (GPa)	σ (MPa)	ε (%)
Moyenne ± *Ecart-type*	17 ± *14.4*	435 ± *289*	2.33 ± *0.82*
Min	4	51	0.61
Max	54	1195	4.2
CoV	0.67	0.66	0.35

Tableau 2.3 : Propriétés mécaniques des fibres en traction (T=23°C ; HR=25%)

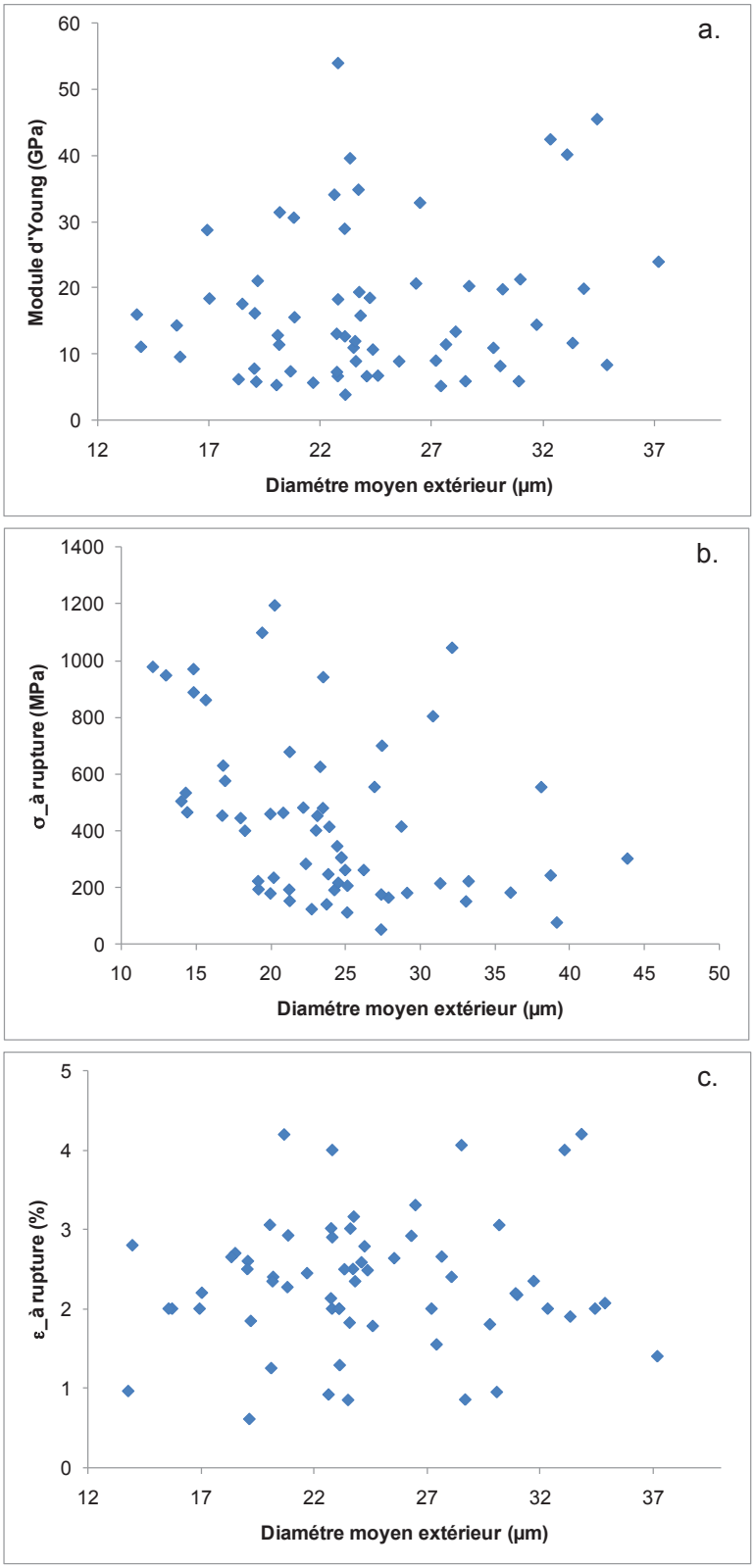


Figure 2-21 : (a.) Module d'Young ; (b.) contrainte à rupture ; (c.) déformation à rupture en fonction du diamètre extérieur moyen des fibres (T=23°C ; HR=25%)

L'évolution de la contrainte à rupture semble montrer une chute de cette dernière en fonction du diamètre extérieur moyen des fibres. Ce résultat a été observé dans les travaux de Virk et al. (Virk et al., 2010) sur des fibres de Jute, et Duval et al. (Duval et al., 2011) sur des fibres de chanvre.

L'explication possible de cette chute rejoint la théorie de Griffith établie dans le domaine de la mécanique de la rupture des matériaux fragiles. En effet la rupture des fibres est pilotée par la présence de défauts. Ainsi, plus le diamètre d'une fibre est élevé, plus la probabilité de présence d'un défaut est importante et donc plus la probabilité d'obtenir une rupture prématurée est grande.
Contrairement aux résultats des travaux de certains auteurs (Duval et al., 2011; Virk et al., 2010), la chute du module en fonction du diamètre n'est pas observée sur la campagne de mesure effectuée.

Afin de mieux représenter et intégrer cette variabilité, nous proposons dans la suite une représentation statistique des résultats expérimentaux.

2.4.2 Représentation statistique des résultats de la campagne de mesures

La représentation statistique des résultats expérimentaux permet d'identifier les lois de distribution que suivent les grandeurs mécaniques déterminées. Les familles de lois de distribution testées ici sont la loi Normale, Log-normale, Exponentielle, Gamma, Weibull et Beta, et sont implémentées dans la plupart des outils numériques (Matlab, …). Des tests de types Anderson-Darling et Cramer-Von Mises, sont généralement utilisés pour évaluer les meilleurs paramètres d'une famille de loi sur une distribution donnée.
Toutes les familles de lois ont été testées sur les distributions des propriétés mécaniques collectées avec des critères plus ou moins sévères des tests d'Anderson-Darling ou Cramer-Von Mises. A l'issue de ces tests, seule la loi Log-normale a été acceptée sur les distributions des grandeurs mécaniques telles que la rigidité et la résistance des fibres (Figure 2-22). Aucune loi n'a été acceptée sur la distribution de l'allongement à rupture des fibres. Cette loi identifiée sur le module et sur la résistance a été retenue également pour représenter la distribution des diamètres extérieurs moyens des fibres.
Le Tableau 2.4 présente les valeurs des paramètres identifiés sur le module d'Young et la résistance à la rupture avec une loi de distribution Log-normale. Cette loi est définie dans l'équation (3) avec m définissant la moyenne et σ l'écart-type.

Distribution Loi Log-normal		
Paramétres	m	σ
Module d'Young	2.63	0.63
Contrainte à la rupture	5.84	0.70

Tableau 2.4 : Valeurs des paramètres identifiés

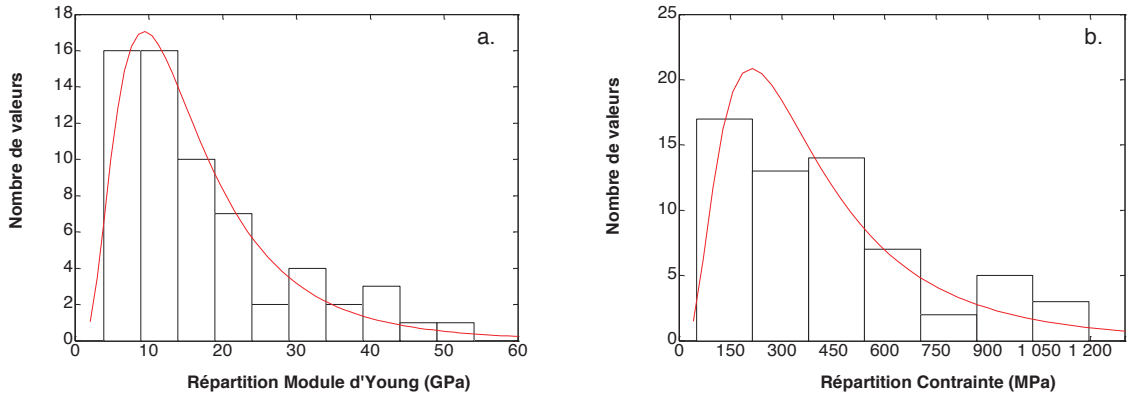


Figure 2-22 : Distribution du module d'Young (a), et de la contrainte à rupture (b)

2.5 Conclusions

Dans cette partie du manuscrit, nous avons caractérisé des fibres élémentaires de chanvre en traction quasi-statique sous un environnement constant.
Nous avons observé trois types de comportement dont un fortement non-linéaire et majoritaire (41%). Des essais CRP ont montré une forte rigidification des fibres en fonction du chargement. Cette rigidification est plus importante quand le niveau de chargement est élevé, que quand le nombre de cycles augmente pour un niveau de chargement à amplitude constante.
Une réversibilité partielle des déformations résiduelles a également été montrée pendant les essais CRP avec des temps de pause.
Les observations *in-situ* sous microscope optique LMP ont montré à la fois une disparition des zones de dislocations pour un niveau de chargement élevé, et à la fois une réapparition de ces zones au bout de quelques temps après déchargement, témoignant ainsi de variation de l'AMF sous chargement de traction.
Un scénario basé sur des phénomènes de redressement des microfibrilles et une cristallisation des parties amorphes sous contrainte, a été proposé pour expliquer l'origine du comportement non-linéaire observé expérimentalement.
Une grande variabilité des propriétés mécaniques telles que la rigidité et la résistance a été observée. Des représentations statistiques ont été proposées pour les propriétés mécaniques et dimensionnelles. Les lois log-normales permettent de décrire fidèlement les distributions enregistrées expérimentalement sur ces grandeurs.
Comme pour d'autres fibres végétales, une relation entre la résistance en traction et le diamètre extérieur de la fibre a pu être établie.

Après avoir caractérisé les fibres en traction quasi-statique sous un environnement constant, nous proposons dans le chapitre suivant d'étudier l'influence des conditions environnementales sur leur comportement et leurs performances mécaniques.

3 Influence de l'environnement sur le comportement et les propriétés mécaniques en traction quasi-statique des fibres élémentaires de chanvre

3.1 Introduction

Contrairement aux fibres synthétiques comme le verre ou le carbone, les fibres végétales sont constituées de polymères sensibles à certains facteurs comme la température et l'humidité relative (HR). En effet ces différents constituants possèdent de nombreux sites polaires pouvant interagir avec des molécules d'eau. Cette interaction peut influencer le comportement ainsi que les propriétés mécaniques des fibres.

C'est dans ce contexte, et après avoir caractérisé les fibres en traction quasi-statique sous un environnement constant dans le chapitre précédent, que cette partie se consacre à investiguer l'influence de l'environnement sur le comportement et les performances mécaniques.

Ce chapitre propose d'étudier dans un premier temps l'influence de l'HR sur le comportement et les propriétés mécaniques en traction quasi-statique. Les représentations statistiques proposées dans le chapitre précédent sont également adoptées ici afin d'accéder à une comparaison fiable et représentative des résultats collectés à chaque niveau d'HR.

Une deuxième partie est consacrée à l'influence de la température. Le niveau de température et le temps d'exposition sont les deux principaux paramètres étudiés.

3.2 Influence de l'humidité relative sur le comportement et les performances des fibres

3.2.1 Protocole expérimental

Le matériel et la méthode utilisés dans ce chapitre sont identiques à ceux décrits dans le chapitre précédent. Quatre niveaux d'HR (10, 25, 50, 80%), ont été choisis dans ce travail pour mener l'investigation. Pendant les essais, l'HR est mesurée. Pour quantifier la teneur en eau dans la fibre, nous pouvons nous référer à la courbe de sorption des fibres de chanvre extraite des travaux de Hill et al. (Hill et al., 2009). Cette courbe (Figure 3-1), met en évidence une hystérésis entre la phase d'absorption et de désorption d'eau dans la fibre. Bien que la notion d'HR ne sois pas intrinsèque au matériau, mais compte tenu des difficultés à déterminer *in situ* la teneur en eau d'une fibre élémentaire, les résultats expérimentaux collectés sont exprimés en fonction de l'HR.

Soixante fibres de quelques microns de diamètre extérieur moyen et de longueur utile de 8 mm ont été préparées pour chaque niveau d'HR. L'HR pendant la préparation des quatre lots de fibres est de 50 ±2.5% et la température de 23 ±1.5°C. Avant d'être sollicitées en traction, les fibres sont maintenues pendant 10 min à l'HR désirée, et ce afin que leur teneur en eau atteigne l'équilibre. La cinétique de sorption mesurée sur quelques centaines de fibres de chanvre a montré qu'au bout de 10 min environ 80% de la teneur en eau d'équilibre est atteint. Les fibres sont sollicitées en traction quasi-statique avec une vitesse de déplacement de 5 µm/s jusqu'à rupture.

Comme dans le travail précédent, les grandeurs mécaniques sont déterminées à partir des données force/déplacement mesurées. Les variations dimensionnelles liées à la sorption d'eau dans la fibre ne sont pas prises en compte. Les différents résultats expérimentaux collectés sont détaillés et présentés ci-après.

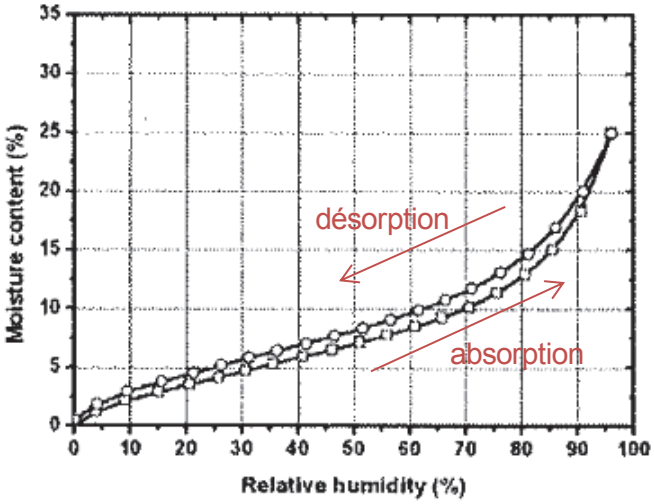


Figure 3-1 : Evolution du taux d'humidité des fibres de chanvre en fonction de l'HR environnant à 25°C d'après Hill (Hill et al., 2009)

3.2.2 Effet de l'humidité relative sur le comportement des fibres

Les trois types de comportement identifiés précédemment (sous un environnement constant) sont également observés ici sur les quatre niveaux d'HR testés (Figure 3-2 a). La distribution de ces trois types pour chaque niveau d'HR est présentée sur la Figure 3-2 (b). Ce résultat montre d'une part une répartition des différents types de comportement pour tous les niveaux d'HR, et d'autre part une

forte dominance du type3 pour le niveau d'HR à 80%. Le type3, qui présente un comportement fortement non-linéaire a été attribué dans le chapitre précédent à des phénomènes de redressement des microfibrilles et une cristallisation des parties amorphes sous sollicitation mécanique. L'HR semble être un acteur ou un activateur de ces différents phénomènes. En effet, en raison de la nature hydrophile de certains composants de la paroi cellulaire des fibres végétales, la teneur en eau des fibres varie en fonction de l'HR de l'air l'environnant. La sorption d'eau chez les fibres végétales résulte de la combinaison d'un ensemble de mécanismes (Okubayashi et al., 2004). Les vitesses des différents mécanismes dépendent directement de l'accessibilité des sites de sorption mis en jeu (groupes polaires, micro-cavités et porosités, molécules d'eau…), comme l'illustre la Figure 3-3. La forme sigmoïde de la courbe de sorption d'une fibre élémentaire de chanvre (Figure 3-1) reflète la combinaison de cet ensemble de mécanismes entrant en compétition dans la fibre. La sorption d'eau induit chez les fibres végétales des ruptures des liaisons hydrogènes intra et inter-moléculaires. Ces ruptures de liaisons peuvent favoriser une réorientation des microfibrilles de cellulose au cours du chargement, et expliquées la forte dominance du type 3 pour les niveaux d'HR élevés observée expérimentalement.

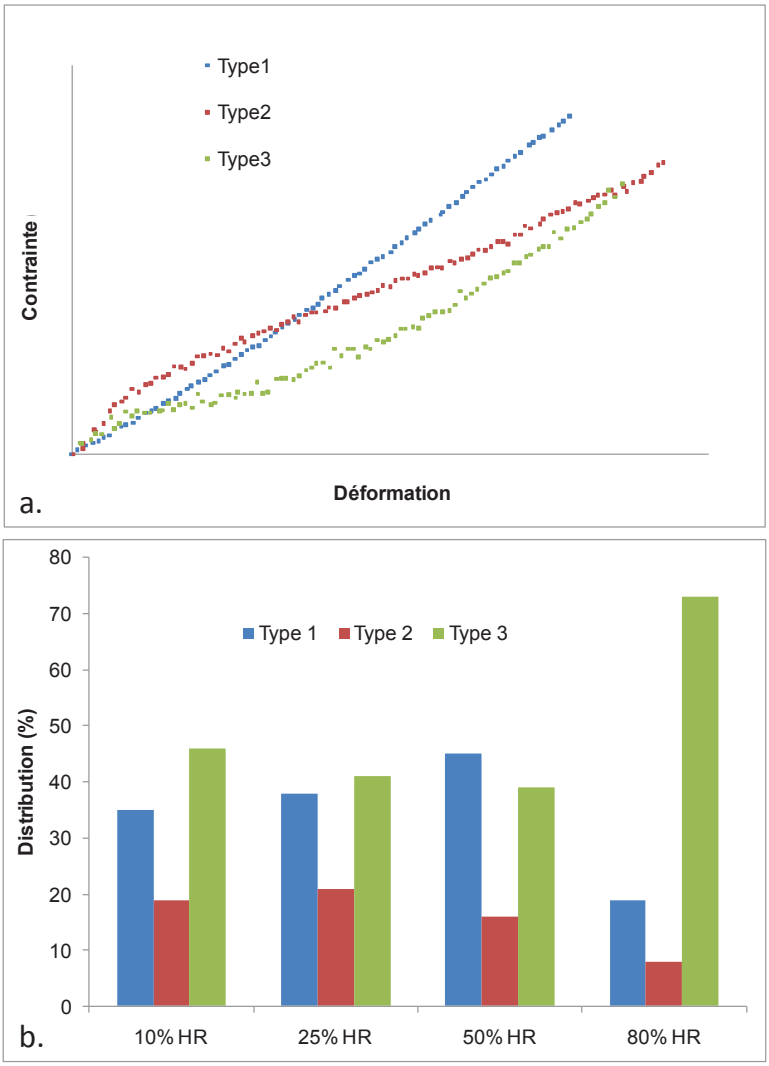


Figure 3-2 : Types de comportement observés (a) ; Distribution des types de comportement (b) en fonction du niveau d'HR

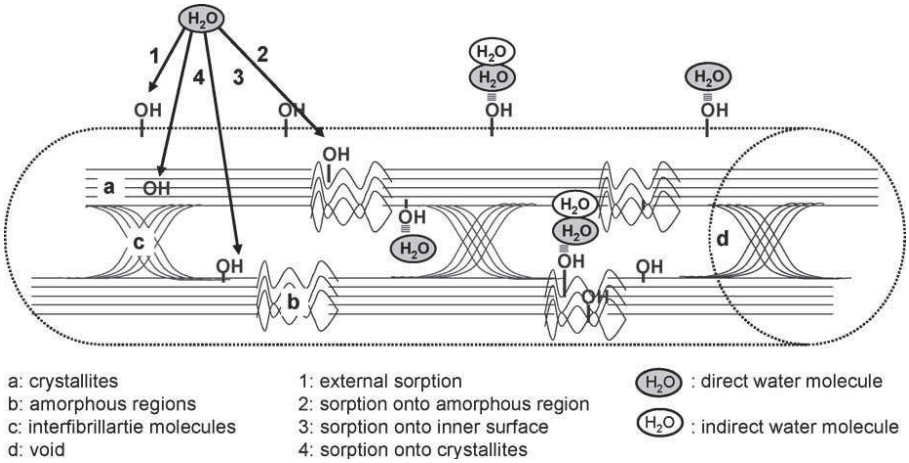


Figure 3-3 : Illustration schématique des sites de sorptions dans la paroi cellulaire des fibres végétales. Extrait d'Okubayashi (Okubayashi et al., 2004)

3.2.3 Observation MEB des faciès de rupture

Les faciès de rupture des fibres testées aux quatre niveaux d'HR ont été observés sous microscope électronique à balayage (MEB) après chaque essai. La Figure 3-4 montre différents modes de rupture des fibres selon le niveau d'HR. Les comportements à rupture observés montrent le rôle de l'eau dans la fibre. En effet, pour les niveaux d'HR faibles (10 et 25%) une rupture de type fragile des fibres est observée, tandis que pour les niveaux d'HR élevés (50 et 80%) une rupture plutôt de type ductile des fibres est constatée.

En plus d'affecter le comportement des fibres, ces observations montrent également que l'humidité influence les modes de rupture des fibres.

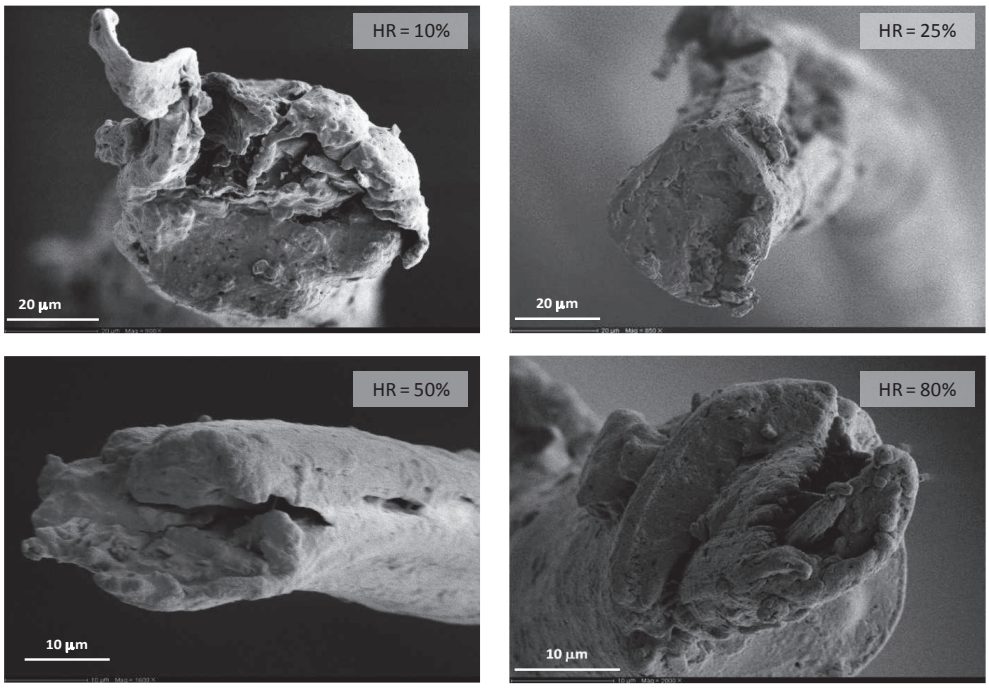


Figure 3-4 : Faciès de rupture des fibres à différentes HR sous MEB

3.2.4 Effet de l'humidité relative sur les propriétés mécaniques

3.2.4.1 Variabilité et dispersion des résultats expérimentaux

L'évolution des propriétés mécaniques des 60 fibres testées en traction quasi-statique pour chaque niveau d'HR en fonction des diamètres extérieurs moyens des fibres est présentée sur la Figure 3-5. Ces graphes mettent en évidence une forte dispersion des propriétés mécaniques en fonction des diamètres extérieurs moyens des fibres. Une diminution du module d'Young (Figure 3-5 (a)) et de la contrainte à rupture des fibres (Figure 3-5 (b)) en fonction du diamètre est observée. Cette diminution de la résistance et de la rigidité en fonction du diamètre a été également observée sur des fibres de chanvre et sur d'autres fibres issues de plantes annuelles dans les travaux de certains auteurs (Duval et al., 2011; Summerscales et al., 2011; Virk et al., 2010).

Les grandeurs mécaniques déterminées pour chaque niveau d'HR sont synthétisées dans le Tableau 3.1. Les résultats montrent un coefficient de variation élevé pour tous les niveaux d'HR, témoignant d'une grande variabilité des différentes grandeurs mécaniques. Cependant cette grande variabilité est plus accentuée sur le module et la résistance que sur l'allongement à rupture des fibres. L'origine de cette grande variabilité sur la rigidité et la résistance des fibres a été discutée dans le chapitre précédent (*Cf* chapitre 2 : 2.4.1). Les résultats montrent une légère augmentation de la rigidité, de la résistance et de l'allongement à rupture en fonction de l'HR. Ces tendances sont dégagées en considérant les valeurs moyennes. Compte tenu de l'ampleur des dispersions, ces conclusions sont à prendre avec précaution. Afin d'accéder à une comparaison fiable et représentative de l'influence de l'HR sur les performances mécaniques des fibres, nous proposons dans la suite des représentations statistiques des résultats expérimentaux collectés.

HR	10%	25%	50%	80%
E (GPa) ± Ecart-type	**14** ± 7	**21** ± 17	**19** ± 11	**24** ± 12
CoV	*0.51*	*0.79*	*0.59*	*0.52*
σ (MPa) ± Ecart-type	**310** ±190	**487** ± 473	**453** ± 249	**571** ± 343
CoV	*0.61*	*0.97*	*0.55*	*0.60*
ε (%) ± Ecart-type	**2.75** ± 1.48	**2.59** ± 0.84	**3.21** ± 1.37	**3.77** ± 0.84
CoV	*0.54*	*0.33*	*0.43*	*0.22*

Tableau 3.1 : Module d'Young, Contrainte à rupture et Déformation à rupture pour différents niveaux d'HR

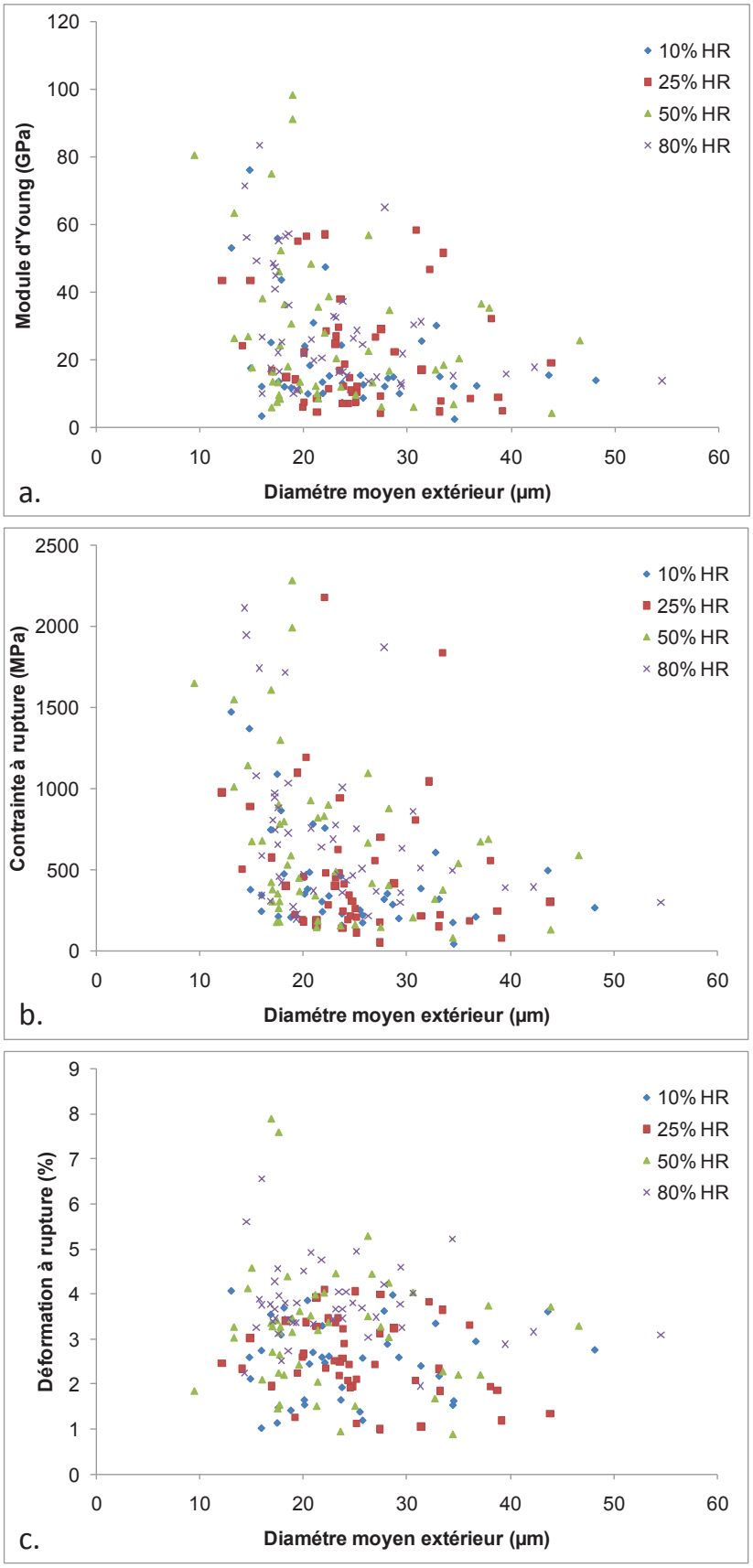


Figure 3-5 : Propriétés mécaniques en fonction du diamètre moyen extérieur pour différents niveaux d'HR

3.2.4.2 Représentation statistique des propriétés mécaniques

Les données collectées sont représentées à l'aide de « boîtes à moustaches ». Ces boîtes sont décrites sur la Figure 3-6. Les valeurs de chaque grandeur sont classées par ordre croissant, la valeur médiane correspondant au quartile Q2 est le point milieu séparant la série en deux groupes égaux. Les quartiles Q1 et Q3 correspondant respectivement à 25 et 75% des données, repartagent les groupes inférieurs et supérieurs en deux groupes égaux. Des points particuliers (5, 10, 90, 95^{iéme} centiles) sont repérés dans la série afin de suivre l'évolution des valeurs extrêmes.

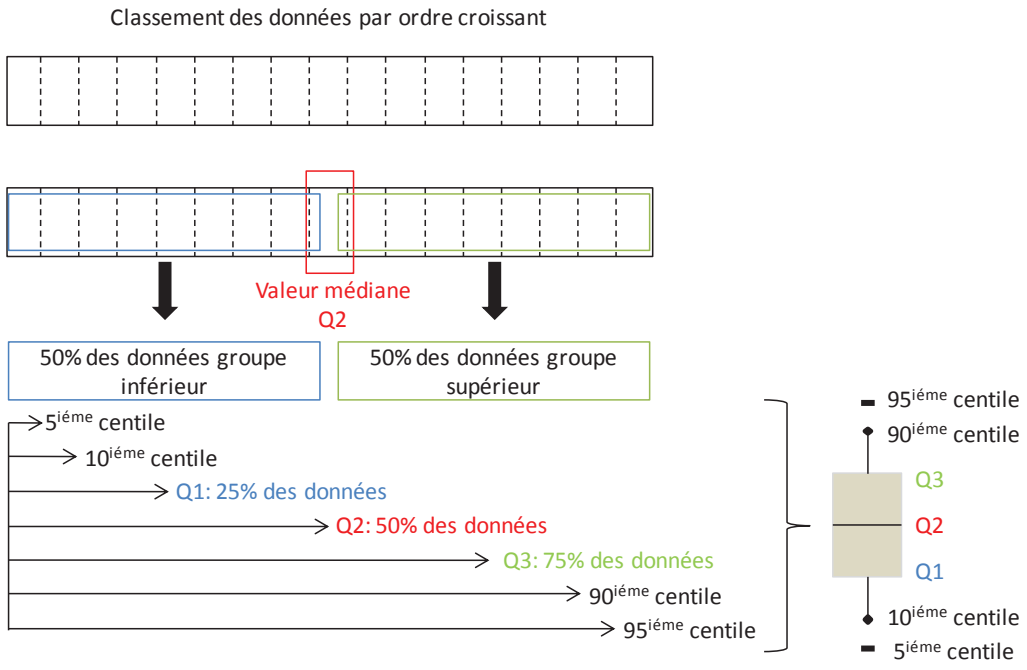


Figure 3-6 : Illustration d'une boite à moustaches

En procédant ainsi, l'évolution des propriétés mécaniques est représentée en fonction du niveau d'HR sur la Figure 3-7. Cette représentation des grandeurs permet de faire apparaitre et formuler plusieurs remarques intéressantes :

- Les valeurs correspondant au 5^{iéme} centile sur la rigidité ainsi que la résistance à rupture des fibres montrent leur indépendance à l'HR (Figure 3-7 (a, b)).
- Une augmentation de la valeur médiane du module d'Young en fonction du niveau d'HR (Figure 3-7 (a)) est observée, cette tendance est également retrouvée sur les valeurs correspondant au 95^{iéme} centile avec une légère diminution entre 20 et 50% HR, suivie d'une augmentation entre 50 et 80% HR.
- Pour la contrainte à rupture (Figure 3-7 (b)), la même tendance est observée sur les valeurs médianes et sur les valeurs du 95^{iéme} centile. Une augmentation de la résistance à rupture en fonction du niveau d'HR jusqu'à 50% HR suivie d'une diminution pour les HR supérieures.
- L'allongement à rupture (Figure 3-7 (c)) montre une légère variation entre les différentes valeurs. L'HR semble avoir un impact faible sur la déformation à rupture.

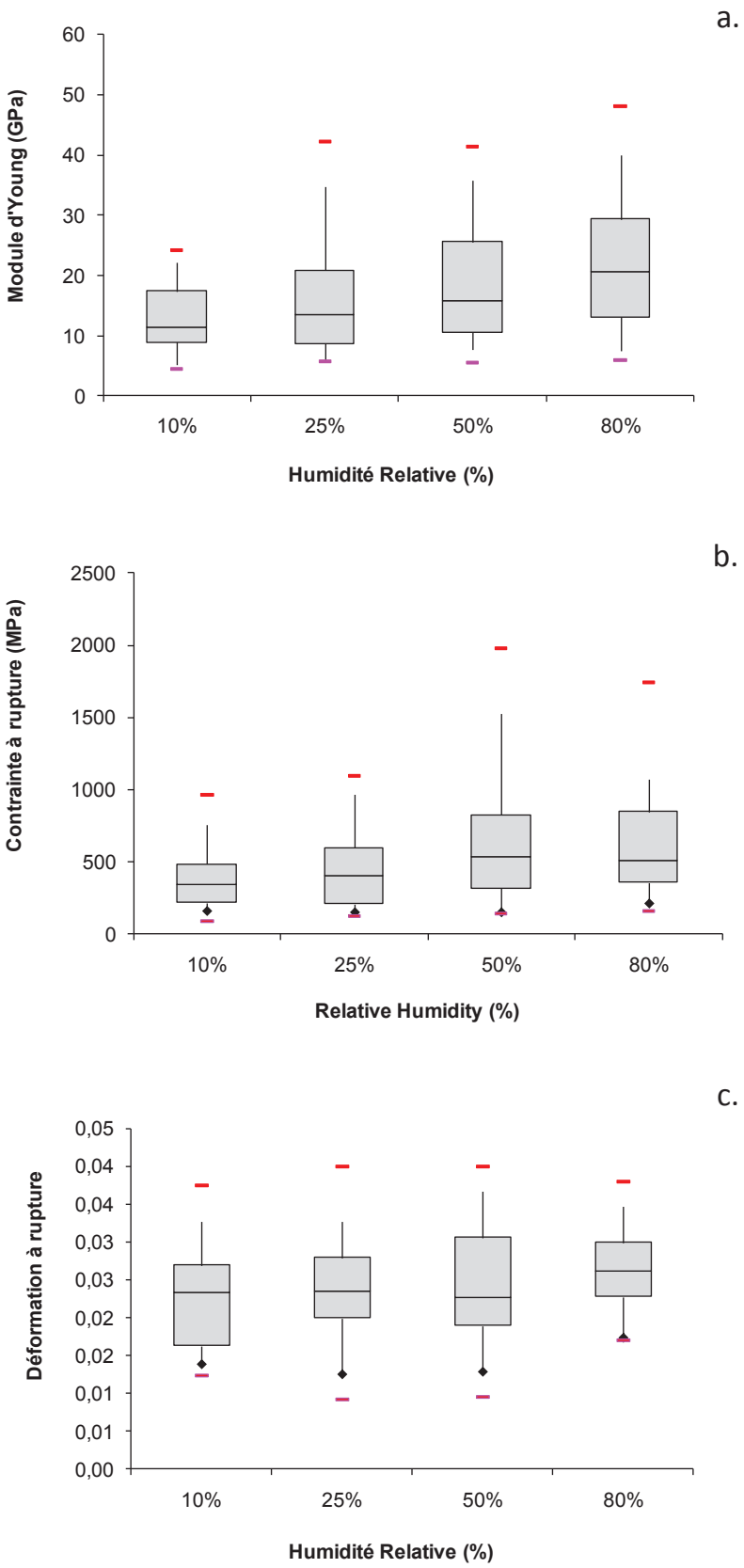


Figure 3-7 : Représentation statistique des propriétés mécaniques en fonction du niveau d'HR (a. module d'Young ; b. contrainte à rupture ; c. déformation à rupture)

Une tendance de diminution de la contrainte à rupture en fonction du diamètre a été observée pour les différents niveaux d'HR testés. Cette tendance a été également observée dans le chapitre précédent (*Cf* chapitre 2 : 2.4.1) lors de la caractérisation des fibres sous un environnement constant, et semble en accord avec la théorie de Griffith. Pour mieux observer cette diminution, les valeurs médianes (déterminées par tranches de diamètres) sont représentées en fonction des diamètres extérieurs moyens des fibres pour tous les HR sur la Figure 3-8 (b).

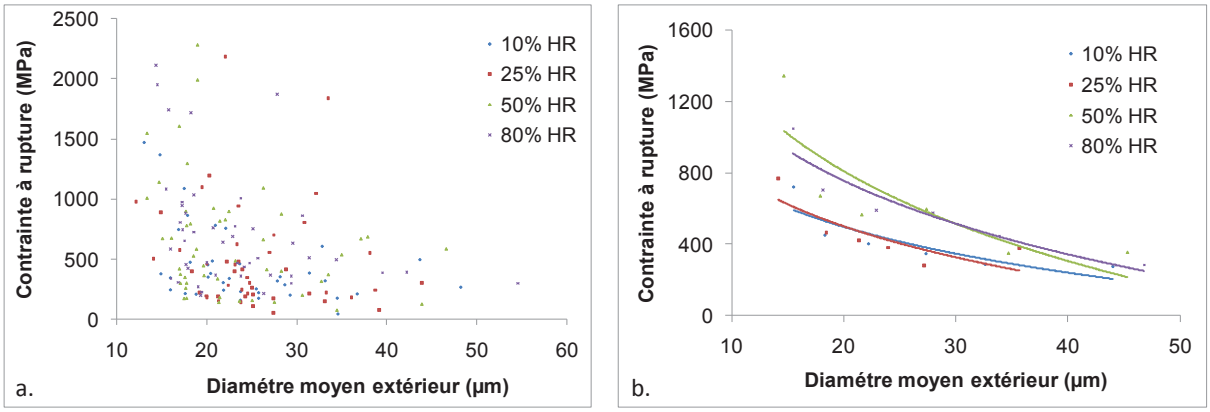


Figure 3-8 : Evolution de la contrainte en fonction du diamètre moyen extérieur pour différents niveaux d'HR (a) ; évolution des valeurs extrêmes (b)

Ce résultat montre une évolution logarithmique de la résistance des fibres en fonction du diamètre pour chaque HR. Cette évolution logarithmique est décrite par l'équation (7). Les paramètres de cette équation ont été identifiés pour chaque HR et sont synthétisés dans le Tableau 3.2. Ces équations permettent d'accéder à un modèle empirique. Il est alors possible de prédire la résistance des fibres en fonction du diamètre et de l'HR considérée.

$$\sigma(d, HR) = \sigma_0(HR) - m(HR)\ln(d) \qquad (7)$$

HR (%)	σ_0 (MPa)	m	r^2
10	1610	370	0.76
25	1785	430	0.65
50	2990	725	0.70
80	2540	595	0.88

Tableau 3.2 : Paramètres de la régression logarithmique de l'évolution de la contrainte à rupture en fonction du diamètre pour différents niveaux d'HR

Afin de pallier les erreurs faites sur la section utile (fibre parfaitement cylindrique et pleine), certains auteurs (Thomason et al., 2011b; Virk, 2010) proposent dans leurs travaux un coefficient de correction. Ils préconisent un facteur de correction d'environ 1.5. En intégrant ce coefficient correctif, l'équation (7) devient :

$$\sigma(d, HR) = 1.5 \times \left[\sigma_0(HR) - m(HR)\ln(d)\right] \qquad (8)$$

La forte dispersion observée au niveau de la contrainte à rupture des fibres élémentaires pourrait être due à la présence de défauts de différentes tailles au sein de la paroi cellulaire et au niveau de la surface de la fibre. Ces différents défauts peuvent apparaitre lors de la croissance de la plante sous l'effet du vent ou d'un déficit hydrique et également lors du procédé de défibrage mécanique de la tige. Un outil statistique couramment utilisé pour décrire la résistance des matériaux fragiles tels que les fibres de verre et de carbone, a été utilisé afin d'étudier le lien entre la rupture des fibres et la présence de différentes tailles de défauts. Cet outil est la statistique de Weibull, il a été appliqué aux données expérimentales collectées pour tous les niveaux d'HR testés.
Selon cette approche, la probabilité de rupture d'une fibre de longueur (l) appliquée à une contrainte (σ) peut être définie par l'équation suivante :

$$\mathrm{P}_f = 1 - \exp\left(-\frac{l}{l_0}\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m \right) \qquad (9)$$

Où
m : décrit le module de Weibull.

l_0 : correspond à une longueur choisie afin d'obtenir le moins de défauts possibles, pour des raisons de simplification sa valeur est définie unitaire.

σ_0 : la contrainte caractéristique.

En procédant à un développement de l'équation (9), celle-ci devient :

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-\mathrm{P}_f}\right)\right) = m\ln(\sigma) - m\ln(\sigma_0) + \ln(l) \qquad (10)$$

Le module de Weibull peut ainsi être déterminé par la pente de l'évolution de $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-\mathrm{P}_f}\right)\right)$ en fonction de $\ln(\sigma)$. Selon le nombre d'échantillons testé (>60), la fonction de probabilité P_f est souvent estimée grâce l'équation suivante :

$$\mathrm{P}_f = \frac{i-0.5}{n} \qquad (11)$$

Où , n : correspond au nombre de données ; et i : le rang du $i^{éme}$ donnée.
En procédant ainsi la distribution de Weibull pour tous les niveaux d'HR est représentée sur la Figure 3-9. Une synthèse des différents paramètres déterminés sur ces évolutions est également donnée dans le Tableau 3.3.

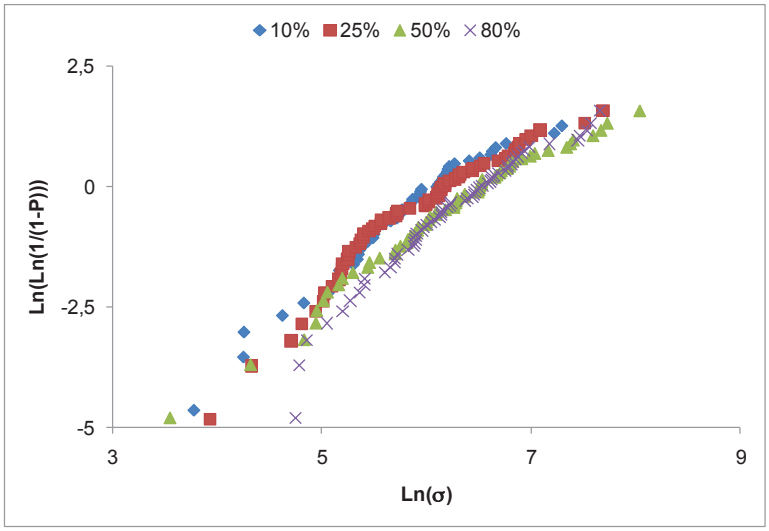


Figure 3-9 : Evolution de la distribution de Weibull pour différents niveaux d'HR

HR (%)	Module de Weibull	r^2
10	1.71	0.96
25	1.61	0.94
50	1.46	0.97
80	1.79	0.95

Tableau 3.3 : Paramètres de la régression linéaire des distributions de Weibull

Ces résultats montrent des faibles valeurs du module de Weibull (1.46 – 1.79) quel que soit le niveau d'HR. Ces valeurs faibles obtenues témoignent la présence d'un grand nombre de défauts. En ce qui concerne la présence de différentes tailles de défauts, une non-linéarité des courbes est observée et ne permet pas d'identifier plusieurs pentes. Nos résultats n'ont pas permis par cette méthode d'établir un lien direct entre la rupture des fibres et la présence de différentes tailles de défauts quelque soit le niveau d'HR considéré.

Après avoir procédé à une représentation statistique des résultats collectés, nous proposons dans la suite une analyse et une discussion de ces différentes observations.

3.2.4.3 Analyse et discussion des résultats

L'augmentation de la résistance à rupture jusqu'à 50% d'HR suivie d'une diminution a été également observée sur des fibres de lin dans les travaux de van Voorn et al. (van Voorn et al., 2001). Une valeur seuil en HR est définie entre 50-70% pour les performances de résistance des fibres, cette valeur seuil correspond également à un point de transition dans les mécanismes régissant la sorption d'une fibre élémentaire de chanvre (Figure 3-1). Au delà de ce point, la sorption d'eau pourrait entrainer des ruptures de liaisons hydrogènes entre les parties amorphe et cristalline, ces ruptures peuvent expliquer la baisse de la résistance des fibres.

Une diminution de la résistance à rupture des fibres en fonction du diamètre extérieur moyen est également observée sur d'autres fibres issues des plantes annuelles (*Cf* chapitre 1 : 1.4.2.3). Cette diminution a été mise en évidence sur nos résultats grâce à des représentations statistiques. Les résultats montrent une évolution logarithmique de la résistance des fibres en fonction du diamètre et de l'HR. Les statistiques de Weibull ont montré la présence d'un grand nombre de défauts au sein de la fibre ou au niveau de la surface, cependant un lien entre la présence de différentes tailles de défauts et la rupture des fibres n'a pas pu être montrée pour tous les niveaux d'HR testés.

Si la présence de défauts dans la fibre peut expliquer la chute de la résistance en fonction du diamètre, elle peut plus difficilement expliquer celle de la rigidité. En effet les défauts n'affectent, apriori, que la résistance et en aucun cas le module d'Young. Pour expliquer cette diminution, des hypothèses liées à la détermination de la section utile ont été avancées dans les travaux de certains auteurs (Bodros and Baley, 2008; Bourmaud et al., 2010; Charlet et al., 2007; Duval et al., 2011). D'autres hypothèses portant sur des effets structuraux et microstructuraux en s'appuyant sur des modèles 3D sont avancées dans les travaux de Placet (Placet et al., 2012c) pour expliquer la chute du module en fonction du diamètre.

Un des résultats non attendu est l'augmentation de la valeur médiane du module d'Young en fonction de l'HR. En effet l'eau agissant comme un agent plastifiant pour les matériaux polymères, un ramollissement est attendu plutôt qu'une rigidification de la fibre. Cette tendance résulte du comportement des fibres et peut également être influencée par des paramétrés expérimentaux, en particulier la variation de la section utile de la fibre induite par la sorption, variation non prise en compte dans les calculs. Du point de vue « matériau », l'absorption d'humidité dans la paroi engendre une plastification des composants amorphes hydrophiles (principalement les hémicelluloses). Sous sollicitation de traction, cette relaxation pourrait faciliter le redressement des microfibrilles de cellulose. L'augmentation de rigidité observée, et mesurée dans la partie finale de la courbe de traction, pourrait résulter de ces redressements facilités par la sorption d'eau.
Il serait également intéressant de quantifier l'influence de l'HR non pas sur le module tangent final mais sur le module d'élasticité apparent initial. Pour ce faire, nous proposons dans la suite une caractérisation déterministe à l'aide de charges/décharges sur quelques fibres.

3.2.4.4 Caractérisation déterministe

Dans ce paragraphe, nous proposons une caractérisation déterministe sur quelques fibres élémentaires en fonction de l'HR. Cette caractérisation consiste à appliquer 5 cycles de charge/décharge à amplitude constante sous différents niveaux d'HR (10, 25, 50, 65, et 80%) comme l'indique la Figure 3-10. Compte tenu des résultats expérimentaux obtenus sur le comportement du type 3, un seuil de chargement en effort d'environ 50 MPa a été fixé afin de caractériser le module d'élasticité initial. Par rapport à la caractérisation stochastique proposée précédemment, cette approche déterministe présente l'avantage de s'affranchir de la dispersion inter-fibres, en travaillant à l'échelle d'une seule et même fibre.
Les résultats et les tendances obtenus sont vérifiés en dupliquant les essais sur quelques fibres.

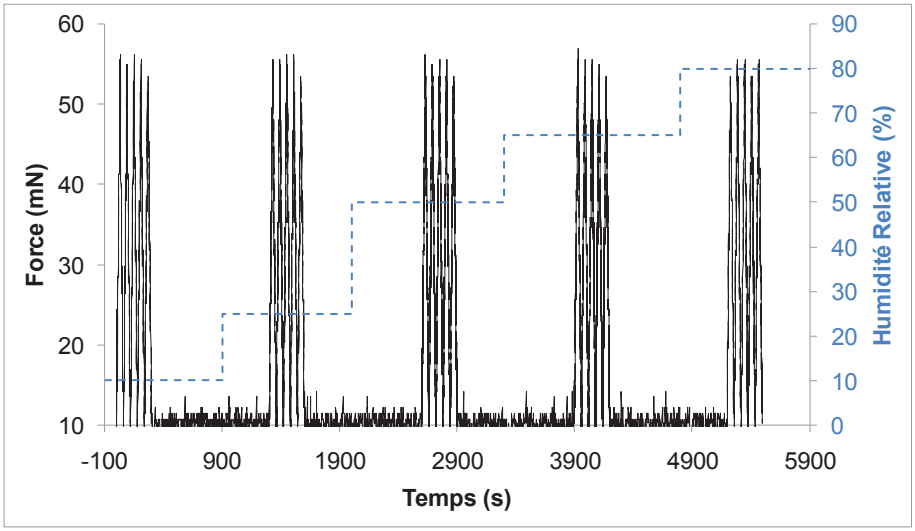


Figure 3-10 : Charges cycliques répétées sous différents paliers d'HR (T = 23 ±1.5°C)

Le module élastique apparent est déterminé lors de la décharge pour chaque cycle et pour les différents niveaux d'HR testés. La moyenne des modules tangents initiaux pour un même niveau d'HR est déterminée et présentée dans le Tableau 3.4 et sur la Figure 3-11.

Les résultats montrent une faible variabilité (CoV) du module d'Young initial due au cyclage mécanique pour un même niveau d'HR. Ils montrent également une chute du module d'environ 15% pour des HR allant de 10 à 80%. Cette tendance de diminution du module en fonction de l'HR a été également observée sur des fibres de lin dans les travaux de Roudier (Roudier, 2012). Elle montre une chute 15% du module moyen longitudinal des fibres de lin pour des HR allant de 33 à 60%. Contrairement au module tangent final, le module de rigidité initial diminue avec l'augmentation de l'HR.

Cette méthode expérimentale déterministe, présente cependant le désavantage de ne pas pouvoir découpler les effets du cyclage mécanique de ceux de la sorption d'eau. En effet le module élastique apparent a été choisi sur la branche de déchargement, du fait d'une non-linéarité observée sur la branche de chargement pour les niveaux d'HR élevés (80%). Notons également que les variations dimensionnelles induites par la sorption d'eau ne sont pas prises en compte dans la détermination des propriétés mécaniques.

HR	**10%**	**25%**	**50%**	**65%**	**80%**
E (décharge GPa) ± Ecart-type	**26** ± 0.28	**25** ± 0.27	**25** ± 0.31	**23** ± 0.13	**22** ± 0.33
Chute du module (%)	-	4	4	11	15
CoV	*0.01*	*0.01*	*0.01*	*0.01*	*0.02*

Tableau 3.4 : Module tangent initial sous différents niveaux d'HR (T = 23 ±1.5°C)

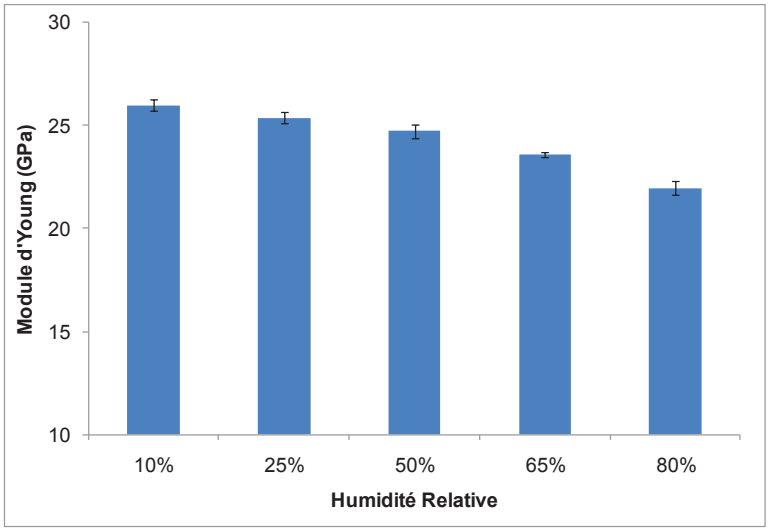


Figure 3-11 : Module d'Young en fonction du niveau d'HR (T = 23 ±1.5°C)

Nous proposons ici de quantifier l'influence des variations dimensionnelles à l'aide d'un calcul théorique. A notre connaissance, les coefficients d'hygro-expansion dans les différentes directions matérielles de la fibre élémentaire ne sont à ce jour pas connus. Les tentatives de mesure sous microscope otique réalisées au cours de mon travail de thèse ont été infructueuses. Les mesures diamétrales réalisées à différentes humidités n'ont pas permis de mesurer des variations dimensionnelles statistiquement représentatives.

Ainsi, nous proposons ici d'utiliser les résultats de Marklund et Varna (Marklund and Varna, 2009b) obtenus par modélisation. Dans leur modèle, Marklund et Varna considèrent les constituants de base de la paroi cellulaire et les propriétés mécaniques et d'hygro-expansion associées. Grâce à un travail d'homogénéisation et un calcul 3D, ils donnent accès aux variations dimensionnelles de la fibre, dans les différentes directions matérielles, et en fonction du niveau d'HR.

Entre 0 et 80% d'HR, leurs calculs montrent dans la direction transverse une augmentation d'environ 25%. Considérant, une évolution linéaire du diamètre de la fibre sur cette plage d'humidité, il est alors possible de corriger la section utile des fibres que nous avons déterminé à 50% d'HR, pour les autres HR testées.

Les résultats montrent sur la Figure 3-12 une chute drastique du module apparent initial en prenant en compte des variations dimensionnelles. En effet la chute passe de 15% pour un module à section constante à 42% pour celui à section variable pour des HR allant de 10 à 80%. Ce résultat met en évidence l'importance de prendre en compte des variations dimensionnelles des fibres soumises à des chargements mécaniques et hygroscopiques. Il souligne également que des efforts doivent être réalisés afin de développer des outils expérimentaux capables d'accéder au coefficient d'hygro-expansion.

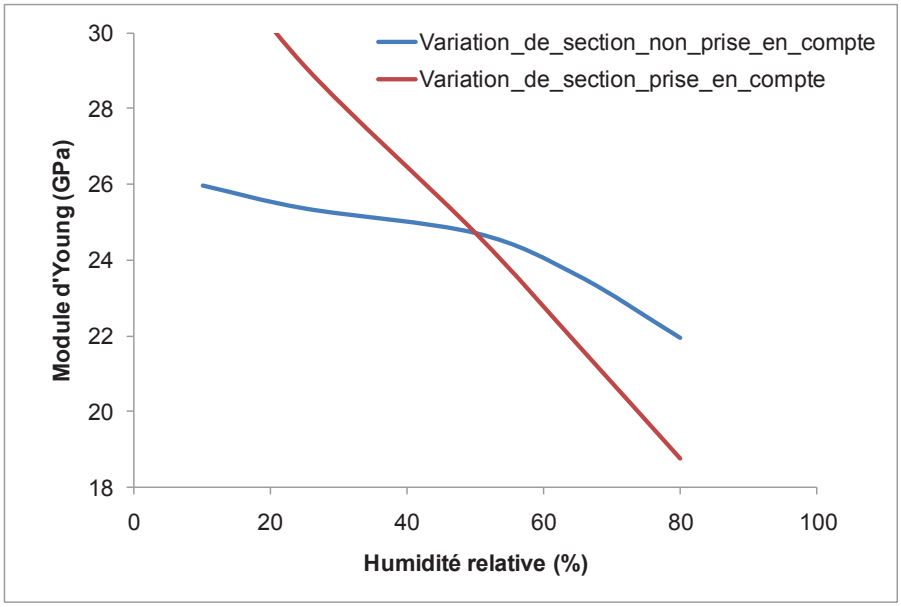


Figure 3-12 : Module d'Young en fonction du niveau d'HR avec ou sans prise en compte des variations dimensionnelles

3.3 Influence de la température sur le comportement et les performances des fibres

Dans cette partie de notre travail, l'influence de la température sur les fibres de chanvre est étudiée en traction quasi-statique.
Dans une première partie l'effet de la température sur le comportement et les propriétés mécaniques des fibres est étudié pour 4 niveaux de température (23, 50, 100, 150°C). Ces niveaux de température ont été choisis en considérant les températures mises en œuvre lors des procédés de fabrication des composites.
Dans une seconde et dernière partie l'effet du temps d'exposition des fibres à une température de 200°C est étudié sur les propriétés mécaniques. Le choix de cette température a été motivé également en considérant les températures mises en œuvre dans un certain nombre de procédés de fabrication des matériaux composites à matrice organique.

Les résultats ainsi que des discussions sont apportés ci-après.

3.3.1 Protocole expérimental

Le matériel et la méthode utilisés ici restent identiques à ceux décrits précédemment. Pour le contrôle de la température, nous disposons d'un four intégré sur notre appareil de mesure.

- Pour la première partie de notre investigation : Dix fibres élémentaires ont été préparées pour chaque niveau de température à tester. Les fibres sont maintenues pendant 10 min à la température désirée, avant de les solliciter en traction quasi-statique avec une vitesse de déplacement de 5 µm/s jusqu'à rupture.
- Pour la seconde partie de notre investigation : Quatre lots d'une dizaine de fibres élémentaires sont préparés et exposés à une température de 200°C. Du premier au quatrième lot, les temps d'exposition à cette température sont respectivement de 10, 30, 60 et 600 min. Après refroidissement des quatre lots, chaque fibre est sollicitée en traction quasi-statique avec une vitesse de déplacement de 5 µm/s jusqu'à rupture sous un environnement contrôlé (T=23 ±1.5°C ; HR=25 ±2.5%).

Comme dans le travail précédent, ici également les propriétés mécaniques sont déterminées en négligeant les éventuelles variations dimensionnelles liées aux variations hygrothermiques. Les résultats expérimentaux collectés sont détaillés et présentés ci-après.

3.3.2 Influence de la température sur le comportement des fibres

Les trois types de comportement sont également retrouvés pour les 4 niveaux de température testés (Figure 3-13 (a)). Le résultat de la distribution de ces trois types (Figure 3-13 (b)) pour chaque niveau de température montre une dispersion du comportement des fibres sous l'effet de la température. Néanmoins une tendance de diminution du comportement du type 3 en fonction de la température est observée. Le chauffage semble montrer un effet significatif sur le comportement des fibres. Les difficultés rencontrées lors de la caractérisation des fibres élémentaires dans ces gammes de température résident dans le découplage des effets thermiques et hydriques. L'augmentation de la température conduit à une diminution de la teneur en eau au sein de la paroi cellulaire. Cette diminution peut expliquer la faible présence du comportement de type 3 observée pour des niveaux de température élevés. Ce résultat va dans le sens de ce qui a été observé sur le comportement du

type 3 pour des niveaux d'HR élevés (Figure 3-2). La perte d'eau au sein de la paroi cellulaire pourrait donc induire une dégradation de la fibre limitant le redressement des micro-fibrilles lors du chargement et l'activation des mécanismes dépendant du temps.

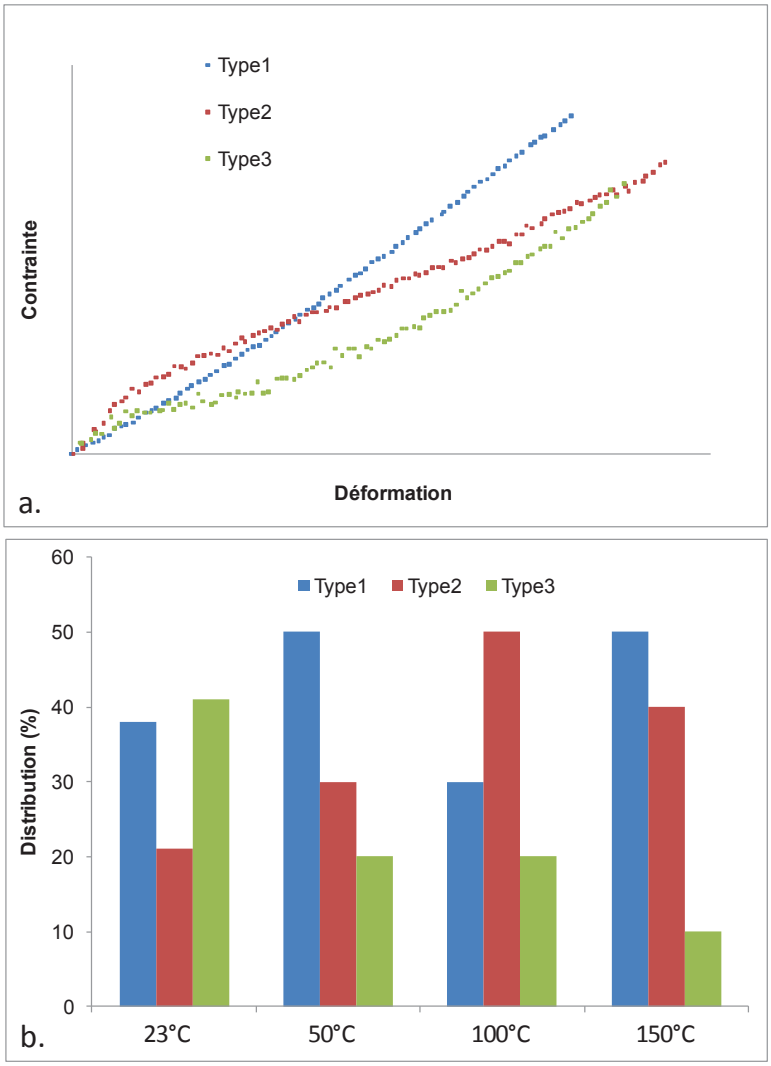


Figure 3-13 : Types de comportement observés sous différents niveaux de température

3.3.3 Les performances mécaniques des fibres sous l'effet de la température

Les propriétés mécaniques ont été déterminées et présentées sur la Figure 3-14 et dans le Tableau 3.5. Les résultats montrent une forte dispersion sur le module d'Young ainsi que sur la résistance à rupture des fibres pour les quatre niveaux de température. Une faible dispersion ainsi qu'une bonne performance d'allongement à rupture des fibres sont également observées. Au delà des 100°C, la rigidité moyenne apparente passe d'environ 20-24 à 11 GPa pour les températures supérieures. La résistance des fibres semble montrer une bonne performance face à des températures élevées, sauf à 100°C où une légère diminution est observée.

Les approches statistiques proposées précédemment ne sont pas envisageable ici compte tenu du faible nombre d'essais réalisés à chaque température. Une campagne plus large serait souhaitable afin de dégager plus clairement les tendances. Néanmoins ces observations semblent montrer un effet non négligeable de la température sur les propriétés mécaniques des fibres.

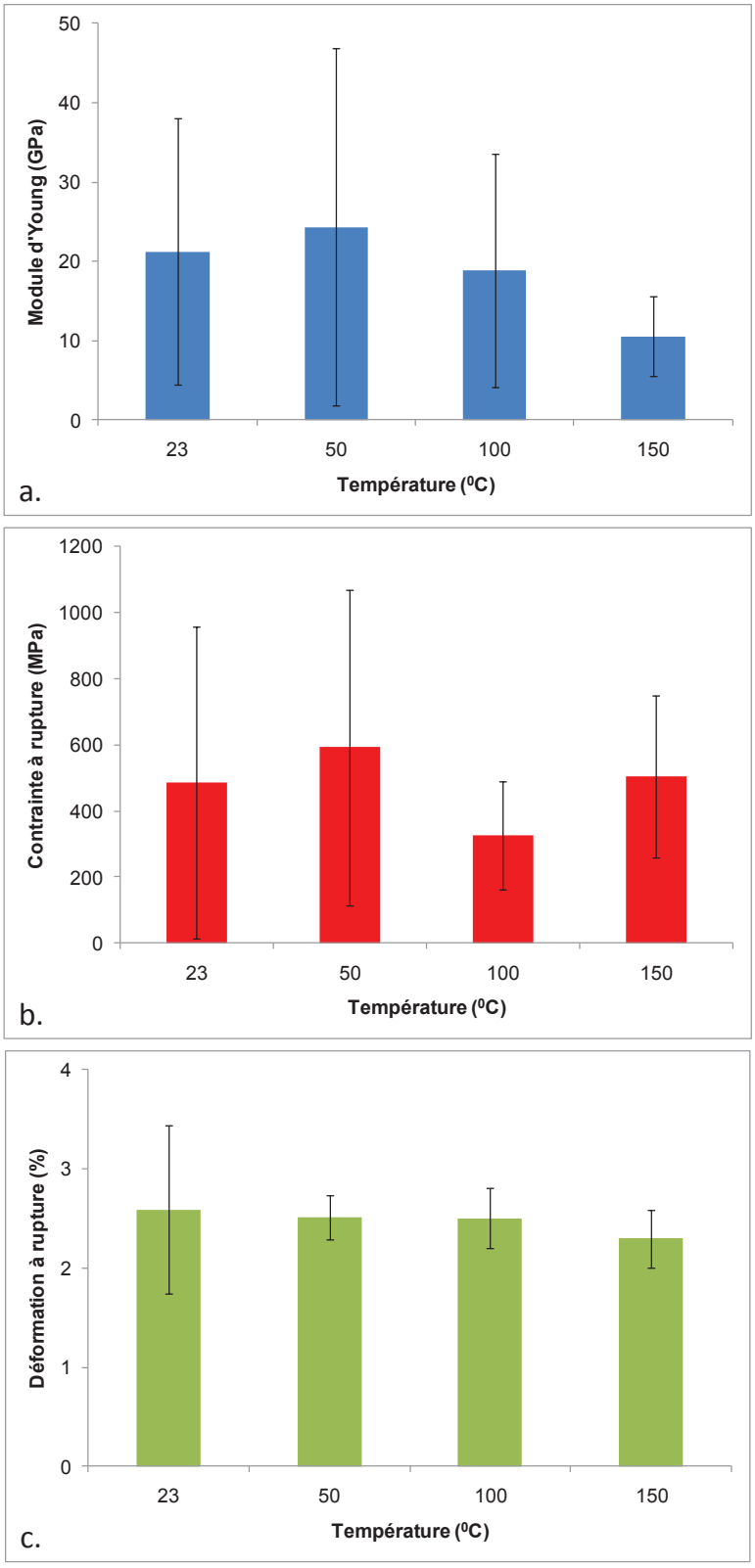


Figure 3-14 : Propriétés mécaniques en fonction de la température (a. Module d'Young ; b. Contrainte à rupture ; c. Déformation à rupture)

Température	23°C	50°C	100°C	150°C
E (GPa) ± Ecart-type	**21** ± 17	**24** ± 22	**19** ± 15	**11** ± 5
CoV	*0.79*	*0.92*	*0.78*	*0.47*
σ (MPa) ± Ecart-type	**487** ± 473	**593** ± 478	**326** ± 162	**505** ± 244
CoV	*0.97*	*0.80*	*0.50*	*0.48*
ε (%) ± Ecart-type	**2.59** ± 0.85	**2.51** ± 0.22	**2.50** ± 0.31	**2.29** ± 0.29
CoV	*0.32*	*0.09*	*0.12*	*0.13*

Tableau 3.5 : Module d'Young, contrainte à rupture et déformation à rupture pour différents niveaux de température

3.3.4 Effet du temps d'exposition à la température sur les propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques sont présentées en fonction du temps d'exposition des fibres à une température de 200°C sur la Figure 3-15. Une synthèse des différentes grandeurs déterminées est également donnée dans le Tableau 3.6.
Les résultats montrent à la fois une forte dispersion ainsi qu'une forte diminution des propriétés mécaniques en fonction du temps d'exposition des fibres.
En effet, pour ce qui concerne la rigidité apparente des fibres (Figure 3-15 (a)), une chute drastique de 25 à 10 GPa en moyenne est observée dès les temps d'exposition les plus courts. Une exposition prolongée à cette température ne semble pas entraîner une évolution significative de cette rigidité.
Pour la résistance à rupture des fibres (Figure 3-15 (b)), la chute est également drastique et la diminution est proportionnelle au temps d'exposition à la température de 200°C.
Pour la déformation à rupture (Figure 3-15 (c)), une légère chute est observée pour les temps d'exposition les plus courts, une chute brutale est observée après une heure d'exposition.

Ces mesures effectuées après le refroidissement des fibres, montrent un effet significatif du temps d'exposition des fibres à une température élevée. Ces résultats sont en accord avec les travaux de Baley et al. (Baley et al., 2005) qui ont montré après une exposition des fibres de lin à une température, une baisse des propriétés mécaniques.
Dans ces essais non régulés en HR, le chauffage va de pair avec un séchage des éprouvettes et vice-versa. Il est donc impossible de découpler l'effet de la température de celui des variations hygroscopiques. La régulation en HR à de telles températures est particulièrement complexe et nécessite le développement d'enceintes spécifiques.

Temps d'exposition	0 min	10 min	30 min	60 min	10 H
E (GPa) ± Ecart-type	**26** ± 20	**10** ± 5	**9** ± 6	**13** ± 4	**10** ± 4
CoV	*0.77*	*0.55*	*0.69*	*0.34*	*0.38*
σ (MPa) ± Ecart-type	**668** ± 502	**259** ± 107	**165** ± 54	**117** ± 45	**85** ± 36
CoV	*0.75*	*0.41*	*0.33*	*0.39*	*0.42*
ε (%) ± Ecart-type	**2.5** ± 0.80	**2.36** ± 0.72	**2.17** ± 1.41	**0.79** ± 0.41	**0.68** ± 0.50
CoV	*0.32*	*0.30*	*0.65*	*0.52*	*0.73*

Tableau 3.6 : Module d'Young, contrainte à rupture et déformation à rupture pour différents temps d'exposition à une température

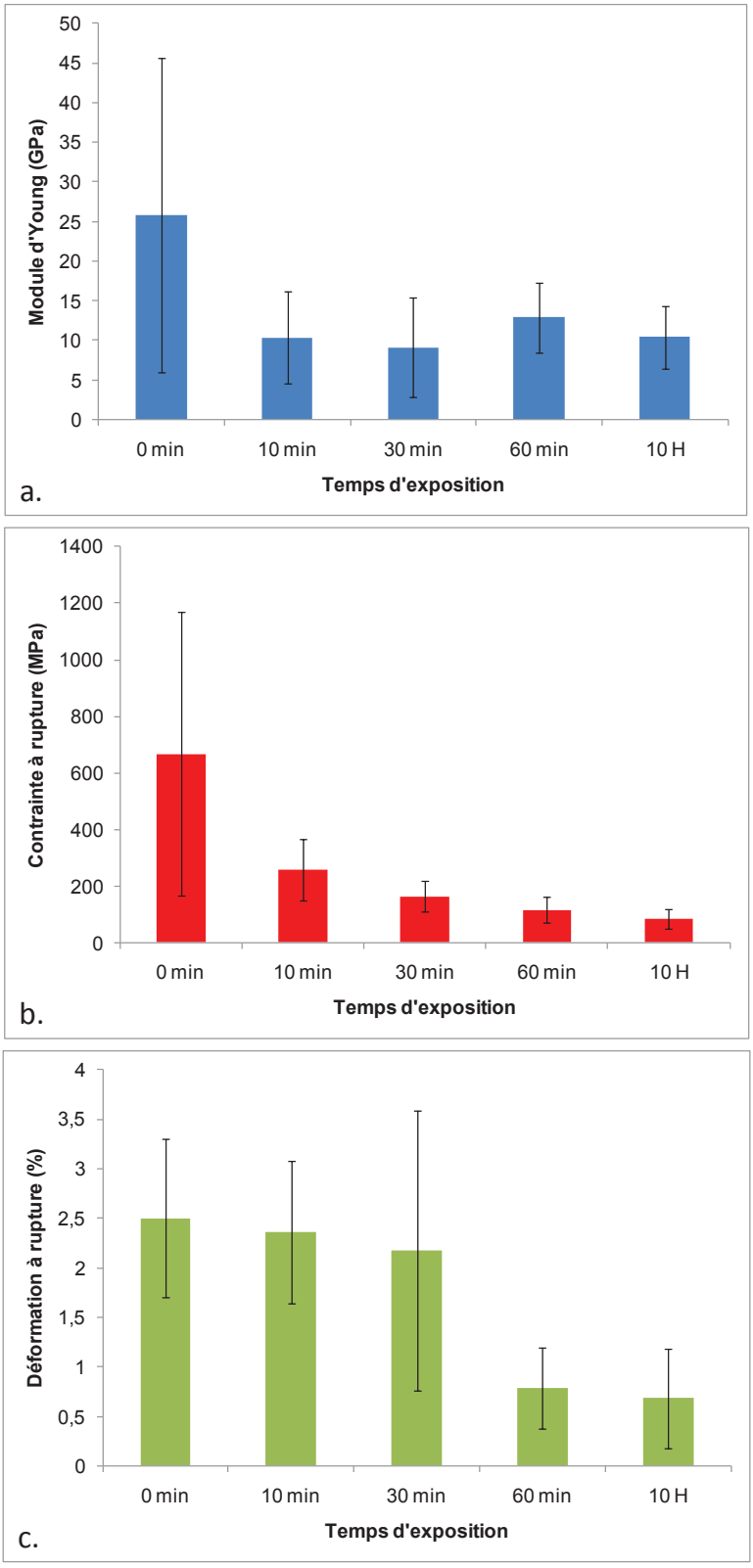


Figure 3-15 : Propriétés mécaniques en fonction du temps d'exposition à une température (a. Module d'Young ; b. Contrainte à rupture ; c. Déformation à rupture)

3.4 Conclusions

Ce chapitre 3 a proposé une étude de l'influence de l'environnement sur le comportement et les propriétés mécaniques en traction quasi-statique des fibres élémentaires de chanvre.

Les trois types de comportement observés dans les conditions ambiantes (HR= 50%, T= 23°C) (*Cf* chapitre 2 : 2.3.1), ont été retrouvés sous différentes HR et également sous différentes températures. Le comportement non linéaire (type 3) est majoritaire pour les niveaux d'HR élevés (80%), ce comportement est minoritaire pour les niveaux de température élevés (150°C).
L'influence de l'HR sur le comportement à rupture des fibres a été mise en évidence grâce à des observations MEB. Les résultats ont montré une rupture de type fragile pour les niveaux d'HR faibles et une rupture plutôt de type ductile des fibres pour des HR élevées.
Les résultats obtenus par caractérisation stochastique ont permis de construire un modèle empirique donnant accès aux propriétés mécaniques et leur dispersion en fonction du diamètre de la fibre et de l'HR.
L'influence de l'HR sur l'allongement à rupture n'est pas statistiquement significative.
La résistance décroit pour les HR inférieures et supérieures à 50%. La dispersion et l'évolution de la résistance avec le diamètre sont peu affectées par l'HR. Les statistiques de Weibull ont montré la présence d'un grand nombre de défauts au sein de la fibre ou au niveau de la surface pour tous les niveaux d'HR testés.
Le module d'Young final augmente avec l'HR, alors que le module de rigidité initial diminue. Ce phénomène est attribué aux mécanismes de relaxation des zones amorphes et du redressement progressif des microfibrilles sous sollicitation de traction. La diminution du module de rigidité initial a été estimée aux environs de 15% pour des HR allant de 10 à 80%. En considérant un coefficient d'hygro-expansion d'environ 0.25 et les variations dimensionnelles associées les résultats ont montré que cette chute atteint une valeur d'environ 42% pour les mêmes plages d'HR.
La température et le temps d'exposition des fibres à des températures élevées ont un effet significatif sur les propriétés mécaniques. Les résultats ont montré une chute drastique de la rigidité des fibres pour des températures allant de 50 à 150°C. Une diminution importante des performances mécaniques en fonction du temps d'exposition des fibres à une température de 200°C a été observée.

Après avoir caractérisé le comportement des fibres élémentaires sous un environnement constant et variable (*Cf* chapitres 2 et 3), et afin de poursuivre les investigations sur le comportement des fibres, nous proposons dans la suite de cette partie d'étudier leur comportement différé sous un environnement constant.

4 Caractérisation stochastique du comportement différé des fibres élémentaires de chanvre sous environnement constant

4.1 Introduction

Contrairement aux fibres de verre ou de carbone, les fibres végétales possèdent des constituants polymériques. Il est donc fort probable qu'elles possèdent un comportement viscoélastique. Ce point, bien que très peu abordé dans la littérature, est primordial car le comportement sur le long-terme des composites à fibres végétales pourrait être conditionné non seulement par le comportement de la matrice mais également celui des fibres.

L'objectif est donc ici de collecter des informations sur le comportement viscoélastique des fibres. Dans ce chapitre nous proposons après avoir détaillé les matériels et les méthodes, une caractérisation stochastique du comportement différée des fibres élémentaires en fluage sous un environnement constant. Les résultats expérimentaux collectés sont commentés et discutés en s'appuyant sur des modèles rhéologiques analogiques plus ou moins évolués. Les détails de ces modèles ainsi qu'une procédure d'identification paramétrique sont également développées dans cette partie du manuscrit.

4.2 Matériels et Méthodes

La caractérisation du comportement différé des matériaux peut se faire à l'aide d'essais classiques de type fluage/relaxation, traction quasi-statique à différentes vitesses de sollicitation, ou par analyse mécanique dynamique (DMA). Elle peut également se faire à l'échelle de la paroi cellulaire par nano-indentation, Bourmaud (Bourmaud, 2011) propose dans ses travaux de thèse des résultats à l'échelle de la paroi des fibres de lin.

Les essais de type fluage/relaxation ont été adoptés ici pour caractériser le comportement différé des fibres de chanvre.

La Figure 4-1 illustre le principe de ces essais mis en œuvre sur les fibres de chanvre. Les étapes 1 et 2 consistent à mettre en place la fibre dans les mors de la machine d'essai. Ensuite l'étape 3 a pour objectif d'appliquer une légère tension afin que la fibre soit prétendue avant le début de l'essai. L'étape 4 consiste, enfin à appliquer une rampe rapide soit en déplacement pour des essais de relaxation, soit en force comme illustré ci-dessous pour des essais de fluage.

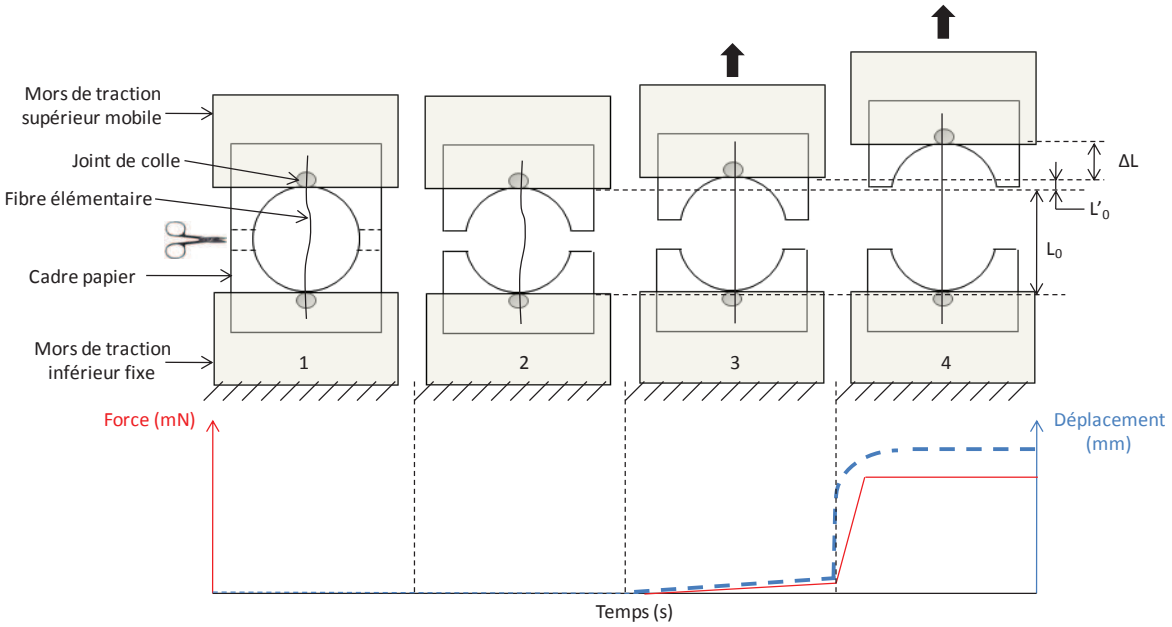


Figure 4-1 : Illustration de la méthode utilisée pour caractériser le comportement différé de la fibre élémentaire de chanvre

Ces deux techniques couramment utilisées pour caractériser le comportement différé de certains matériaux « classiques », peuvent présenter quelques difficultés expérimentales pour une mise en œuvre à l'échelle de la fibre élémentaire. La courbe expérimentale obtenue lors des essais de traction quasi statique (Figure 4-2), montre les faibles valeurs d'efforts/déplacements mis en œuvre.

Dans un premier temps, l'objectif est de caractériser le comportement différé dans un domaine de réponse linéaire. Pour ce faire, et à partir des campagnes d'essais en traction, le seuil de chargement a été fixé à 50 MPa. Afin d'obtenir ce niveau de contrainte pour une fibre dont le diamètre extérieur moyen est d'environ 25 µm, un effort de l'ordre de 50 mN doit être appliqué pour des essais de type fluage, et un déplacement de l'ordre 30 µm pour des essais de relaxation.

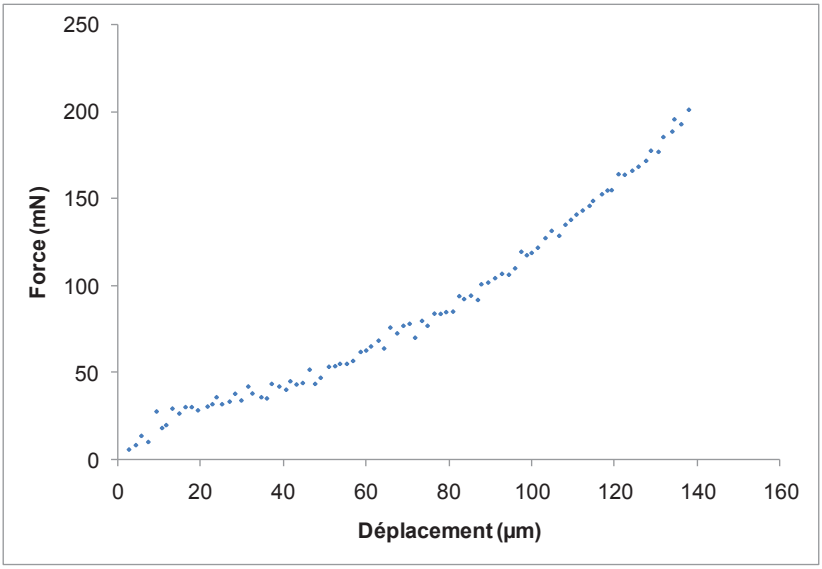


Figure 4-2 : Diagramme force/déplacement d'une fibre élémentaire de chanvre testée en traction quasi-statique

Pour accéder à une caractérisation fiable du comportement différé, et compte tenu de ces ordres de grandeur, nous utilisons une cellule de force de 2 N avec une résolution de ±3 mN et d'un capteur de déplacement (LVDT) de ±2 mm avec une résolution de 0.5 µm. Pour le contrôle de l'environnement la procédure est identique à celle présentée pour les essais en traction quasi-statique (*Cf*. chapitre 2 : 2.2.3).

Pour mener une campagne d'essais fiables sur ces fibres élémentaires et afin d'assurer la validité de nos résultats expérimentaux, deux points essentiels ont également été vérifiés.

Le premier point a consisté à démontrer la faisabilité des essais fluages/relaxations à cette échelle et sous un environnement constant. Deux essais ont été effectués sur deux fibres différentes, d'une part en fluage/recouvrance, et d'autre part en relaxation. Ces essais préliminaires sont présentés et détaillés ci après.

Le deuxième point a consisté à s'assurer que les deux extrémités du cadre papier et la colle utilisée pour la fixation de la fibre ne contribuent pas à la réponse différée lors du maintien d'un palier de chargement. Pour ce faire, la même configuration que pour un essai sur fibre de chanvre a été reproduite sur une fibre de carbone qui présente un comportement élastique pur. A l'issu de cet essai aucune déformation différée n'est venue s'ajouter à la déformation instantanée, ce qui a permis de valider notre méthode d'essai.

4.2.1 Essai de Fluage/Recouvrance

Un essai de fluage/recouvrance consiste à imposer de manière quasi-instantanée une charge en effort à la fibre et à la maintenir constante au cours du temps, puis de procéder à une décharge. La déformation résultante sous l'action de la charge est nommée fluage, et celle sous l'action de la décharge est nommée recouvrance.

Les réponses en fluage peuvent être décomposées en trois composantes fonction de la vitesse de déformation. La première étape, le fluage primaire, commence à vitesse de déformation rapide et ralentit au cours du temps. La deuxième étape, couramment appelée fluage secondaire, s'effectue généralement à vitesse relativement constante. La troisième étape, le fluage tertiaire, présente une accélération et s'achève avec la défaillance du matériau au moment de la rupture. Pour des raisons liées à la durée des essais, les études menées ici se focalisent uniquement sur le fluage primaire et secondaire. Le fluage tertiaire n'est pas étudié, compte tenu du temps nécessaire pour l'observer à des faibles niveaux de chargement.

Une fibre élémentaire de chanvre d'une vingtaine de microns de diamètre moyen extérieur et de longueur utile de 10 mm est testée en fluage/recouvrance sous une humidité relative de 50% ±2.5 et une température de 23°C ±1.5. Pour l'essai représenté sur la Figure 4-3 (a), une rampe a été appliquée avec une vitesse de 35 mN/s, puis le palier de charge est maintenu constant pendant 10 000s, suivi d'une décharge à la même vitesse qu'à la montée, et enfin un maintien d'une légère pré-tension de 8 mN pendant 5 000s. Pour un asservissement en effort, une décharge à 0 N est impossible pour des raisons d'instabilité.

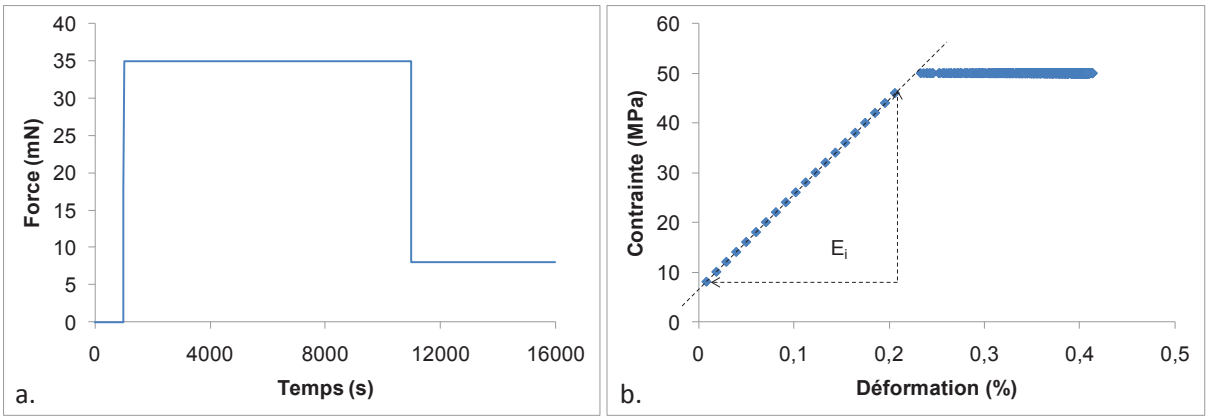


Figure 4-3 : Effort en fonction du temps (a), diagramme contrainte/déformation (b)

La contrainte ainsi que la déformation sont déterminées à partir des mesures brutes des forces/déplacements par les équations (12) et (13).

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \qquad (12)$$

F : l'effort mesuré à un instant donné, et S_0 : la section initiale de la fibre considérer parfaitement circulaire et pleine.

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0 + l_0^{'}} \qquad (13)$$

Δl : l'élongation appliquée à la fibre, l_0 : la longueur initiale (longueur de la fenêtre du cadre papier), et $l_0^{'}$: la longueur additionnelle mesurée suite à la pré-tension de la fibre.

En procédant ainsi et en négligeant les variations éventuelles de la section au cours du chargement, un diagramme contrainte/déformation peut être tracé (Figure 4-3 (b)). Le module de rigidité apparent instantané est déterminé en faisant une régression linéaire de la courbe contrainte/déformation sur la phase de chargement.

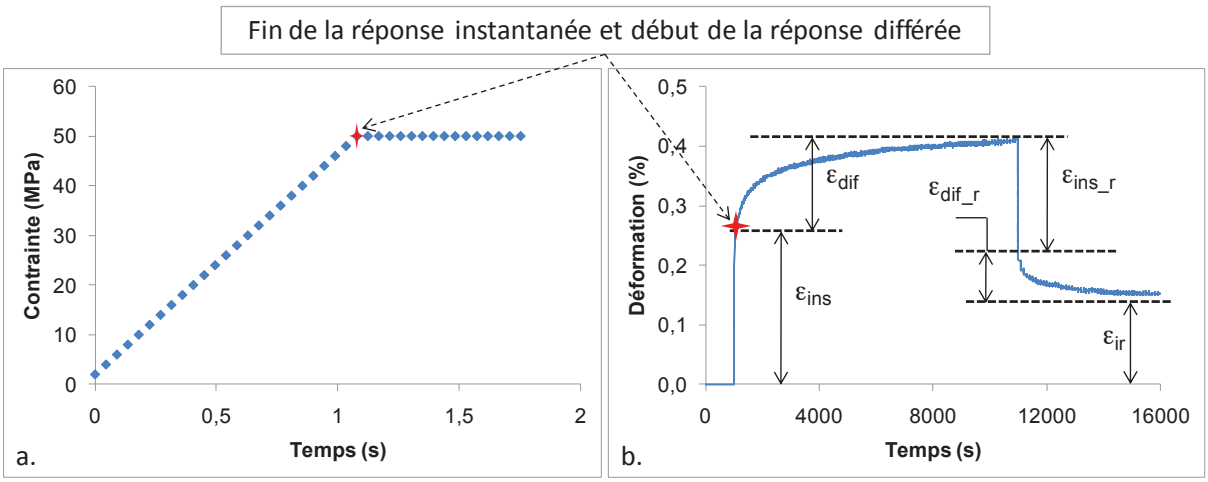


Figure 4-4 : Essai de fluage/recouvrance d'une fibre élémentaire de chanvre sous un environnement constant (HR= 50% ±2.5 ; T= 23°C ±1.5)

La Figure 4-4 (b) montre l'évolution de la déformation sous l'action de la charge et d'un environnement constants.

La déformation instantanée (ε_{ins}) de la fibre est ainsi identifiée sous l'application de la charge. Cette déformation prend fin après avoir atteint le niveau de chargement comme le matérialise les croix rouge sur la Figure 4-4. Sous chargement constant la déformation observée et évoluant au cours du temps est dite différée (ε_{diff}). Après déchargement, une déformation instantanée dite réversible (ε_{ins_r}) est recouvrée. Nous pouvons remarquer qu'elle est moins importante que la déformation instantanée initiale (ε_{ins}). Ce phénomène est attribué à la rigidification de la fibre subséquente au chargement. Une déformation différée dite réversible (ε_{diff_r}), moins importante que la déformation différée (ε_{diff}) de chargement est observée. Elle évolue au cours du temps de décharge. Une déformation irréversible (ε_{ir}) est également observée. Cette irréversibilité a été observée lors des essais cycliques à faibles niveaux de charge (cf. chapitre 2 : 2.3.3).

L'existence des déformations différées sous chargement constant nous a permis de mettre en évidence le caractère viscoélastique de la fibre.

4.2.2 Expérience de Relaxation

L'essai de relaxation consiste à imposer de manière quasi-instantanée une déformation à la fibre et à la maintenir constante au cours du temps, et de suivre l'évolution de l'effort résultant au cours du temps.

Le résultat d'un essai de relaxation sur fibre élémentaire de chanvre est présenté sur la Figure 4-5. La fibre testée ici présente un diamètre moyen extérieur de 27 µm et une longueur utile de 10 mm. Un chargement quasi-instantané est appliqué à une vitesse de 25 µm/s, suivi d'un maintien sur un palier de 10 000s, le tout à une humidité relative contrôlée de 50% ±2.5 et une température de 23°C ±1.5. Les équations ainsi que les hypothèses utilisées précédemment ont permis ici également de remonter à la déformation et à la contrainte résultante.

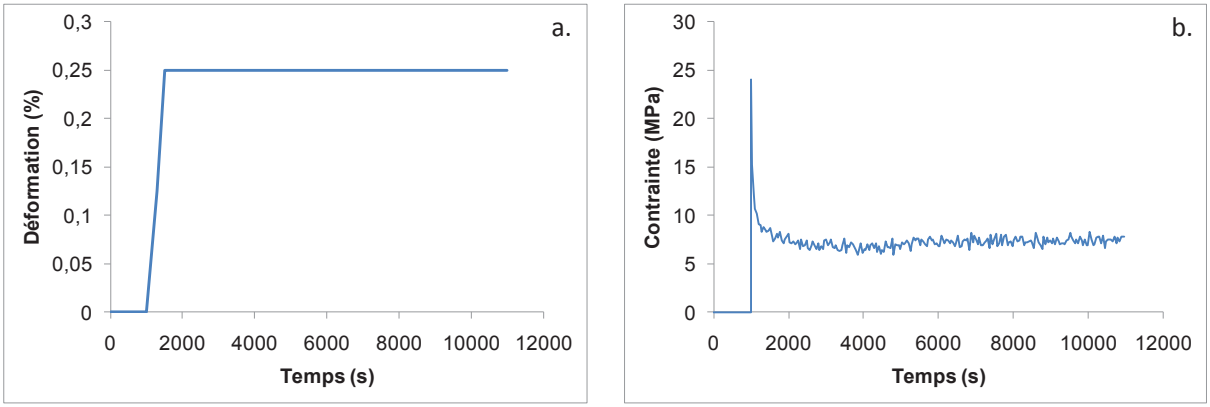


Figure 4-5 : Essai de relaxation d'une fibre élémentaire de chanvre sous environnement constant (HR=50% ±2.5, T=23°C ±1.5)

La Figure 4-5 (b) montre clairement une diminution notable de la contrainte au cours du temps sous chargement et conditions environnementales constants, témoignant à nouveau du caractère viscoélastique de la fibre.

4.3 Résultats expérimentaux

Les deux essais présentés ci-dessus (fluage/recouvrance, relaxation) ont permis d'une part de montrer la possibilité de caractériser le comportement différé à l'échelle de la fibre sous environnement constant, et d'autre part de mettre en évidence le caractère viscoélastique des fibres.

Dans la suite de notre investigation sur le comportement différé de la fibre, une caractérisation statistique est proposée pour des essais de fluage sous les mêmes conditions hygrothermiques. A ce stade du travail, les essais de fluage ont été préférés aux essais de relaxation, car ces derniers présentent des difficultés lors de leur mise en œuvre sous environnement variable. En effet la fibre est susceptible de flamber lorsqu'elle est soumise à une variation d'HR au cours d'un essai de relaxation. Dans ces conditions les essais de relaxation ne sont pas viables.

4.3.1 Variabilité et dispersion des résultats

Une campagne de mesures a été menée sur 25 fibres élémentaires de chanvre, sous un environnement contrôlé à une température de 23°C ± 1.5, et une humidité relative de 50% ± 2.5. La longueur utile des fibres pour cette campagne est de 10 mm. La détermination préalable du diamètre moyen extérieur des fibres sous microscope optique, permet de calculer la charge à appliquer à la fibre pour obtenir une contrainte moyenne initiale de 50 MPa. Nous parlons bien ici d'une contrainte initiale. Les variations de section dues au chargement mécanique ne sont pas prises en compte. Considérant, les petits niveaux de chargement, nous pouvons considérer qu'elles sont négligeables et que par conséquent la contrainte initiale reste constante au cours du temps.

L'évolution au cours du temps de la déformation résultante de toutes les fibres élémentaires testées en fluage dans ces conditions, est présentée sous forme graphique sur la Figure 4-6. Le Tableau 4.1 présente une synthèse des grandeurs déterminées à partir de ces essais.

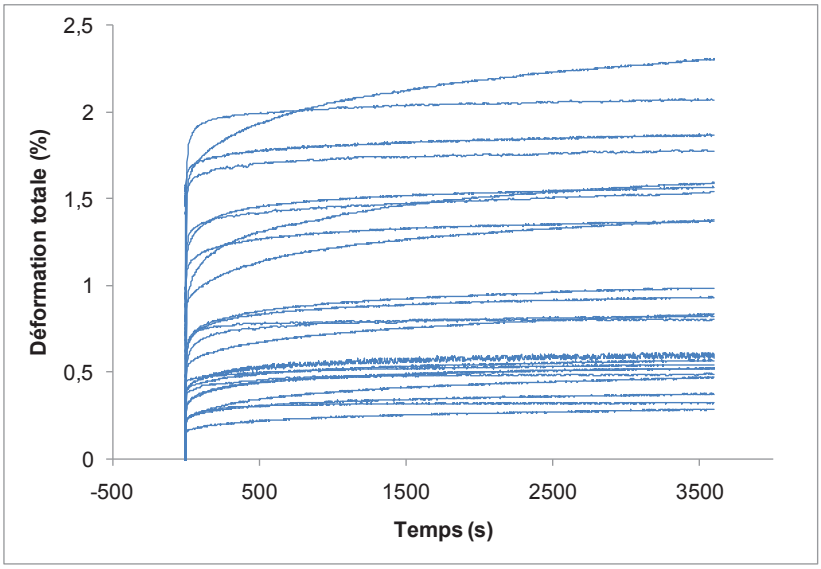


Figure 4-6 : Evolution de la déformation totale au cours du temps pour une campagne de mesures en fluage sur fibres élémentaires de chanvre (T= 23°C ±1.5, HR= 50% ±2.5, σ = 50 MPa ±2)

	Moyenne ± ecart-type *CoV*	Min	Max
$E_{initial}$ (GPa)	**16** ± 8.39 *0.52*	2.71	30.06
ε_{inst} (%)	**0.53** ± 0.36 *0.68*	0.14	1.58
ε_{diff} (%)	**0.48** ± 0.4 *0.82*	0.02	1.34
ε_{totale} (%)	**1.02** ± 0.61 *0.6*	0.23	2.3

Tableau 4.1 : Module d'Young apparent instantané, déformations instantanées, différées et totales déterminées au cours d'une campagne de fluage

Le module de rigidité instantané est déterminé selon la méthode présentée dans le paragraphe précédent. Ce module initial déterminé pour une vitesse de sollicitation élevée donne une valeur moyenne de 16 GPa (Tableau 4.1). Les essais menés en traction quasi-statique sous des vitesses de sollicitation plus lentes ont donné une valeur moyenne de module final de 19 GPa pour les mêmes conditions environnementales (*Cf* chapitre 3 : 3.2.4.1). Pour les matériaux viscoélastiques, le module apparent est d'autant plus élevé que la vitesse de sollicitation est grande. En ce sens, ce résultat peut apparaitre inattendu. Il est néanmoins important de noter, que la valeur de 19 GPa résultant des essais quasi-statiques correspond au module final (module tangent déterminé avant rupture) alors que pour le fluage, les valeurs correspondent à un module initial. Nous avons montré dans nos travaux précédents une forte augmentation de la rigidité pour des niveaux de contrainte croissants.
Les résultats du Tableau 4.1 montrent également pour un même niveau de chargement et pour une même durée de fluage considérée, que les fibres présentent en moyenne autant de déformation instantanée que de déformation différée témoignant d'une part visqueuse non négligeable. Une forte dispersion de la réponse en fluage des fibres est également constatée. L'indicateur de variabilité montre en effet dans le Tableau 4.1 un coefficient de variation de 0.82 pour les déformations différées et de 0.68 pour les déformations instantanées. Cette forte dispersion peut être due en partie à l'hypothèse formulée implicitement, consistant à dire que la fibre est un matériau homogène à section constante. Les hétérogénéités existant dans la paroi, ainsi que les zones à section réduite pourraient engendrer des gradients de contrainte importants selon la hauteur et l'épaisseur de la fibre. Ces variations locales peuvent se répercuter sur les grandeurs déterminées globalement.
Afin de se focaliser sur la réponse différée des fibres, la réponse instantanée est soustraite de la réponse totale. Ainsi la déformation différée des fibres est représentée sur la Figure 4-7.

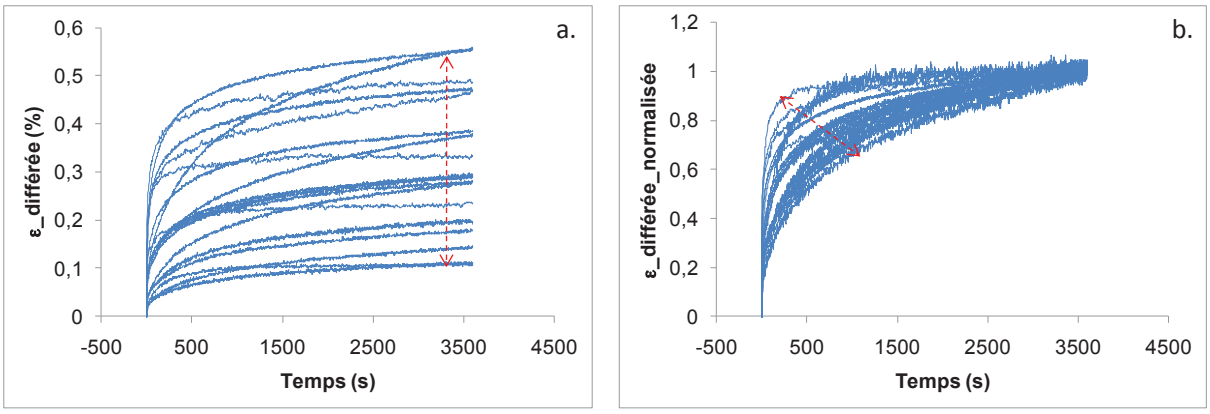


Figure 4-7 : (a) Déformations différées des fibres élémentaires de chanvre, (b) Déformations différées normalisées

Les résultats montrent sur la Figure 4-7 (a) une forte dispersion tant au niveau de l'amplitude des déformations différées que de l'allure de la fonction de fluage. La normalisation des courbes, conformément à l'équation (14), permet de mettre en évidence sur la Figure 4-7 (b) la dispersion au niveau des vitesses de fluage primaire et secondaire. La diminution au cours du temps de la vitesse de fluage primaire est plus ou moins rapide selon les fibres, traduisant ainsi des différences au niveau des constantes de temps caractéristiques.

$$\varepsilon_{diff_n} = \frac{\varepsilon_{diff}(t)}{\varepsilon_{diff}(t = 3600s)} \qquad (14)$$

4.3.2 Types de comportement observés

La déformation différée normalisée est représentée en fonction du logarithme des temps sur la Figure 4-8 (a). Cette représentation logarithmique nous a permis de mieux observer les différentes formes des fonctions de fluage, et d'identifier trois types représentant l'ensemble des réponses (Figure 4-8 (b)). Le type_1 présente une forme concave, le type_2 présente une double non-linéarité peu marquée (concave/convexe) conduisant à une évolution quasi-linéaire, et le type_3 majoritaire (76%) présente une forme convexe. Les hypothèses émises pour expliquer les origines des trois types de comportement observés en traction quasi-statique sont également avancées ici pour expliquer les trois de comportement observés en traction différé.

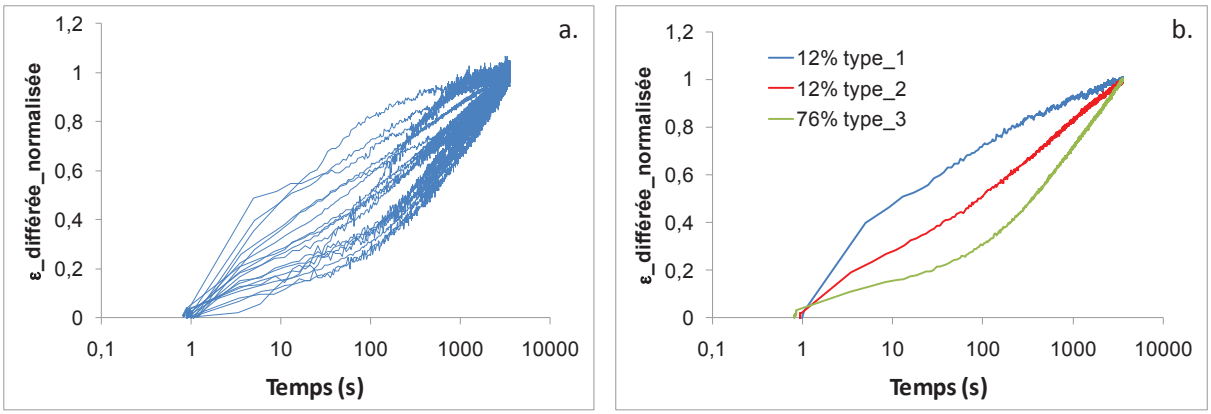


Figure 4-8 : (a) Evolution des déformations différées en fonction du logarithme du temps, (b) Mise en évidence de 3 types de réponses

Afin de comparer plus précisément les différentes réponses et afin de représenter statistiquement les réponses différées des fibres élémentaires de chanvre, nous proposons de décrire et de représenter les courbes expérimentales à l'aide d'un modèle rhéologique.

Les paramètres du modèle identifiés pour chacune des courbes devraient permettre une comparaison plus fine des réponses en fluage.

Ce travail devrait également permettre d'intégrer une loi de comportement différé dans les modèles de comportement des fibres végétales.

4.4 Modélisation du comportement différé sous un environnement constant

Dans cette première partie, nous proposons de décrire les différents modèles plus ou moins évolués et généralement utilisés pour prédire le comportement différé des matériaux.

La déformation différée est ramenée à une fonction de fluage par l'équation (15). La fonction de fluage $J(t)$ équivalente à une souplesse relaxée, est le rapport entre la déformation différée et la contrainte maintenue constante au cours du temps comme l'illustre la Figure 4-9 (c).

$$J(t) = \frac{\varepsilon_{diff}(t)}{\sigma_0} \qquad (15)$$

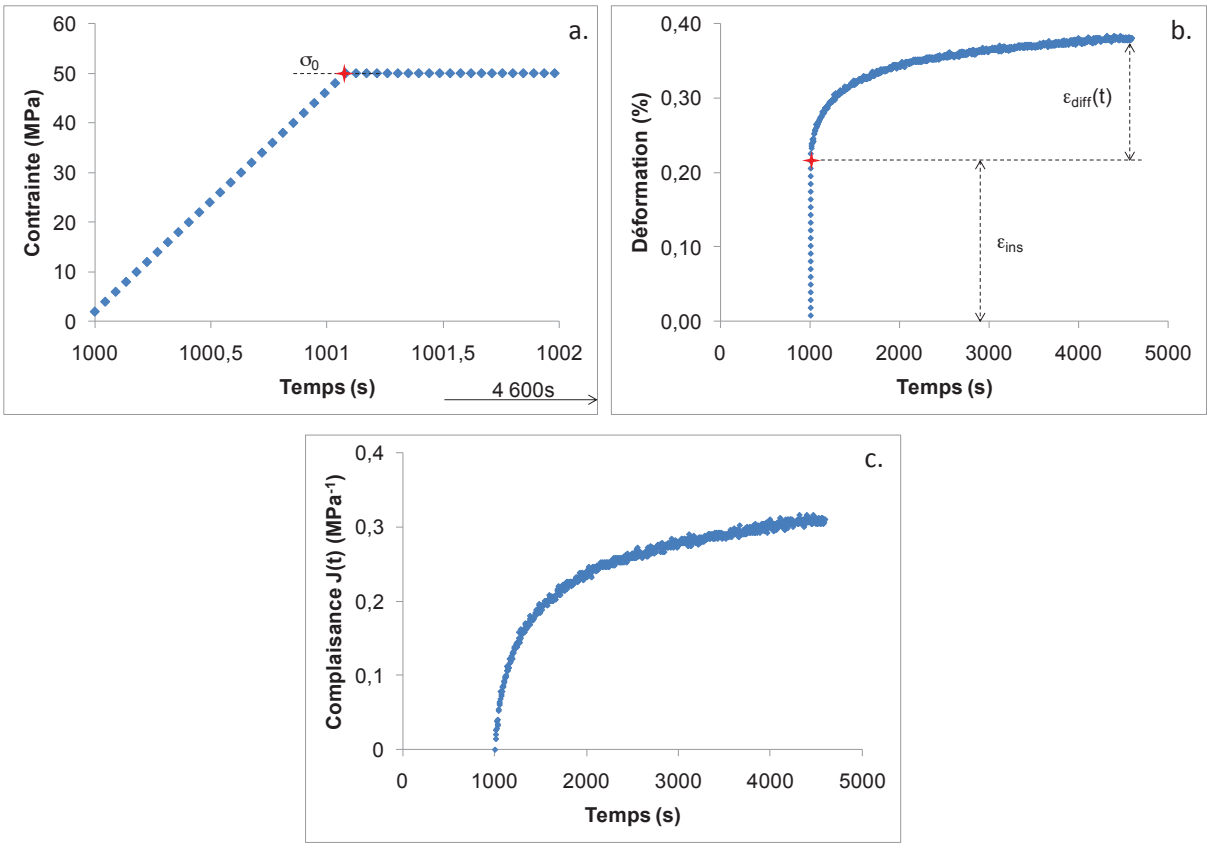


Figure 4-9 : Fonction de fluage d'une fibre élémentaire de chanvre

4.4.1 Modèle mathématique

Pour expliciter la fonction de fluage, des modèles mathématiques empiriques peuvent être utilisés. Ils permettent de reproduire assez fidèlement le comportement viscoélastique de certains matériaux. Un modèle purement mathématique donné par l'équation (16) permet par exemple de simuler fidèlement la fonction de fluage enregistrée expérimentalement dans de nombreux cas.

$$f(t) = a \times \exp(b \times t) + c \times \exp(d \times t) \qquad (16)$$

Cette formulation mathématique est constituée d'une sommation de deux fonctions exponentielles. L'identification des paramètres est généralement réalisée à l'aide d'une technique de minimisation afin de s'ajuster à la courbe expérimentale. Dans ce type de modèle, les paramètres ne représentent aucun lien avec la physique du matériau.

4.4.2 Modèles 1D isotrope

Dans le domaine viscoélastique linéaire et pour des matériaux homogènes et isotropes, des modèles analogiques sont souvent utilisés. Ils sont représentés par une combinaison de connexions en série et/ou en parallèle de ressorts et d'amortisseurs, représentant respectivement les composantes élastique et visqueuse. Des modèles rhéologiques analogiques comme ceux de Maxwell, Kelvin-Voigt, Burger, Zener…, sont généralement utilisés.
Dans la littérature le modèle de type Kelvin-Voigt est couramment utilisé pour simuler des essais de fluage sur des matériaux issus de la biomasse tel que le bois. Ce modèle est constitué d'un ressort (de coefficient d'élasticité E) et d'un amortisseur (de viscosité η) mis en parallèle comme l'indique la Figure 4-10.

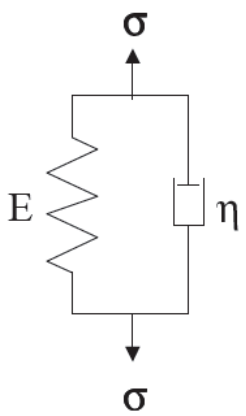


Figure 4-10 : Représentation schématique du modèle de Kelvin-Voigt

D'après les lois d'association des éléments en parallèle, la fonction de fluage du modèle de Kelvin-Voigt peut ainsi être formulée par l'équation (17).

$$J(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} = \frac{1}{E} \times (1 - e^{-\frac{t}{\tau}}) \qquad (17)$$

Les différents types de modèle cités ci-dessus peuvent être généralisés de manière à reproduire la complexité de la fonction de fluage à simuler. Ces modèles généralisés associent plusieurs éléments

en série et ou en parallèle. Ces modèles, plus sophistiqués, permettent de mieux s'approcher de la fonction de fluage des matériaux polymériques hétérogènes (Bardet, 2001).
Le modèle généralisé de Kelvin-Voigt consiste à mettre n systèmes de Kelvin-Voigt en série comme l'illustre la Figure 4-11.

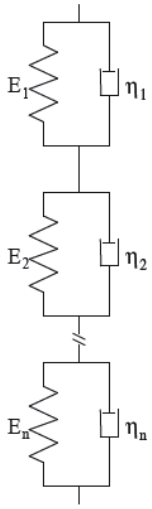


Figure 4-11 : Représentation schématique du modèle de Kelvin-Voigt généralisé

La fonction de fluage de ce modèle s'exprime comme la somme des fonctions de fluage de chaque élément de Kelvin-Voigt considéré. Cette fonction est ainsi donnée dans l'équation (18).

$$J(t) = \sum_{i=1}^{n} \frac{1}{\mathrm{E}_i} \times (1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}) \qquad (18)$$

Les modèles généralisés présentent l'avantage de pouvoir reproduire des fonctions de fluage complexe. Le nombre de paramètres important qu'ils contiennent peut également rendre le travail d'indentification paramétrique délicat. Il est également difficile d'établir un lien entre l'ensemble des paramètres et la physique du matériau. Pour pallier à ce problème, il est possible d'utiliser une fonction qui relie et pondère les rigidités en fonction des temps de relaxation. Le nombre de paramètres à identifier est alors minimisé car la fonction peut être discrétisée, et le spectre décrit est définit par quelques paramètres de forme seulement. Au final le spectre garde un sens physique dans le sens où il représente une famille de mécanismes viscoélastiques.
Généralement une distribution gaussienne est utilisée et les rigidités (E_i) sont exprimées en fonction du logarithme des temps de relaxation (τ_i) comme l'indique la Figure 4-12.

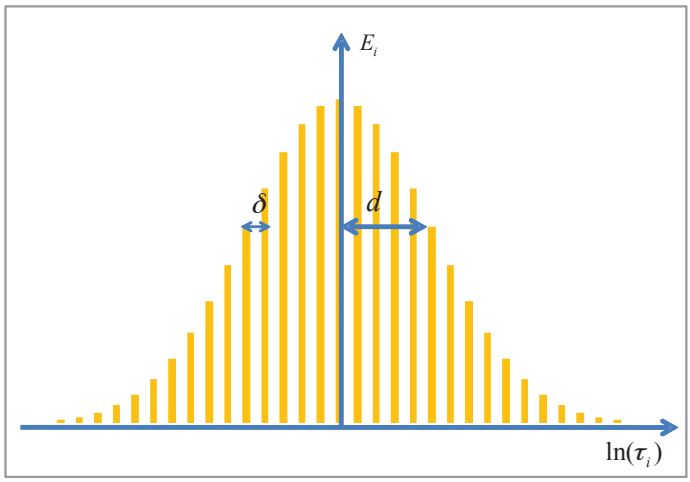


Figure 4-12 : Distribution des rigidités en fonction du logarithme des temps de relaxation

La formulation de cette distribution de Gauss des rigidités en fonction du logarithme des temps de relaxation est donnée par la relation suivante :

$$E_i = E_1 \times \frac{e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\ln\tau_i - \ln\tau_1}{d}\right)}}{\sum_{i=+N}^{i=-N} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\ln\tau_i - \ln\tau_1}{d}\right)}} \qquad (19)$$

E_1 est la somme des rigidité (E_i) des éléments considérés,

τ_1 représente la valeur centrale du spectre ou la moyenne,

d la demi-largeur du spectre ou écart-type,

δ représente le pas de discrétisation des éléments considérés,

N est le nombre de mécanismes.

La discrétisation du logarithme des temps de relaxation est donnée par l'équation :

$$\ln\tau_i - \ln\tau_1 = i \times \delta \Rightarrow \tau_i = \tau_1 \times e^{i\times\delta} \qquad (20)$$

En intégrant les équations (19) et (20) dans l'équation (18) du modèle de Kelvin-Voigt généralisé, nous nous retrouvons avec seulement 5 paramètres pour décrire notre fonction de fluage, à savoir E_1, τ_1, d, δ et N, soit 2 paramètres « matériau » (E_1, τ_1) et 3 paramètres « de forme ».

Certains auteurs, comme Bardet (Bardet, 2001), proposent pour le bois d'utiliser des modèles à deux distributions. Chaque distribution représente une famille de mécanismes viscoélastiques. Dans ces travaux, Bardet (Bardet, 2001) utilise un modèle parabolique à deux distributions gaussiennes. Le modèle parabolique est équivalent à un modèle de Maxwell généralisé.

Ces différents modèles rhéologiques étant valables que pour des matériaux homogènes isotropes, nous proposons dans la suite un modèle anisotrope.

4.4.3 Modèle anisotrope

Considérant l'organisation et la microstructure des fibres végétales, il parait nécessaire de recourir à un modèle anisotrope, tel que celui développé par Boubakar et al. (Boubakar et al., 2002, 2003).
La loi de comportement élastique de ce modèle est décrite dans l'équation (21)

$$\underline{\varepsilon}^{e} = \underline{\underline{S}}\,\underline{\sigma} \tag{21}$$

En décomposant la déformation totale en une partie élastique et une partie viscoélastique (équation (22)), la vitesse de déformation est ainsi décrite dans l'équation (23).

$$\underline{\varepsilon} - \underline{\varepsilon}^{ve} = \underline{\underline{S}}\,\underline{\sigma} \tag{22}$$

$$\frac{d(\underline{\varepsilon}^{ve})}{dt} = \sum_{i=1}^{n} \dot{\underline{\xi}}_i = \sum_{i=1}^{n} \frac{1}{\tau_i}(\mu_i \underline{\underline{S}}^{ve}\,\underline{\sigma} - \underline{\xi}_i) \tag{23}$$

avec

$\underline{\xi}_i$: le nombre de mécanismes élémentaires d'écoulement visqueux

μ_i : les paramètres de pondération sur les effets de chaque mécanisme élémentaire

$\underline{\sigma}$: la contrainte de Cauchy

τ_i : les temps de relaxation

$\underline{\underline{S}}^{ve}$: le tenseur des complaisances viscoélastiques.

Pour les fibres végétales, la viscosité peut être négligée dans le sens des microfibrilles. Le tenseur des complaisances viscoélastiques dans le repère local (lié aux microfibrilles de cellulose), s'écrit alors comme suit :

$$\underline{\underline{S}}^{ve} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\beta_{22}}{E_2} & -\beta_{23}\frac{\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & -\beta_{23}\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{\beta_{22}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{\beta_{12}}{G_{12}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{\beta_{12}}{G_{12}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{\beta^*}{G_{23}} \end{bmatrix} \tag{24}$$

Avec :

$$\beta^* = 2\left(\frac{\beta_{22}}{E_2} + \beta_{23}\frac{\nu_{23}}{E_2}\right) \qquad (25)$$

avec β_{22}, β_{23}, β_{12} les paramètres de viscosité.

Ainsi la complaisance viscoélastique longitudinale peut être exprimée comme suit :

$$J_{11}(t) = \frac{\varepsilon_{11}^{ve}}{\sigma_0} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \mu_i S_{11}^{ve}(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}})}{\sigma_0} \qquad (26)$$

avec :

$$S_{11}^{ve} = \frac{\beta_{22}}{E_2}\cos^4(\psi) + \frac{\beta_{12}}{G_{12}}\cos^2(\psi)\sin^2(\psi) \qquad (27)$$

où : ψ =1-AMF.

4.5 Procédure d'identification paramétrique

Compte tenu du nombre important de paramètres à identifier pour certains des modèles évolués présentés ci-dessus, certaines méthodes d'identification paramétrique utilisant des algorithmes de convergence locale peuvent montrer leur limite. A l'aide de ces méthodes, il peut être difficile de trouver le minimum global et le risque de trouver un minimum local est grand. Les méthodes de recherches heuristiques présentent l'avantage de sonder efficacement l'espace des paramètres, aussi grand soit-il.

Pour pallier ces difficultés, Richard (Richard, 1999), dans ses travaux de thèse, a contribué au développement d'un outil robuste d'identification paramétrique. Cet outil, basé sur un algorithme hybride (AH), consiste à allier une méthode globale de recherche heuristique et les méthodes de résolution locale. Le sondage de l'espace des paramètres est réalisé par des algorithmes génétiques (AG). Ils permettent d'approcher la solution dans un espace de recherche de grande taille. Cet outil a été repris et adapté dans le cadre de ma thèse.

Dans la suite de cette partie, nous allons exposer les deux étapes de la procédure d'identification paramétrique utilisée pour identifier les paramètres de nos modèles. La première étape consiste à utiliser l'AG afin de faire un sondage très large dans l'espace des paramètres. La deuxième étape consiste à utiliser l'AH avec ce nouvel espace réduit et déterminé dans l'étape 1, afin de raffiner et de déterminer la ou les solutions globales.

4.5.1 Sondage de l'espace des paramètres par un algorithme génétique

L'étape 1 de la procédure d'identification consiste à sonder très largement l'espace de recherche des paramètres en utilisant l'AG afin d'identifier les optima. Le principe de fonctionnement de cet algorithme est illustré d'une façon globale sur la Figure 4-13. Les détails de chaque phase peuvent être retrouvés dans les travaux de thèse de Carbillet (Carbillet, 2005) et Richard (Richard, 1999).

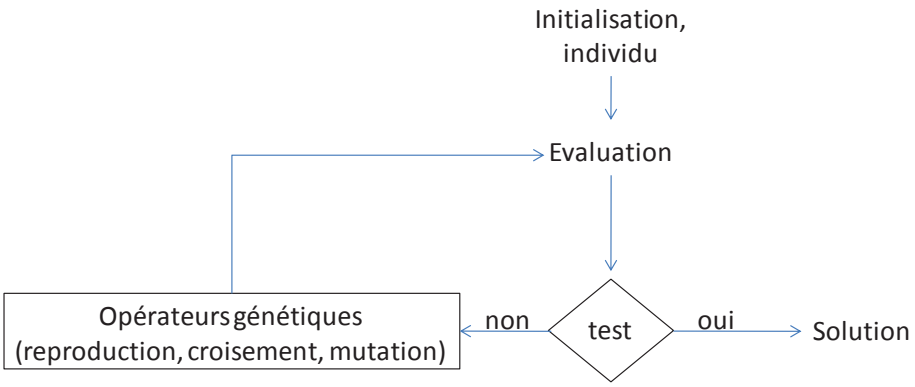


Figure 4-13 : Principe de fonctionnement de l'algorithme génétique

Un individu dans l'AG correspond à un jeu de paramètres donné. Le nombre d'individus dans une population est défini par défaut à 10 fois le nombre de paramètres. Pour cette étape de la procédure, 10 lancés de l'AG sont effectués, chaque lancé correspond à une population testée sur 40 générations avec une probabilité de mutation fixée à 1. La performance de chaque individu est évaluée par une minimisation d'une fonction coût $f_c(ind)$ définie au sens des moindres carrés donnée dans l'équation (28).

$$f_c(ind) = \frac{1}{nb_mesures}\sqrt{\sum_{i=1}^{nb_mesures}\left[\frac{F_{\exp}^{i} - F_{\mathrm{mod}}^{i}(ind)}{F_{\exp}^{i}}\right]^2} \qquad (28)$$

où $F_{\exp}^{i}$ correspond à la i^{éme} donnée expérimentale, $F_{\mathrm{mod}}^{i}(ind)$ est la i^{éme} valeur calculée par le modèle pour un individu donné, et $nb_mesures$ le nombre de points comparés.

Comme souligné dans les travaux de Carbillet (Carbillet, 2005), trois cas peuvent se produire à l'issue de cette évaluation comme l'indique la Figure 4-14.

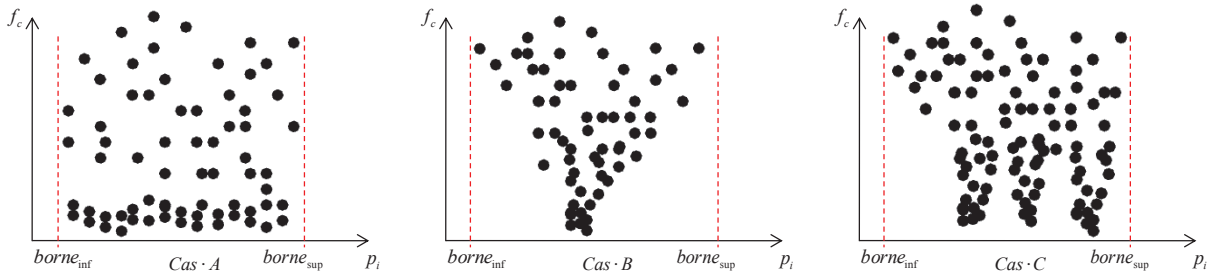


Figure 4-14 : Evolutions possibles de la fonction coût en fonction d'un paramètre d'après (Carbillet, 2005)

- Le cas A qui présente une forme de cuvette où la fonction coût est relativement insensible au paramètre p_i.
- Le cas B où un minimum global apparait clairement. Dans ce cas une réduction du domaine de recherche est possible, nous sommes en présence d'une solution monomodale.
- Le cas C indique des minima locaux à des niveaux équivalents (pas de minimum global), une réduction du domaine de recherche est également possible mais la présence d'une solution multimodale est évidente.

4.5.2 Convergence locale par un algorithme de recherche heuristique

Après avoir identifié un domaine de recherche des paramètres, l'étape 2 de la procédure d'identification consiste à lancer l'AH afin de déterminer la ou les solutions admissibles. Cet algorithme combinant une méthode heuristique et une méthode locale est illustré sur Figure 4-15.

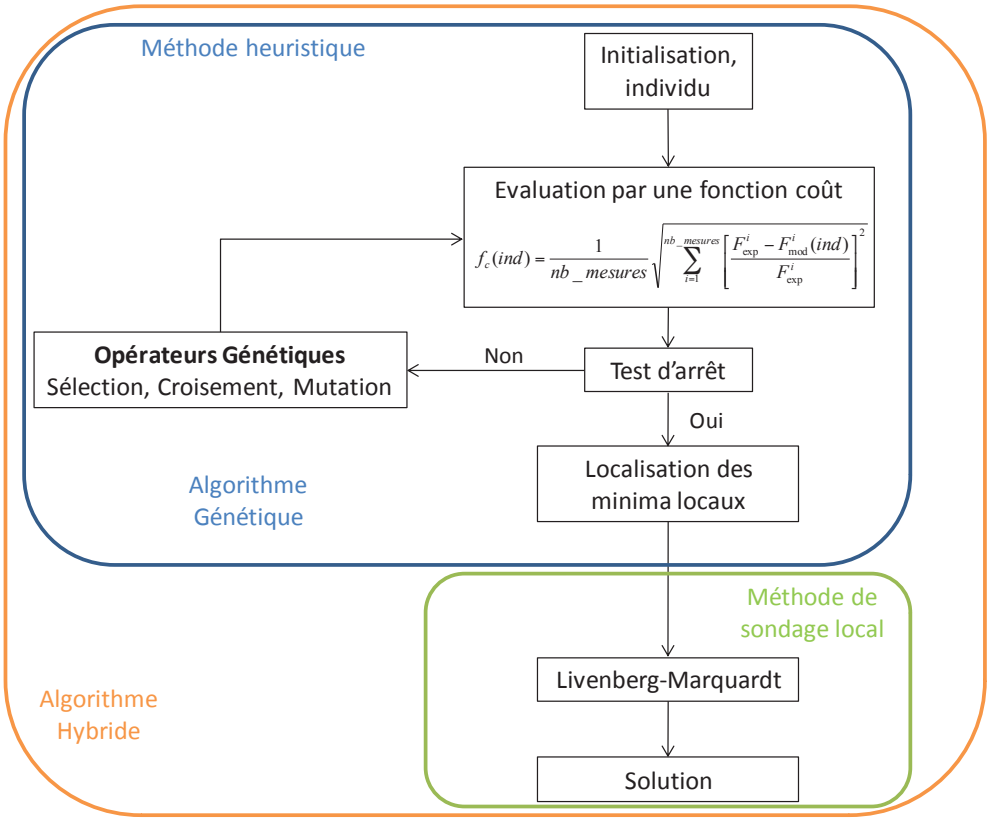


Figure 4-15 : Principe de fonctionnement de l'algorithme hybride

Selon les différents cas présentés précédemment, l'AH est lancé n fois. Ici également chaque lancé correspond à une population testée sur 40 générations mais avec une probabilité de mutation de 1/nombre_d'individus. L'AG va trouver pour chaque lancé des solutions admissibles. La meilleure solution au sens de la fonction d'adaptation est ensuite utilisée comme point de départ pour l'algorithme de Livenberg-Marquardt, qui va permettre de raffiner et de déterminer le ou les minima globaux.

Cette méthode d'identification paramétrique est utilisée dans la suite de notre travail afin d'identifier les paramètres des modèles présentés précédemment.

4.6 Choix du modèle

Afin de sélectionner le modèle permettant de simuler l'ensemble des comportements observés expérimentalement, trois courbes représentant les comportements extrêmes sont retenues. Ces trois types de comportement sont illustrés sur la Figure 4-16.

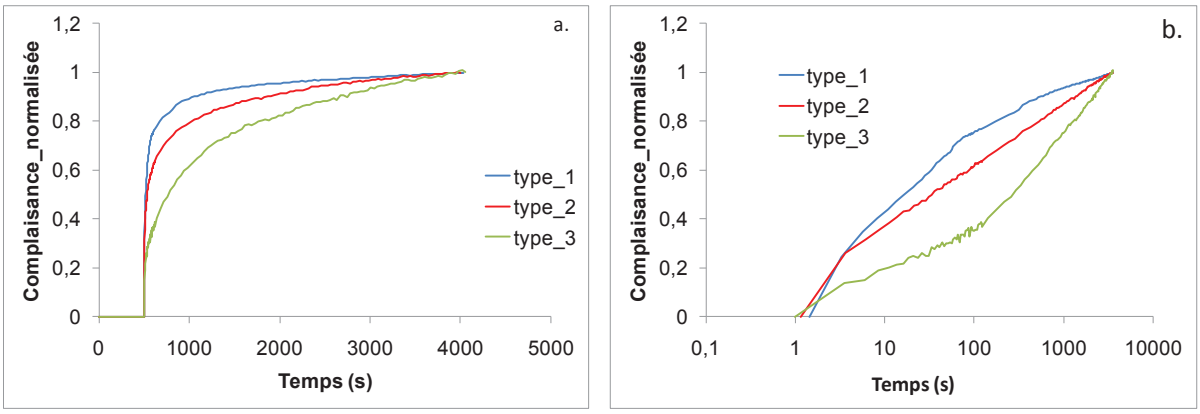


Figure 4-16 : Trois types de réponses différées des fibres élémentaires de chanvre, échelle temporelle linéaire (a), échelle logarithmique (b)

Dans cette partie de notre travail, chaque modèle est implémenté dans l'outil d'identification paramétrique, afin de tester les trois comportements extrêmes retenus.
Les résultats du modèle mathématique sont présentés en échelle temporelle linéaire sur la Figure 4-17.

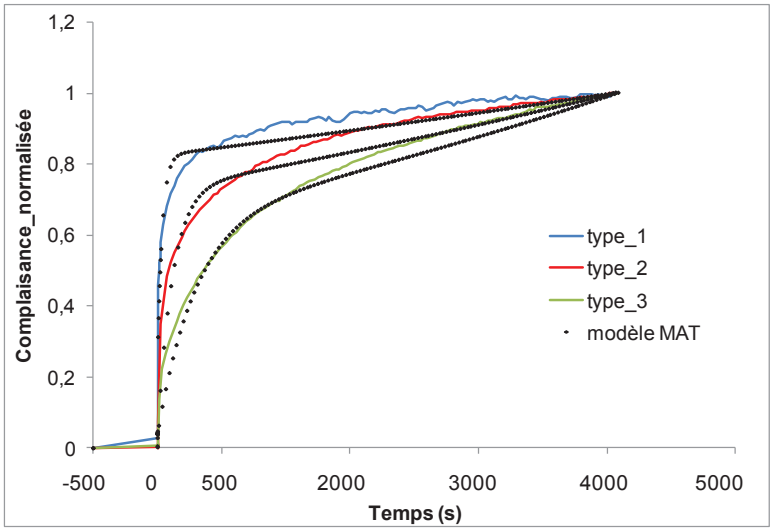


Figure 4-17 : Résultat du modèle **MAT**hématique sur les trois types de réponses

L'ajustement obtenu avec ce modèle mathématique est peu satisfaisant pour les trois courbes expérimentales considérées.
Le modèle de Kelvin-Voigt généralisé à distribution spectrale a été adopté. Le nombre de mécanismes a été fixé suffisamment grand (N=15) pour approcher les différents. Les résultats obtenus avec une distribution gaussienne se sont révélés non satisfaisants sur les trois types de

comportement testés. Une double distribution a été envisagée comme proposé par Bardet (Bardet, 2001). Cette option entraine une forte augmentation du nombre de paramètres du modèle. Au lieu d'une double gaussienne, une distribution gaussienne inverse a été préférée. Elle a l'avantage de pondérer fortement deux constantes de temps (aux extrémités de la parabole) comme une double gaussienne, tout en gardant un nombre de paramètre plus restreint. Les résultats obtenus sur les trois types de comportement sont présentés sur la Figure 4-18.

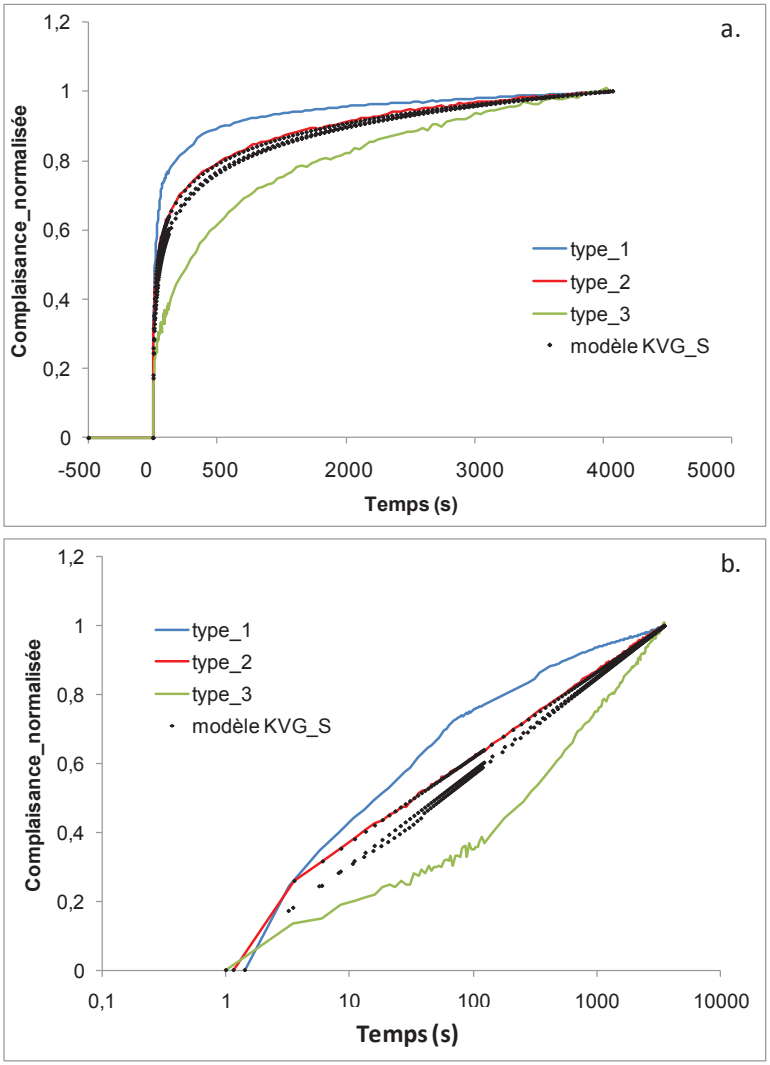


Figure 4-18 : Résultat du modèle de **K**elvin-**V**oigt **G**énéralisé à distribution **S**pectrale sur les trois types de réponses, échelle temporelle linéaire (a), échelle logarithmique (b)

Nous pouvons constater sur la Figure 4-18 (a,b) une bonne corrélation du modèle généralisé à distribution spectrale sur le comportement du type_2. Cependant les résultats sur les types 1 et 3 ne sont pas satisfaisants.

Le résultat satisfaisant obtenu sur le type_2 a permis également de montrer une possibilité de prédire la réponse du fluage secondaire sur le long-terme (t=12h) à partir d'une identification sur des temps courts (Figure 4-19).

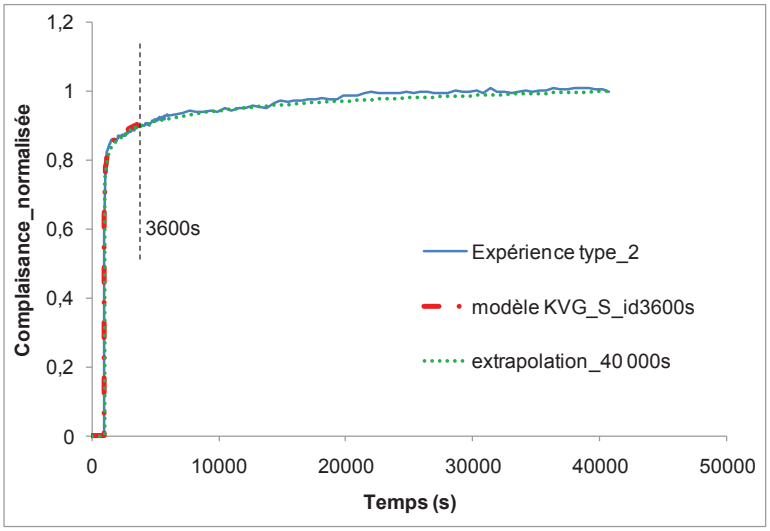


Figure 4-19 : Résultat du modèle de **K**elvin-**V**oigt **G**énéralisé sur le type 2

Ce type de modèle et de distribution spectrale permet de décrire uniquement des réponses linéaires dans le diagramme complaisance vs log(t) (Figure 4-18 (b)). Pour reproduire des comportements non linéaires, Maire (Maire, 1992) dans ses travaux de thèse montre qu'en tronquant le spectre, il est ainsi possible de reproduire des comportements non-linéaires. Cette méthode a été simulée en tronquant un spectre gaussien de deux manières comme le montre la Figure 4-20. Nous avons procédé à une troncature à droite et à gauche du spectre, et les résultats obtenus avec ces différents spectres sont présentés sur la Figure 4-21.

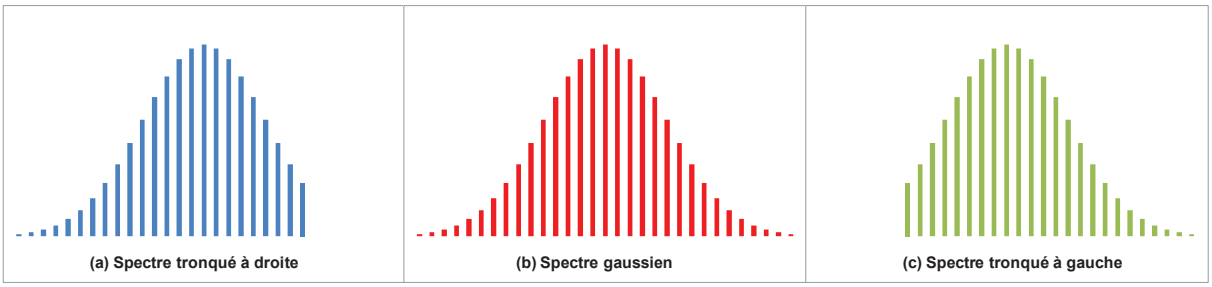


Figure 4-20 : Différentes possibilités de troncatures du spectre

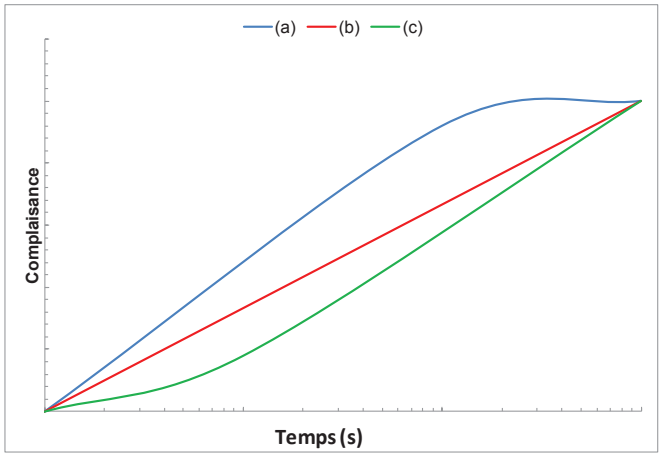


Figure 4-21 : Effet de la troncature sur la réponse du modèle de KVG_ST

Les résultats de la simulation montrent qu'en faisant une troncature soit à droite, soit à gauche du spectre, nous pouvons créer une non linéarité de la réponse en fluage.
Le modèle de Kelvin-Voigt généralisé à distribution gaussienne inverse a ainsi été amélioré afin de permettre une troncature à gauche ou à droite du spectre. Les résultats obtenus avec sur les trois types de comportement considérés sont présentés sur la Figure 4-22. Ces résultats sont obtenus pour des paramètres de troncature fixés.

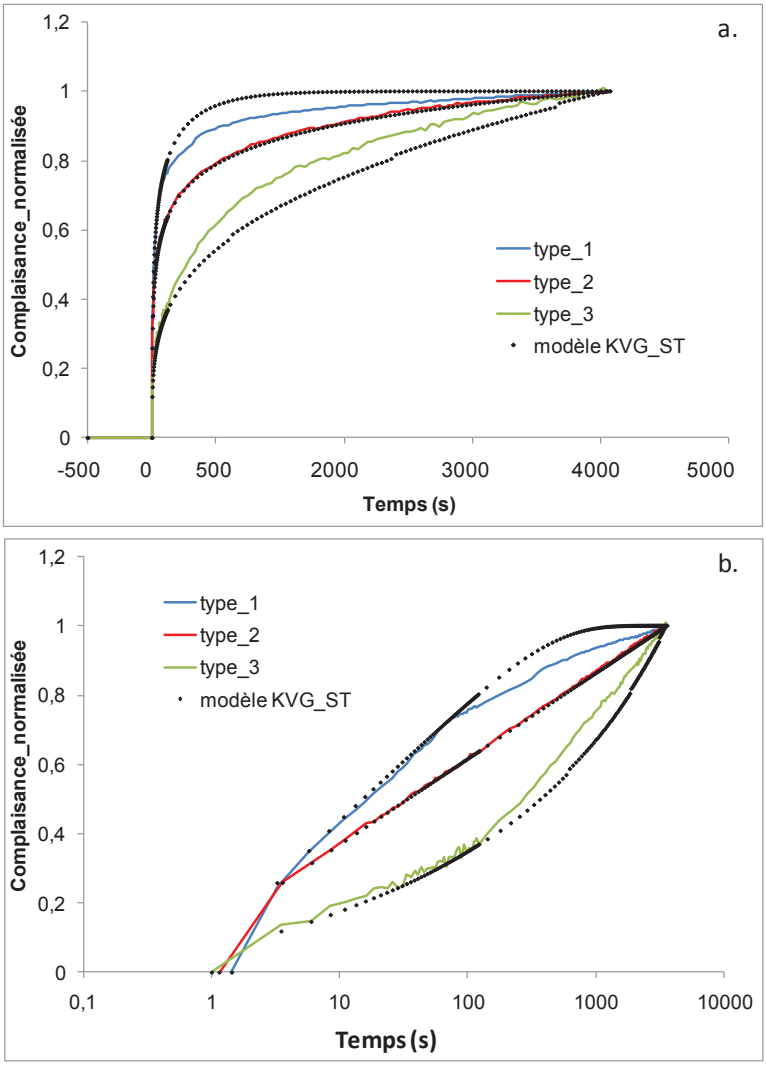


Figure 4-22 : Résultat du modèle de **K**elvin-**V**oigt **G**énéralisé à distribution **S**pectrale **T**ronquée, échelle temporelle linéaire (a), échelle logarithmique (b)

Une bonne corrélation entre la courbe expérimentale et le modèle est obtenu pour le type_2. Des écarts plus importants sont visualisés pour les comportements de type_1 et type_3 au niveau du fluage primaire et secondaire.

La distribution spectrale gaussienne inverse tronquée a également été adoptée pour le modèle anisotrope. Pour ce cas de figure, les paramètres de forme (n_{min} et n_{max}) définissant les bornes inférieures et supérieures de la troncature ne sont plus fixés arbitrairement comme précédemment mais sont également identifiés à l'aide de la procédure d'identification paramétrique présentée plus en avant. Les résultats sur les trois types de comportement sont présentés sur la Figure 4-23.

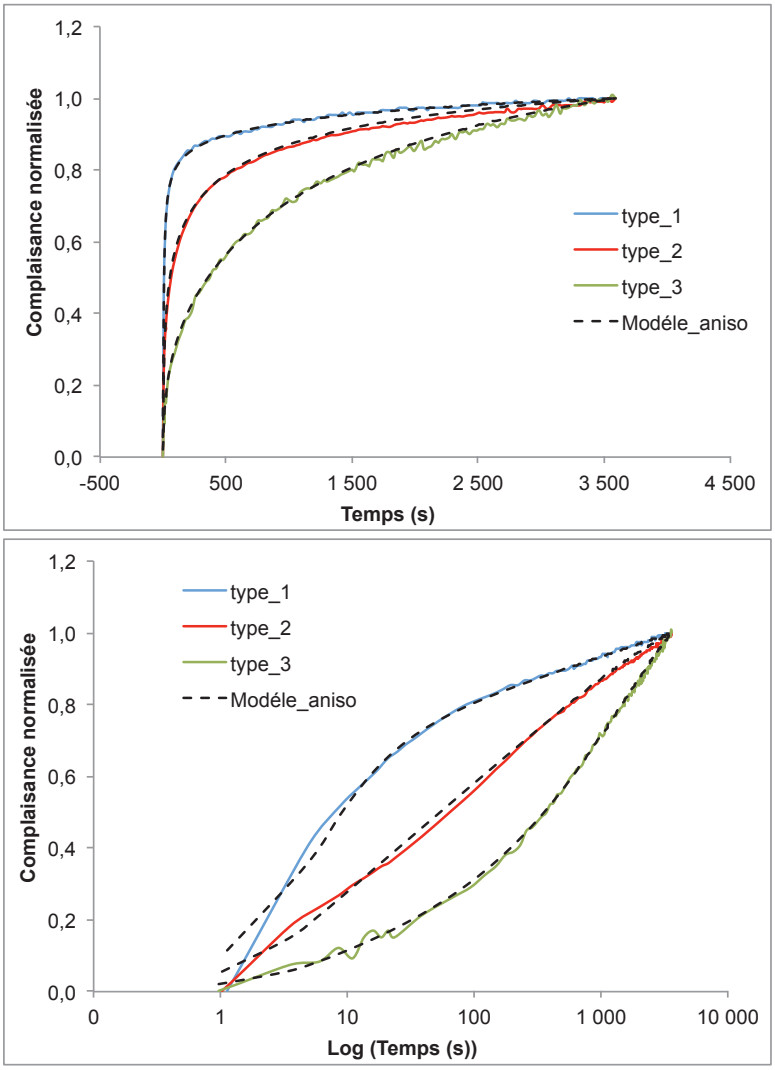


Figure 4-23 : Résultats du modèle anisotrope sur les trois types de comportement

Nous pouvons observer sur les deux types de représentation (échelle linéaire et logarithmique), une excellente corrélation entre les résultats expérimentaux et simulés. Pour ce modèle viscoélastique anisotrope, les paramètres sont τ_1, σ, β_{12}, β_{22}, n_{min} et n_{max}, soit 3 paramètres « matériau » (τ_1, β_{12}, β_{22}) et 3 paramètres « de forme » (σ la moyenne et n_{min}, n_{max} les bornes inférieures et supérieures du spectre). Les paramètres identifiés pour les trois courbes-types sont présentés dans le Tableau 4.2. Les valeurs des résidus obtenues aux environs de 10^{-7}, témoignent du bon accord entre les courbes simulées et les courbes expérimentales. Les résultats montrent un temps de relaxation beaucoup plus important pour le comportement de type1 que pour les type_2 et type_3. Une différence d'un facteur de 10 est observée entre la valeur du coefficient de viscosité β_{12} du type2 et celles des types 1 et 3, ce même facteur est également observé entre les valeurs de β_{22} des types 1 et 2 et du type_3. Les diagrammes de distribution (μ_i en fonction des τ_i) identifiés pour chacune des courbes-types sont présentés sur la Figure 4-24. Ils permettent d'observer la forte dispersion obtenue pour ces différentes courbes-types, avec des troncatures marquées pour les courbes non-linéaires (type 1 et type 3) et une dissymétrie des troncatures en fonction du caractère concave ou convexe de la fonction de fluage.

Paramètres	type1	type2	type3
τ_1	562,94	64,34	5,62
σ	2,23	11,62	2,99
β_{12}	3,96E-03	5,53E-02	3,48E-03
β_{22}	4,42E-03	1,04E-03	5,56E-04
n_{min}	0,79	0,10	0,10
n_{max}	0,37	0,12	0,71
résidus	*9,47E-07*	*4,18E-07*	*5,71E-07*

Tableau 4.2 : Valeurs des paramètres identifiés sur les trois types de comportement

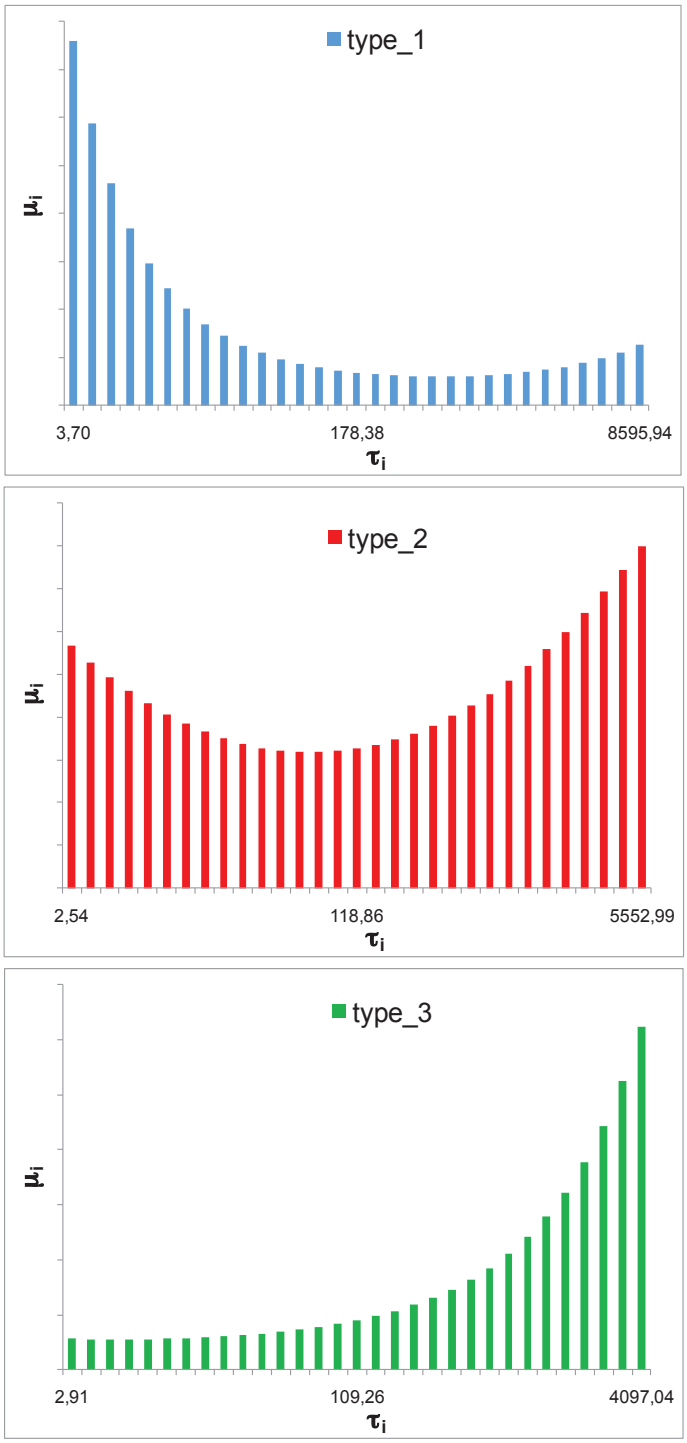


Figure 4-24 : Distribution des μ_i en fonction des τ_i pour les différents types de comportement

4.7 Conclusions

Dans cette partie du manuscrit, une caractérisation statistique du comportement différé des fibres élémentaires sous un environnement constant a été proposée.
Les résultats ont montré pour un même niveau de chargement sous un environnement constant, une grande variabilité des réponses en fluage des fibres élémentaires. Les fibres testées ont présenté en moyenne autant de déformation instantanée que de déformation différée témoignant d'une part visqueuse non négligeable. Une forte dispersion a été observée en ne considérant que la déformation différée des fibres. Cette dispersion a été retrouvée tant au niveau de l'amplitude que sur l'allure de la fonction de fluage. Les réponses différées normalisées ont montré trois types de comportement, avec une diminution de la vitesse de fluage primaire plus ou moins rapide, témoignant des différences au niveau des constantes de temps caractéristiques des fibres.
Afin de comparer finement les fonctions de fluage enregistrées pour les différentes fibres testées, il a été proposé de décrire les courbes à l'aide de modèles rhéologiques. Plusieurs modèles rhéologiques, des plus simples (modèle mathématique) aux plus évolués (anisotropes) ont été testés. Une méthode d'identification paramétrique hybride, combinant une méthode de recherche heuristique et une méthode de résolution locale a été utilisée.
Les résultats obtenus montrent clairement que seuls les modèles rhéologiques évolués sont capables de reproduire l'ensemble des comportements observés expérimentalement.
Les comportements non-linéaires extrêmes observés expérimentalement peuvent être reproduits en appliquant une troncature au spectre gaussien inverse. Les valeurs des paramètres identifiés ont montré des temps de relaxation importants sur le comportement du type1 comparés aux valeurs trouvées sur les types2 et 3.

Après avoir procédé à une caractérisation statistique sous environnement ambiant, nous proposons dans la suite de ce chapitre de caractériser le comportement différé des fibres sous un environnement et chargement variables.

5 Caractérisation déterministe du comportement différé des fibres élémentaires de chanvre sous chargement et environnement variables

5.1 Introduction

Après avoir montré la possibilité de caractériser et mis en évidence le comportement différé des fibres sous chargement et environnement constants dans le chapitre précédent, nous allons dans ce dernier chapitre étudier le comportement différé des fibres sous chargement et environnement variables. Les résultats du chapitre précédent ayant soulignés les difficultés des approches portant sur un grand nombre de fibres, nous avons préféré dans cette partie une approche déterministe. Les effets du cyclage mécanique et climatique sur le comportement différé des fibres seront mis en évidence à l'échelle d'une même fibre élémentaire.

Cette étude se compose de trois parties. La première partie présente la méthode ainsi que les résultats de la caractérisation du comportement différé des fibres sous différents niveaux d'humidité relative (HR) et sous chargement et température constants. Ensuite, dans une seconde partie, l'influence des variations d'HR sur le comportement différé des fibres est étudiée à différentes vitesses d'humidification sous chargement et température constants. Enfin, dans une troisième et dernière partie, l'influence du niveau de chargement est également étudiée sur le comportement différé des fibres sous un environnement constant.

5.2 Protocole expérimental

La configuration expérimentale utilisée ici reste la même que celle décrite dans le chapitre 2 (*Cf* chapitre 2 : 2.2.3). Cependant pour étudier l'effet d'une variation d'humidité relative sur le comportement différé de la fibre, des modifications ont été apportées dans la chambre environnementale afin de contrôler plus finement la vitesse d'humidification. Le volume de la chambre de contrôle, a été réduit afin d'obtenir des vitesses allant de 1 à 25% HR/min.

5.3 Influence de l'humidité relative sur le comportement différé

Les essais de type fluage ont été adoptés ici afin d'étudier l'influence de l'humidité relative sur le comportement différé des fibres. Les difficultés expérimentales rencontrées sont similaires à celles rencontrées lors de la caractérisation du comportement différé des fibres sous un environnement constant, concernant les petits efforts mis en jeu. En plus des hypothèses faites sur la section de la fibre (circulaire et uniforme), les possibles variations dimensionnelles des parois cellulaires liées à une variation d'humidité relative ne sont pas prises en compte dans le calcul de la contrainte pour les mêmes raisons que celles évoquées dans le chapitre 4. Pour s'assurer que les deux extrémités du cadre papier et la colle ne participent pas à la réponse lors d'une variation d'humidité, là encore la méthodologie d'essai est testée sur des fibres de carbone qui possèdent un comportement élastique pur et qui sont insensibles à l'humidité. Ce test a montré l'absence de déformation différée après une variation d'humidité relative et a ainsi permis de valider notre méthode pour des essais fiables et reproductibles.

5.3.1 Caractérisation statistique du comportement différé des fibres

Plusieurs fibres élémentaires de chanvre de quelques microns de diamètre ont été testées en fluage sous un chargement constant de 50 MPa et à différents paliers d'HR. Trois niveaux d'HR ont été testés (15%, 50%, 80%) à température ambiante. La procédure utilisée dans le chapitre 4 pour dissocier la réponse instantanée et celle différée a été appliquée ici. Les déformations différées à chaque niveau d'humidité relative sont représentées respectivement sur la Figure 5-1 (a, b, c), et les déformations différées normalisées sur la Figure 5-1 (d, e, f).

Les résultats montrent sur tous les niveaux d'HR une forte dispersion liée à l'amplitude des déformations différées (a, b, c). En se qui concerne la vitesse de fluage primaire et secondaire une forte dispersion est observée à 50% d'HR (e). Cette dispersion est plus difficilement quantifiable pour les autres niveaux d'HR du fait du peu d'essais réalisés à 15 et 80%.

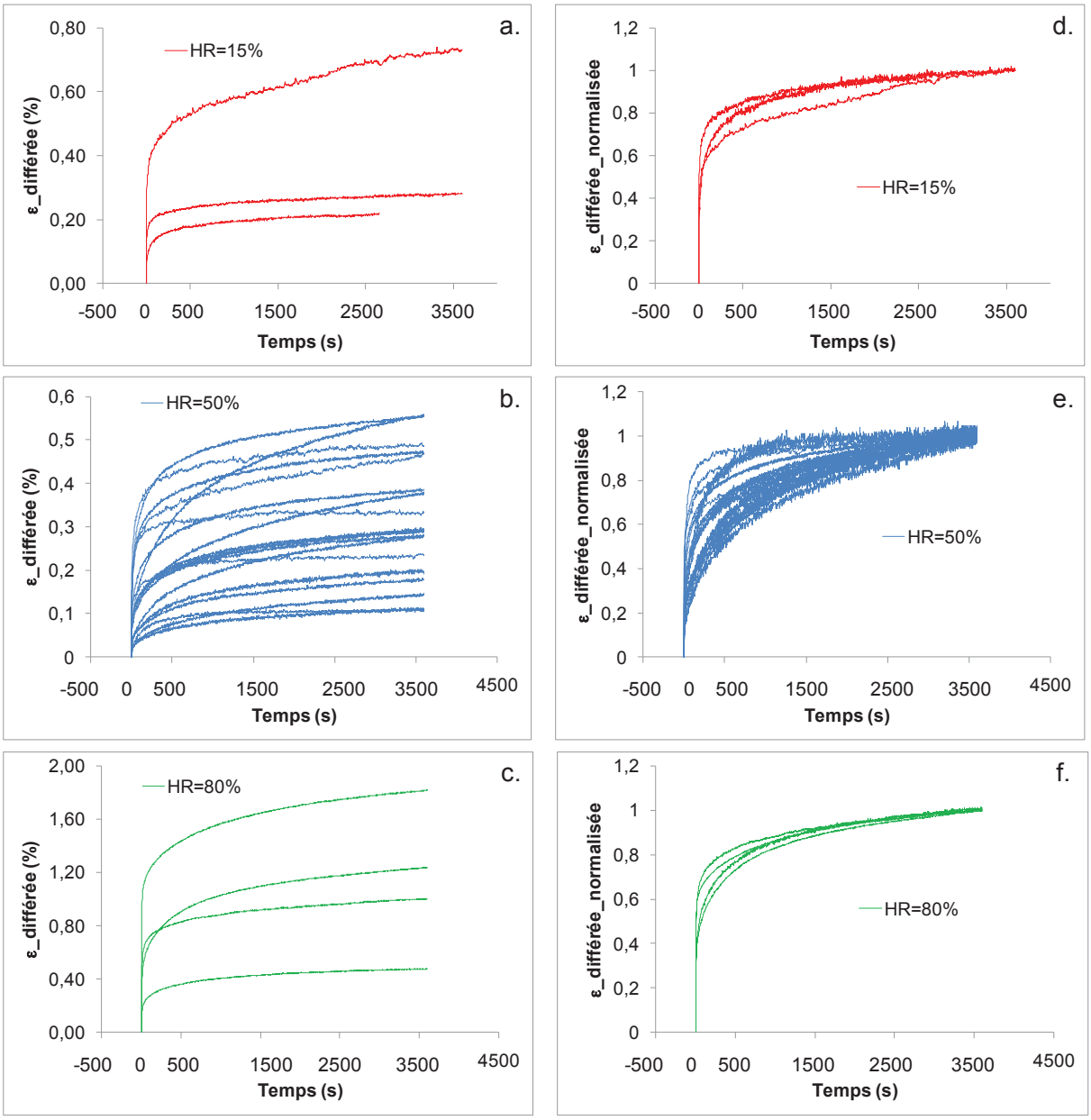


Figure 5-1 : Campagne de fluage sur fibre élémentaire de chanvre à différents niveaux d'HR et à température ambiante

Les résultats présentés ci-dessus permettent de montrer les limites d'une caractérisation à partir de plusieurs fibres. Dans chaque lot de fibres, la dispersion est tellement grande qu'elle ne permet pas de mettre en évidence et/ou de quantifier l'influence d'un paramètre extérieur tel que l'HR. Ces difficultés ont déjà été soulignées dans les chapitres 2 et 3. Pour palier ces difficultés et mieux étudier l'influence de l'HR sur le comportement différé des fibres, par analogie au chapitre 3, nous proposons dans la suite une caractérisation déterministe qui consiste à étudier l'effet du niveau d'HR à l'échelle d'une même fibre élémentaire.

5.3.2 Caractérisation déterministe du comportement différé des fibres

Pour procéder à une caractérisation déterministe du comportement différé des fibres sous différents niveaux d'HR, deux procédures ont été envisagées. Ces deux procédures sont présentées et détaillées ci-après.

5.3.2.1 Comportement mécano-sorptif

La première consiste d'une part, à appliquer une charge de 50 MPa et de la maintenir constante au cours de l'essai comme l'indique la Figure 5-2 (a), et d'autre part à appliquer des paliers d'HR tous les 10 000s sous une température constante comme le montre la Figure 5-2 (b).

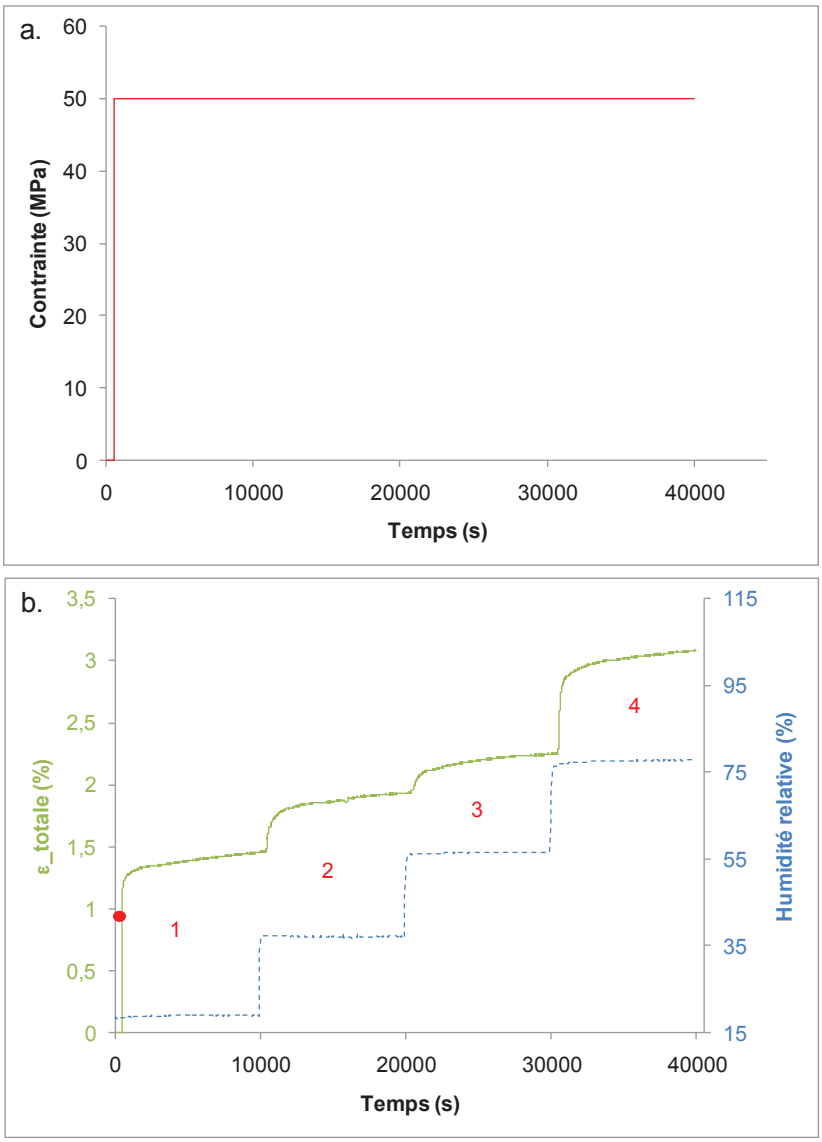


Figure 5-2 : Essai de fluage sur fibre élémentaire, charge appliquée (a.), déformation totale, HR en fonction du temps (b.)

L'évolution de la déformation résultante en réponse à des paliers d'HR et à un chargement constant est présentée sur la Figure 5-2 (b). Ce résultat montre l'existence de déformations différées significatives pour l'ensemble des HR testées. L'existence de déformations différées sous l'effet d'un

changement d'HR peut être attribuée à un couplage mécano-sorptif. En effet comme nous l'avons évoqué dans le chapitre 3 (*Cf* chapitre 3 : 3.2.2), la sorption d'eau chez les fibres végétales peut induire des ruptures de liaisons hydrogènes intra et inter-moléculaires. Sous sollicitation mécanique, une réorganisation du réseau moléculaire est possible, et en particulier des mouvements de reptation des macromolécules les unes par rapport aux autres, conduisant à une augmentation de la longueur de la fibre.

HR (%)	Déformation totale résultante (%)
20	1.45
40	0.48
60	0.32
80	0.83

Tableau 5.1 : Déformation totale cumulée pour chaque niveau d'HR

Les déformations totales résultantes pour chaque niveau d'HR sont présentées dans le Tableau 5.1. Ces résultats montrent clairement que les déformations différées induites par la sorption d'eau sous chargement mécanique sont significatives. Les déformations mécano-sorptives à hauteur de 1.63% dépassent les déformations induites par le chargement mécanique seul (1.45%). Il apparait donc primordial pour les fibres végétales de prendre non seulement en compte leur comportement différé et également leur comportement mécano-sorptif.
L'augmentation des déformations mécano-sorptives est particulièrement importante lorsque l'HR dépasse 60%. Cette augmentation semble refléter la rupture observée sur les isothermes de sorption observée dans cette gamme d'HR (Figure 5-3), et à partir de laquelle la fibre montre une capacité accrue à absorber de l'eau. Ces modifications tant dans le comportement sorptif que le comportement mécanique associé sont certainement dues à la mise en œuvre de mécanismes de fixation des molécules d'eau différents de ceux mis en œuvre pour les HR plus faibles.

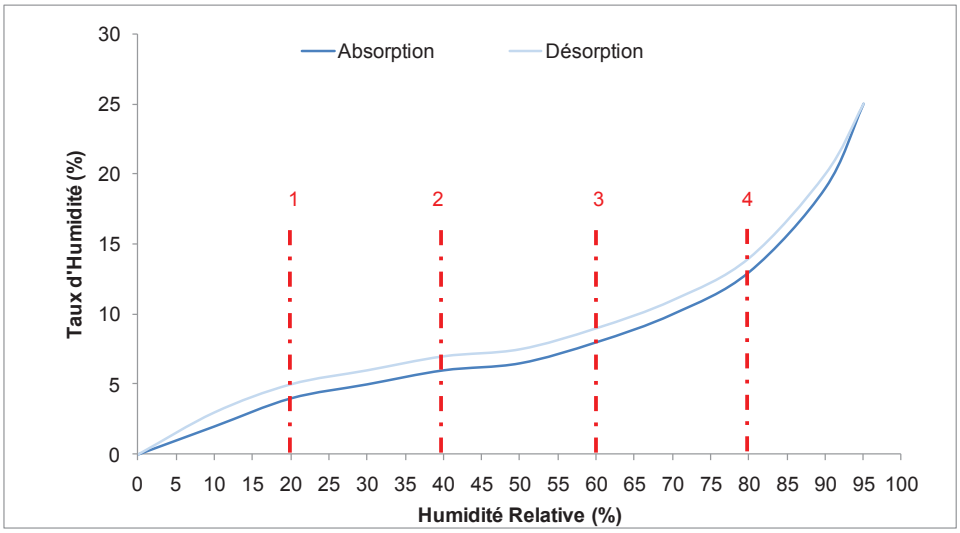


Figure 5-3 : Isotherme de sorption d'eau d'une fibre élémentaire de chanvre d'après (Hill et al., 2009)

L'avantage de cette première procédure est d'une façon globale la facilité de mettre en évidence l'existence d'un comportement mécano-sorptif et son influence sur le comportement différé d'une fibre. L'inconvénient majeur est qu'au-delà du premier palier il est difficile de dissocier et caractériser la réponse instantanée de la réponse différée. C'est pour cette raison qu'une deuxième procédure a été adoptée dans la suite de notre investigation.

5.3.2.2 Influence du niveau d'HR sur le comportement différé

Cette deuxième procédure consiste à appliquer des essais de fluage/recouvrance successifs à différents paliers d'HR. En effet l'application d'une charge mécanique pour chaque palier d'HR permet de dissocier clairement la réponse instantanée et celle différée des fibres. La Figure 5-4 (a) illustre le principe appliqué avec 5 différentes étapes. L'étape 1 consiste, après application d'une légère prétention à la fibre, à observer un palier afin d'atteindre l'équilibre hygroscopique. Dans l'étape 2 nous appliquons une rampe qui ramenée à la contrainte équivaut à une vitesse de 50 MPa/s. Ensuite l'étape 3 consiste à maintenir la charge constante au cours du temps. Dans l'étape 4 nous procédons à une décharge quasi-totale à la même vitesse qu'à la montée. Et enfin la dernière étape consiste à passer à un second palier d'HR au milieu du maintien de la charge quasi-nulle. Ces différentes étapes sont répétées pour chaque niveau d'HR.

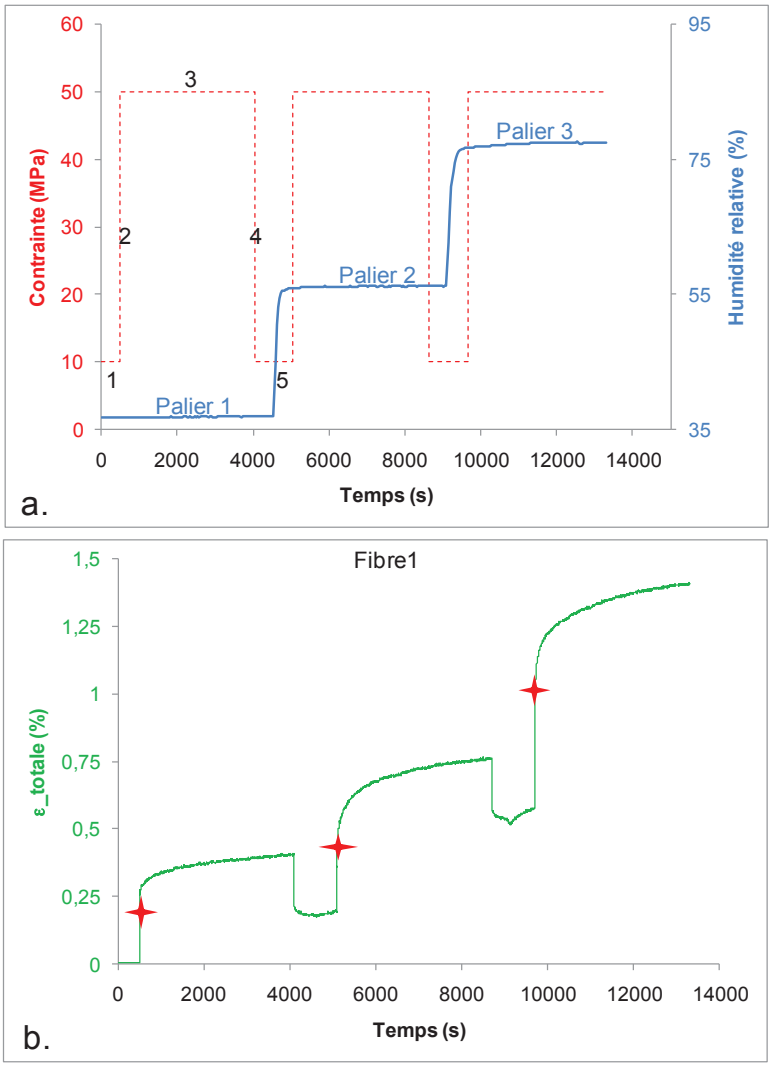


Figure 5-4 : Charge-décharge appliquée, HR en fonction du temps (a.), déformation résultante en fonction du temps (b.)

En appliquant cette procédure sur une fibre élémentaire, la déformation résultante est présentée sur Figure 5-4 (b). Ce résultat met encore en évidence l'existence de déformations irréversibles significatives pour l'ensemble des HR testées. Les croix rouge sur la figure indiquent la fin de la réponse instantanée et le début de la réponse différée.

Afin d'étudier plus finement l'effet de l'HR sur le comportement différé, les déformations totales résultantes pour chaque niveau d'HR sont représentées sur la Figure 5-5. Cette représentation met en évidence l'influence de l'HR sur l'amplitude des réponses en fluage.

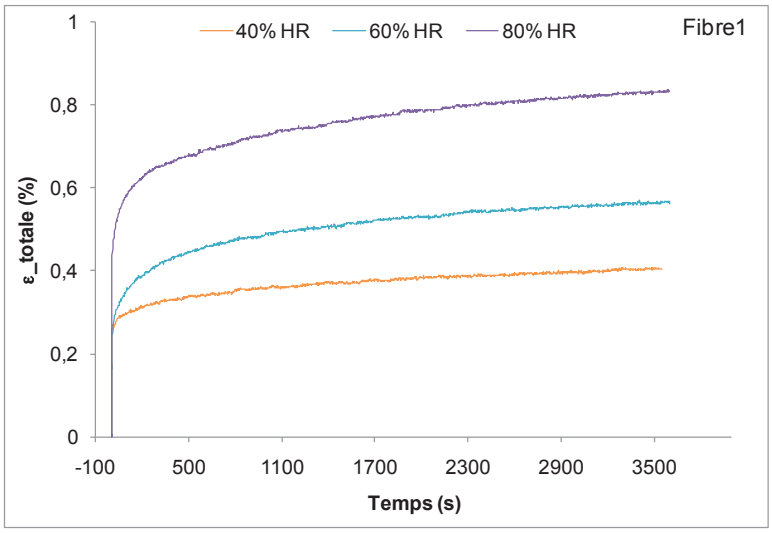


Figure 5-5 : Evolution des déformations totales résultantes du chargement en fluage pour différents niveaux d'HR en fonction du temps

En soustrayant la réponse instantanée à la réponse totale, la réponse différée pour chaque niveau d'HR est ainsi représentée sur la Figure 5-6. Ce résultat montre à la fois l'effet de l'HR sur la déformation différée, et semble décrire une relation proportionnelle entre l'amplitude de la déformation différée et le niveau d'HR. En procédant à une normalisation des déformations différées ici également l'effet de l'HR est observé sur les vitesses de fluage primaire et secondaire comme l'indique la Figure 5-7 (a,b).

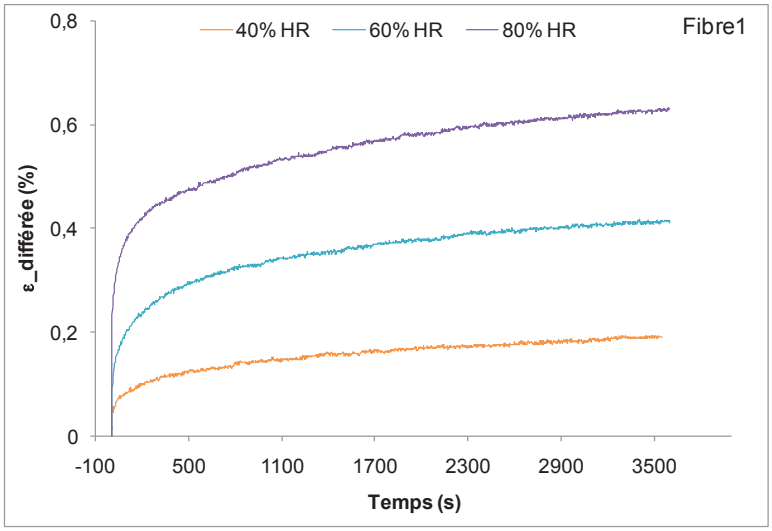


Figure 5-6 : Déformations différées aux différents niveaux d'HR sur une fibre élémentaire

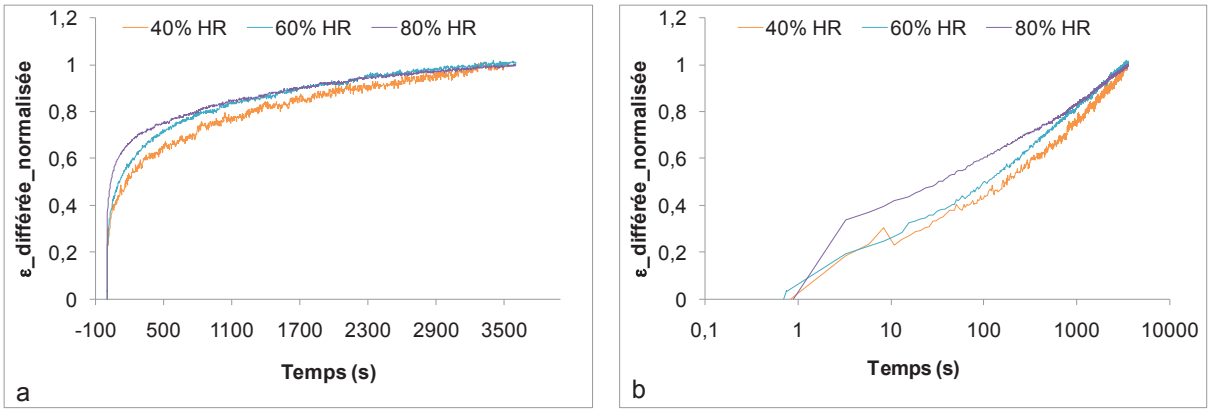


Figure 5-7 : Déformation différée normalisée échelle temporelle linéaire (a) ; échelle logarithmique (b)

Afin de valider les résultats et les tendances obtenus sur cette fibre et de vérifier la reproductibilité des résultats, ce protocole expérimental a été répété sur deux autres fibres. Les réponses de ces deux fibres en déformation différée sont présentées sur Figure 5-8, une représentation des déformations différées normalisées est également présentée en échelle linéaire et logarithmique des temps sur la Figure 5-9.

Le Tableau 5.2 synthétise les données collectées sur les trois fibres testées.

	40% HR			60% HR			80% HR		
	Fibre1	Fibre2	Fibre3	Fibre1	Fibre2	Fibre3	Fibre1	Fibre2	Fibre3
E_0-charge (GPa)	18	21	5	19	19	17	17	18	16
E_0-décharge (GPa)	21	27	18	21	28	17	-	-	-
ε_inst (%)	0.214	0.213	1.357	0.167	0.277	0.219	0.204	0.252	0.227
ε_diff (%)	0.191	0.154	0.434	0.395	0.287	0.557	0.631	0.497	0.695

Tableau 5.2 : Module d'Young apparent instantané (charge/décharge), Déformation instantanée, Déformation différée pour chaque niveau d'HR

Les résultats du tableau montrent une faible variation du module apparent initial (charge/décharge) en fonction du niveau d'HR, excepté le module de charge sur la fibre3 où une faible valeur a été déterminée à 40% d'HR. Cependant les résultats sur les déformations différées montrent une croissance de l'amplitude des déformations en fonction du niveau d'HR pour chacune des fibres testées. En effet, plus le niveau d'HR est élevé, plus l'amplitude de la déformation différée est grande (Figure 5-8). En procédant à une normalisation des déformations différées, une représentation est ainsi donnée en échelle temporelle linéaire et logarithmique sur les deux autres fibres testées sur la Figure 5-9. Ces représentations mettent en évidence, l'effet de l'HR sur l'amplitude des déformations différées mais également sur les vitesses de fluage primaire et secondaire.

Les différents résultats exposés ici ont permis d'observer l'influence de l'HR sur la réponse instantanée, différée et les vitesses de fluage primaire et secondaire. Cependant cette caractérisation déterministe ne permet pas de dissocier la contribution du chargement et de la sorption d'eau sur la réponse en déformation de la fibre.

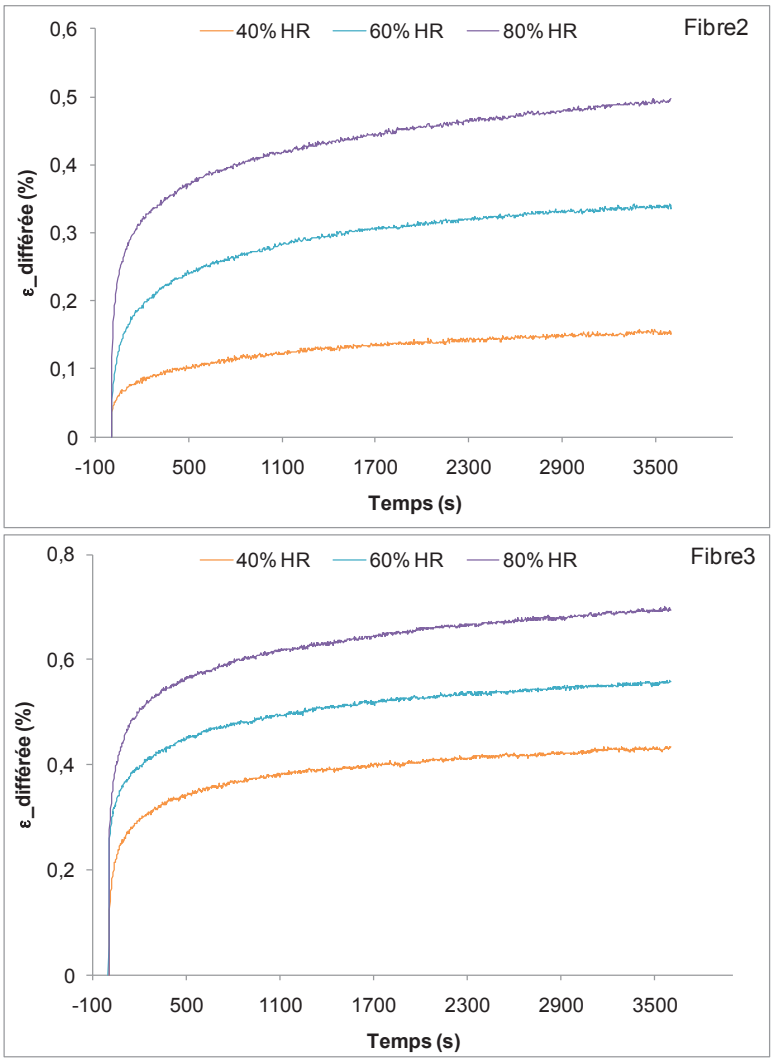


Figure 5-8 : Déformation différée pour chaque niveau d'HR en fonction du temps sur trois fibres différentes

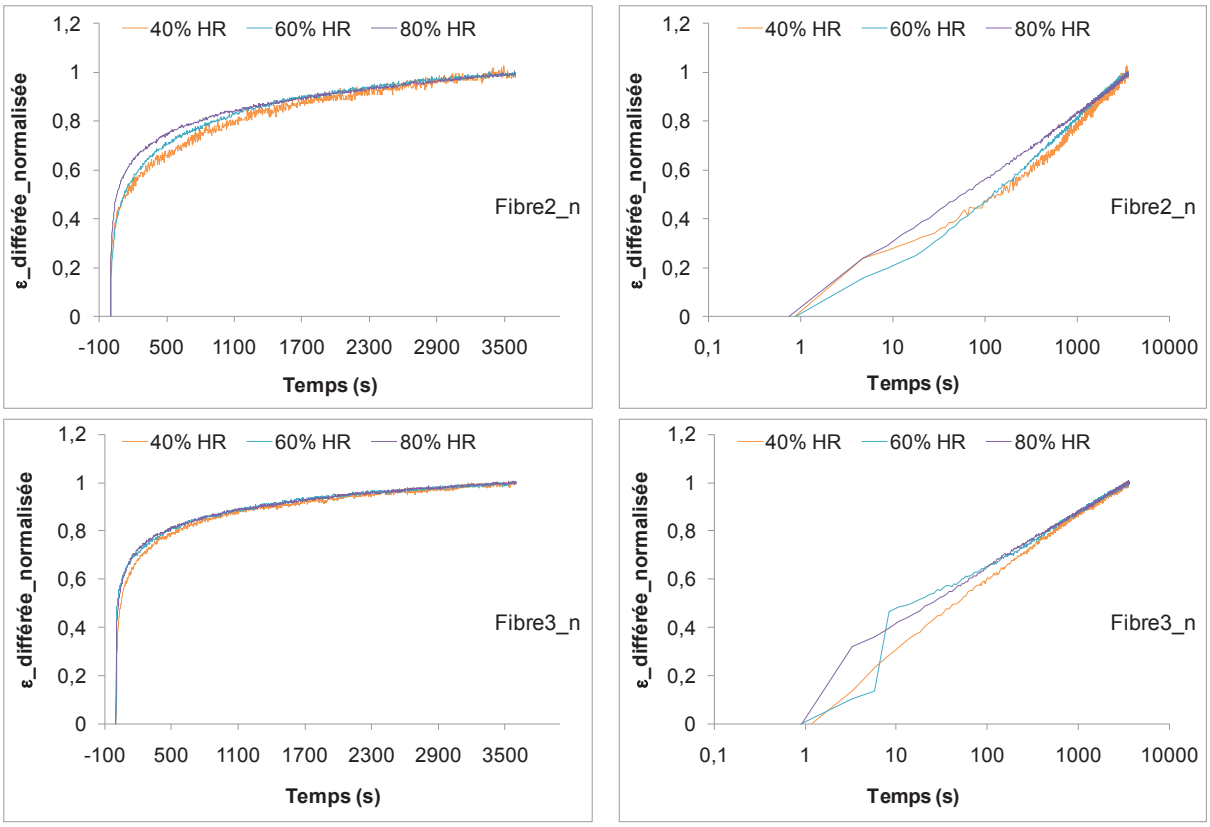


Figure 5-9 : Déformations différées normalisées échelle temporelle linéaire (gauche) ; échelle logarithmique (droite)

5.3.3 Comportement différé sous climat variable

Dans cette partie de notre travail, plusieurs fibres ont été testées sous climat variable et plus exactement soumises à des variations cycliques d'HR sous conditions thermomécaniques constantes $(\sigma = 50 \pm 2MPa, \mathrm{T} = 24 \pm 1.5°C)$. Deux essais ont été réalisés à deux vitesses d'humidification, à savoir 8 et 20% HR/min. Les résultats sont présentés respectivement sur la Figure 5-10 et sur la Figure 5-11.

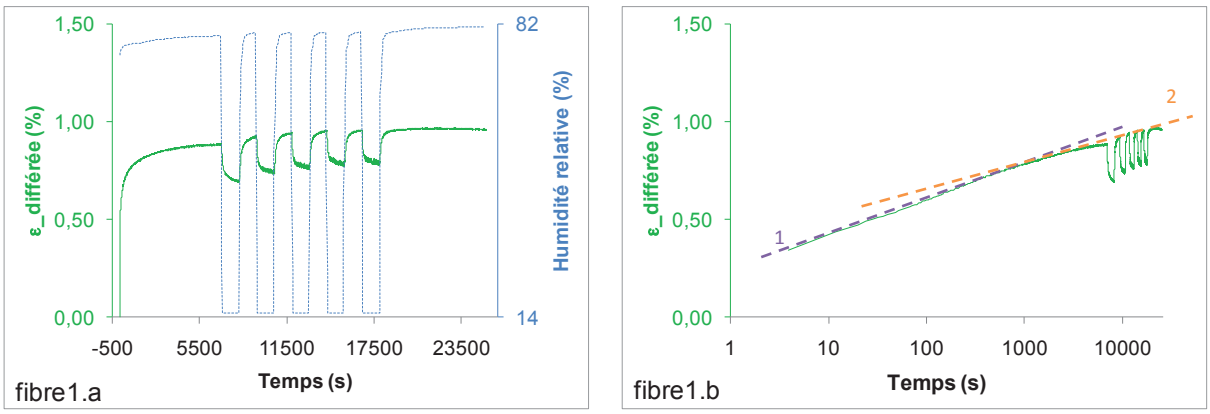


Figure 5-10 : Fluage mécanosorptif à vitesse d'humidification 8%HR/min, échelle temporelle linéaire (a) ; échelle logarithmique (b)

Sur la fibre 1 en échelle temporelle linéaire (Figure 5-10 fibre1.a), l'HR est maintenue constante à 80% pendant 6 000s, puis 5 cycles de variation d'HR allant de 15 à 80% pour une vitesse moyenne d'humidification de *8%HR/min* sont appliqués, et enfin un palier à 80% d'HR est maintenu pendant 6 000s.
En utilisant la représentation de la déformation différée en fonction du logarithmique des temps (Figure 5-10 fibre1.b), il est possible d'observer une légère diminution de la vitesse secondaire au cours du temps. Le cyclage en HR, induit naturellement des variations de déformation. Néanmoins, l'enveloppe des déformations maximales reste dans la tendance et, après, l'évolution de la déformation au cours du temps s'inscrit dans cette même tendance.

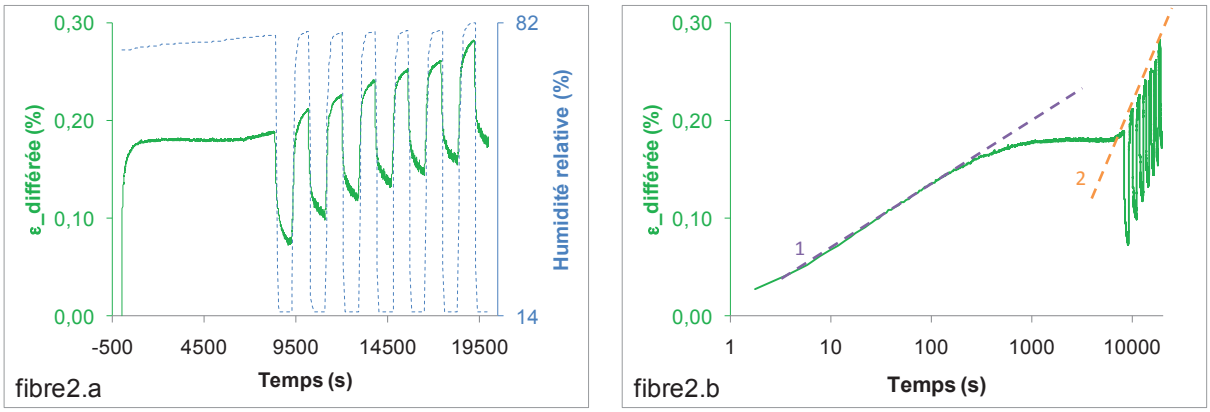


Figure 5-11 : Fluage mécanosorptif à vitesse d'humidification 20%HR/min, échelle temporelle linéaire (a) ; échelle logarithmique (b)

Pour le deuxième test (Figure 5-11 fibre2.a), l'HR est maintenue constante à 80% pendant 9 000s, puis 6 cycles de variation d'HR allant de 15 à 80% pour une vitesse moyenne d'humidification de *20%HR/min* sont appliqués. Ce test est réalisé sur une fibre différente de celle utilisée pour le test 1.
Contrairement au cas précédent, ici une accélération significative du fluage est observée après une variation cyclique d'HR à une vitesse moyenne d'humidification de *20%HR/min* (Figure 5-11 fibre2.b).

Compte tenu de la forte variabilité du comportement des fibres végétales, cette accélération du fluage observée seulement à vitesse d'humidification élevée pourrait être due à une différence de comportement inter-fibre. Pour lever cette ambiguïté, une même et seule fibre a été soumise à des variations cycliques d'HR à deux vitesses d'humidification différentes sous les mêmes conditions thermomécaniques que précédemment (Figure 5-12).

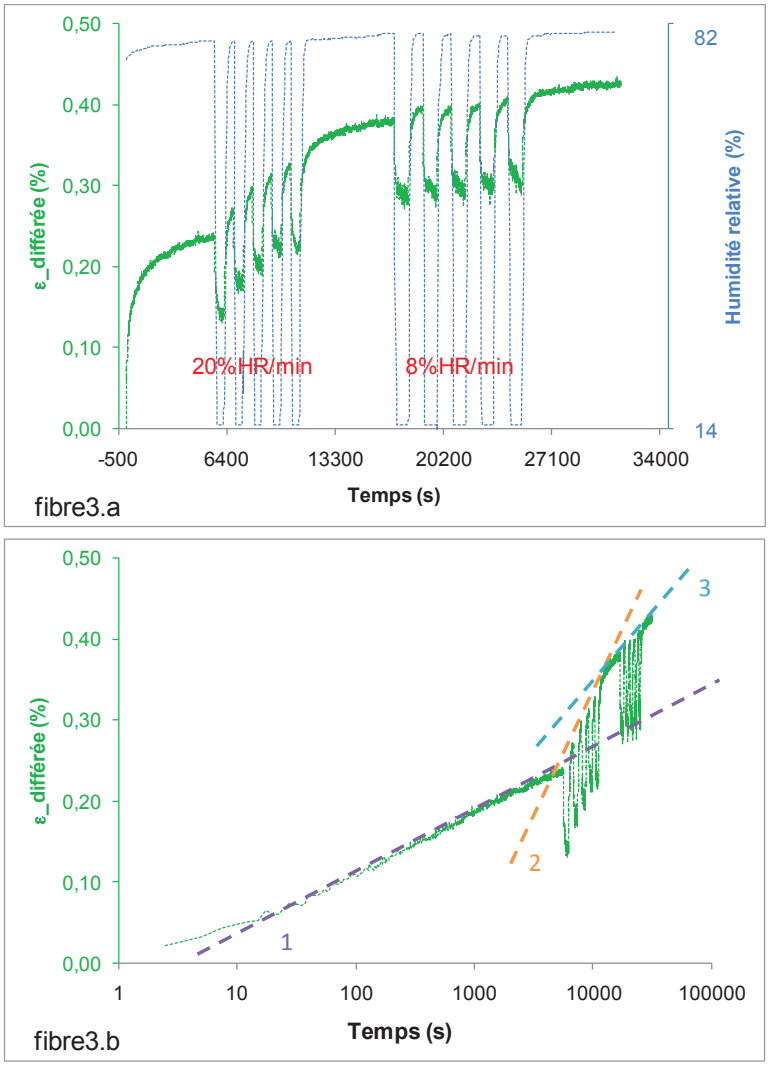


Figure 5-12 : Fluage mécanosorptif à deux vitesses d'humidification (20 et 8%HR/min) sur une même fibre échelle linéaire temporelle (a), échelle logarithmique (b)

Pour ce test (Figure 5-12 fibre3.a), l'HR est maintenue constante à 80% pendant 6 000s, puis 5 cycles de variation d'HR allant de 15 à 80% pour une vitesse moyenne d'humidification de *20% HR/min* sont appliqués, ensuite un palier à 80% d'HR est maintenu pendant 5 000s, puis 5 cycles de variation d'HR allant de 15 à 80% pour une vitesse moyenne d'humidification de *8% HR/min* sont appliqués de nouveau, et enfin un palier à 80% d'HR est maintenu pendant 5 000s.
A l'issu de cet essai, les trois pentes identifiées en représentation logarithmique des temps (Figure 5-12 fibre3.b) montrent clairement que les différences observées sur les fibre1 et 2 ne sont pas dues à une différence de comportement inter-fibre, et que l'accélération du fluage n'apparait que pour les vitesses d'humidification élevées.

Ces différents tests présentés ci-dessus ont permis de mettre en évidence l'existence d'une accélération du fluage sur les fibres élémentaires de chanvre. Cette accélération a été observée sur les fibres élémentaires issues du bois quelque soit le niveau de chargement (Olsson et al., 2006). Sur d'autres fibres comme le Kevlar, Ramie, ou le Nylon 6-6 les travaux de Habeger et al. (Habeger et al., 2001) montrent l'existence d'une accélération de fluage après une variation cyclique d'HR.

Pour mieux comprendre l'origine de ce phénomène, Dong et al. (Dong et al., 2009) proposent des hypothèses basées sur une relation possible entre l'accélération du fluage et l'angle des microfibrilles (AMF). Ils montrent que si l'angle entre les microfibrilles et l'axe de la fibre est grand, une variation cyclique d'HR induit un faible impact sur le comportement différé des fibres. Dans notre cas, l'accélération ou non du fluage étant observée sur une même et seule fibre, cette hypothèse basée sur les différences d'AMF n'est pas plausible.

Dans le cadre de nos résultats, un scénario basé sur les hypothèses du « gradient » (Habeger and Coffin, 2000) a été retenu (Figure 5-13). Ces hypothèses stipulent, qu'une variation d'HR élevée peut induire un fort gradient de teneur en eau dans la paroi cellulaire de la fibre. Plus la vitesse d'humidification est grande, plus le gradient dans la paroi cellulaire est fort. Ce fort gradient d'HR pourrait induire un gradient de contraintes. A l'échelle des microfibrilles, ce gradient de contraintes peut provoquer des glissements relatifs. Ces glissements peuvent expliquer l'accélération de fluage observée expérimentalement sur les fibres de chanvre.

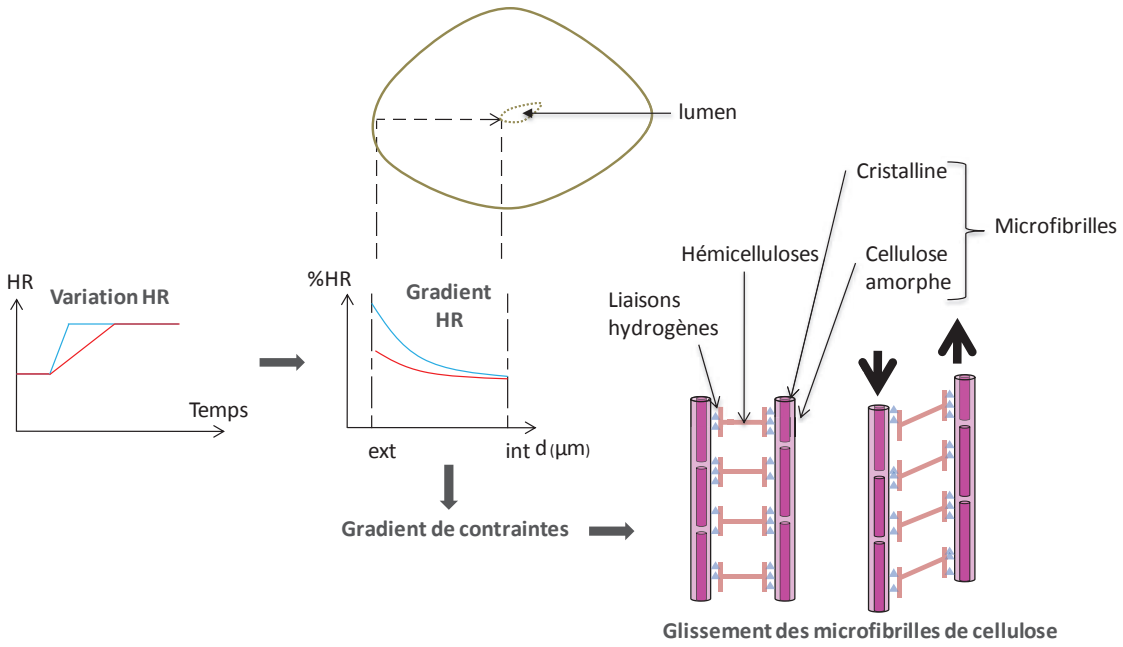


Figure 5-13 : Illustration schématique de l'effet d'une variation d'HR à l'échelle de la paroi cellulaire des microfibrilles

5.4 Influence du chargement sur le comportement différé

Dans cette partie de notre travail, l'influence du niveau de chargement sur le comportement différé des fibres a été étudiée sous conditions environnementales contrôlées. Une approche déterministe a été utilisée ici également. Plusieurs fibres ont été testées sous différents paliers de chargement et sous mêmes conditions hygrothermiques, afin de vérifier la reproductibilité des résultats.

5.4.1 Niveau de contrainte

Deux des essais réalisés sur des fibres de quelques microns de diamètre moyen extérieur et de longueur utile 10 mm sont présentés sur la Figure 5-14. Sur les fibres a et b des paliers de chargement à incréments de 50 MPa ont été appliqués tous les 10 000s sous des conditions hygrothermiques constantes (HR= 50 ± 2.5% ; T= 23 ± 1.5°C).

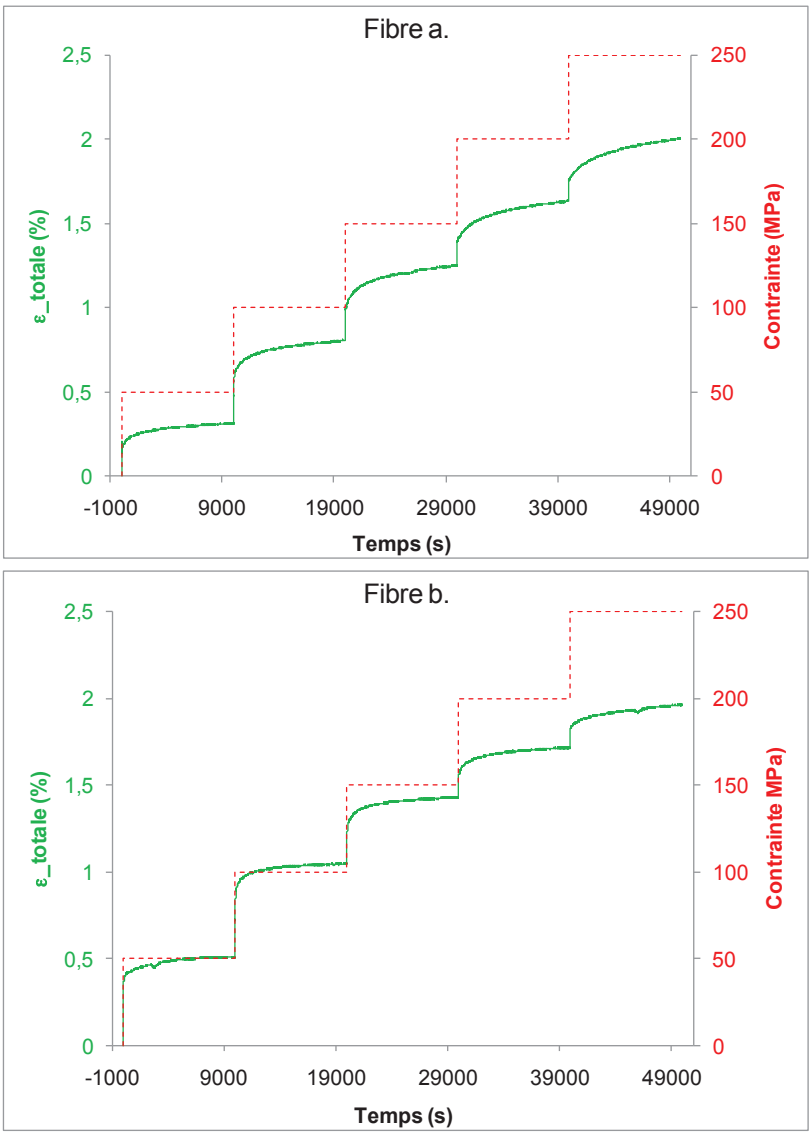


Figure 5-14 : Essais de fluage à différents niveaux de chargement (HR=50 ± 2.5%; T=23 ± 1.5°C)

Les déformations résultantes pour chaque palier de chargement des différentes fibres sont présentées sur la Figure 5-15 après un recalage en temps et déformation. Une synthèse des différentes grandeurs déterminées à partir de ces essais est également donnée dans le Tableau 5.3.

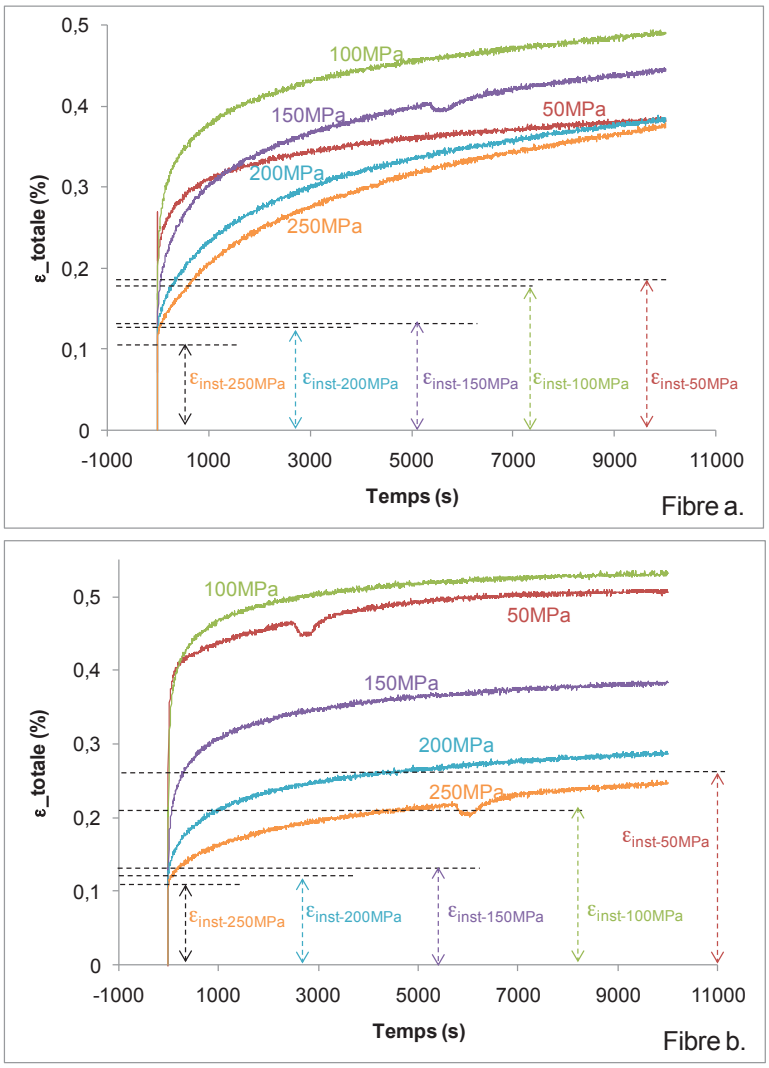


Figure 5-15 : Déformations totales des différents niveaux de chargement

		Niveau de chargement (MPa)				
		50	100	150	200	250
E_0 (GPa)	Fibre a	27	30	37	41	43
	Fibre b	16	22	36	37	42
ε_inst (%)	Fibre a	0.185	0.169	0.125	0.124	0.117
	Fibre b	0.264	0.213	0.131	0.128	0.110
ε_diff_3600s (%)	Fibre a	0.165	0.27	0.254	0.188	0.174
	Fibre b	0.213	0.295	0.222	0.129	0.093
ε_diff_10 000s (%)	Fibre a	0.199	0.322	0.319	0.257	0.262
	Fibre b	0.242	0.319	0.252	0.158	0.137

Tableau 5.3 : Module d'Young apparent instantané, Déformation instantanée, Déformation différée (3 600s et 10 000s) pour chaque niveau de contrainte

Les résultats du tableau montrent sur les deux fibres testées une augmentation du module instantané tangent en fonction du niveau de chargement. Cette rigidification des fibres sous contrainte a été observée en traction quasi-statique dans le chapitre 2, et a été attribuée à une possible réorientation des microfibrilles plus une cristallisation des parties amorphes pour les niveaux de chargement élevés.

Une diminution de la déformation instantanée en fonction du niveau de chargement est par conséquent observée sur les deux fibres.

Les déformations différées ont été étudiées en particulier à deux temps à 3 600 et à 10 000s. Les résultats présentés dans le tableau montrent une dispersion au niveau de l'amplitude des déformations différées en fonction du niveau de chargement quelque soit le temps considéré. Une normalisation des déformations différées a été effectuée pour chaque niveau de chargement sur les deux fibres. Le résultat de cette normalisation est présenté à la fois en échelle temporelle linéaire et en échelle logarithmique des temps sur la Figure 5-16.

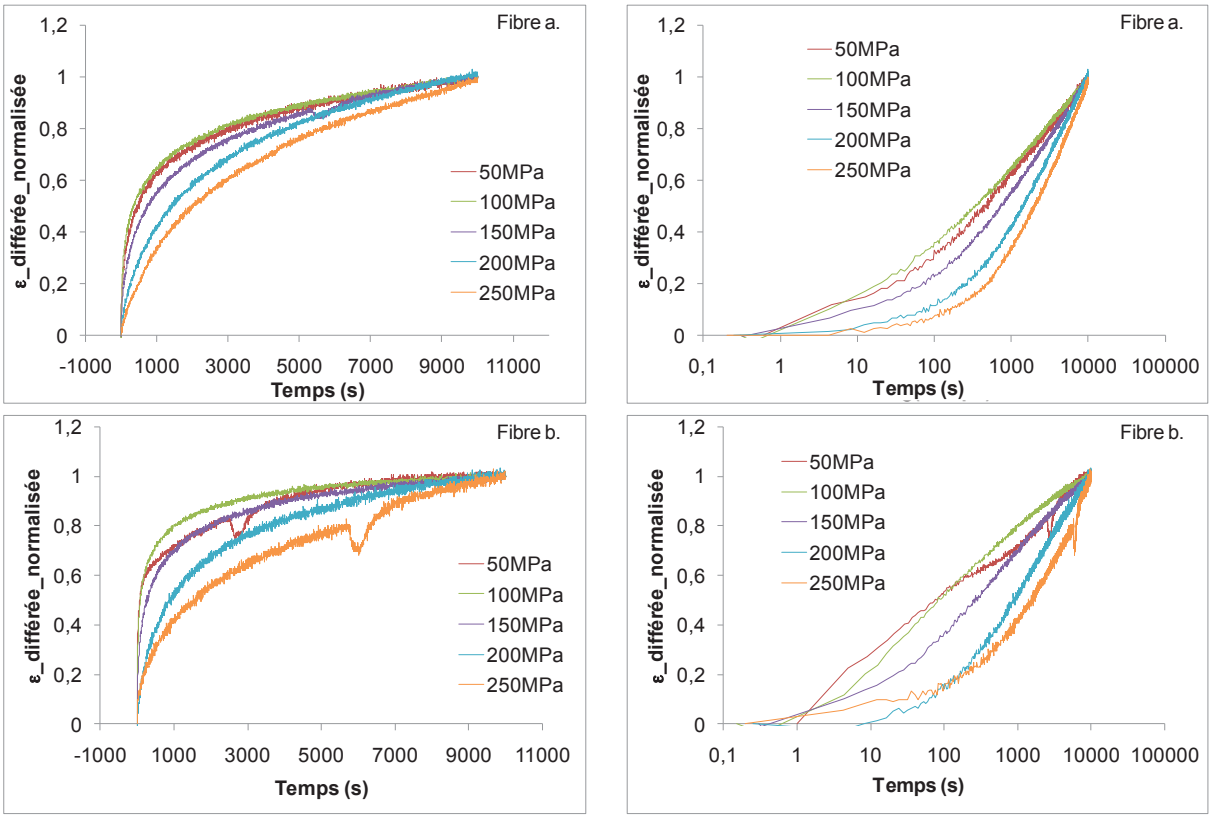


Figure 5-16 : Déformations différées des différents niveaux de chargement

Les résultats observés sur les Fibres a et b, mettent également en évidence une dispersion au niveau du comportement du fluage primaire et secondaire. La représentation des déformations différées normalisées en fonction du logarithme des temps (Fibre a, Fibre b) montre une évolution non-linéaire du comportement différé des fibres quelque soit le niveau de chargement sur les deux fibres. Cette évolution non-linéaire semble davantage accentuée sur les niveaux de chargement les plus élevés.

Il apparait clairement que le comportement différé des fibres de chanvre est non-linéaire à la fois en fonction du temps et également en fonction du niveau de contrainte. Pour chaque niveau de

contrainte considéré pour la fibre (a), nous observons une augmentation de la vitesse de fluage secondaire en fonction du logarithme du temps.
Cette accélération est d'autant plus marquée que le niveau de contrainte est élevé.
Pour la fibre (b), ce comportement est observé seulement au delà de 150 MPa.

5.4.2 Comportement différé sous chargements mécaniques cycliques

Dans cette partie, le comportement différé des fibres sous un chargement mécanique cyclique a été étudié sous conditions hygrothermiques contrôlées. Pour mener cette investigation, deux types d'essais effectués sur plusieurs fibres sont présentés et détaillés ci-après.

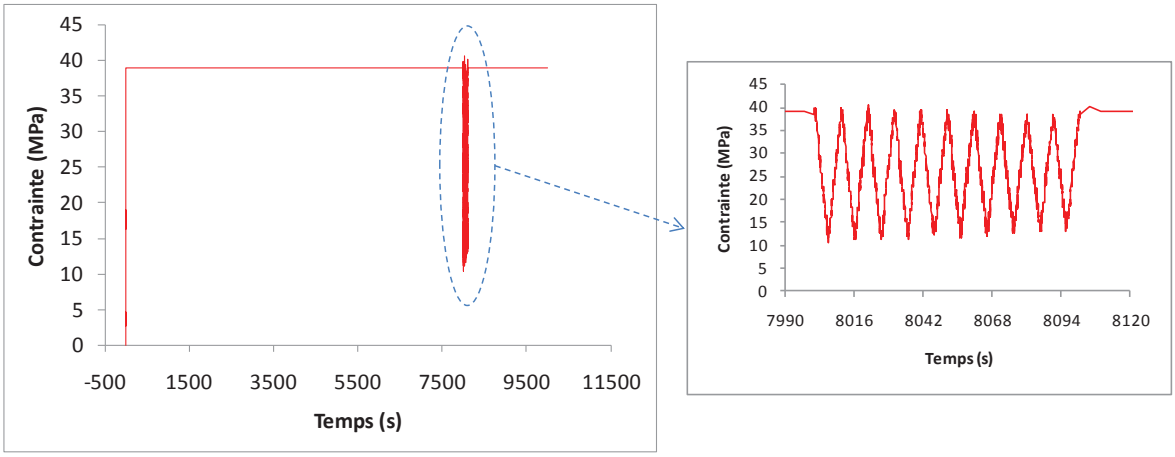


Figure 5-17 : Chargement mécanique cyclique 1

L'essai n°1 présenté sur la Figure 5-17, consiste à appliquer une rampe qui rapportée en contrainte équivaut à 40 MPa/s, puis un palier est maintenu pendant 7 000s, ensuite 10 cycliques allant de 40 à 10 MPa avec une vitesse moyenne de 40 MPa/s sont appliqués, et enfin un palier de 40 MPa est maintenu pendant 2 000s.
En procédant ainsi sur une fibre élémentaire, la déformation différée résultante est présentée Figure 5-18.

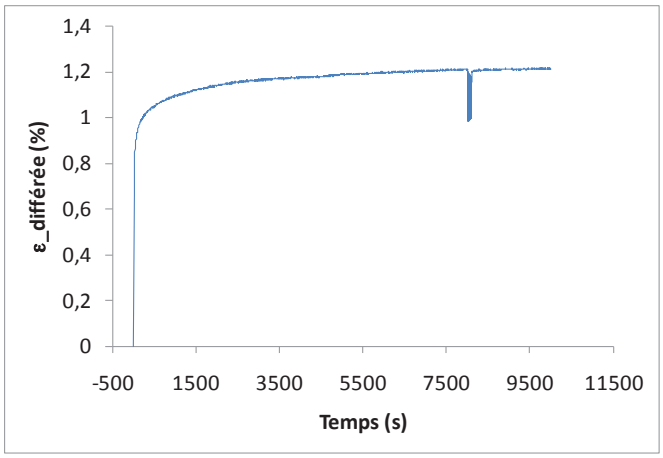


Figure 5-18 : Déformation différé résultante du chargement mécanique cyclique

Ce chargement cyclique n'induit pas de changement dans l'évolution de la déformation différée au cours du temps.

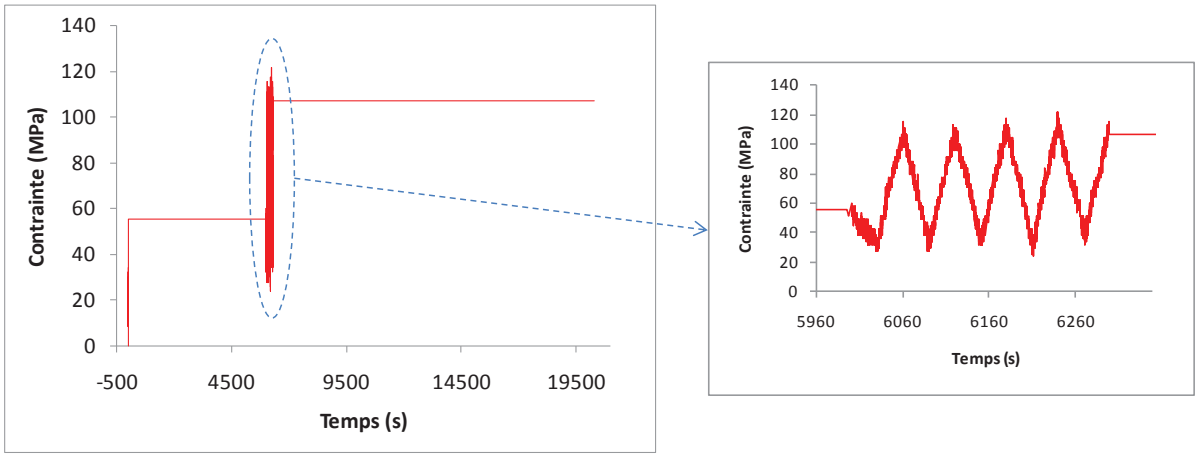


Figure 5-19 : Chargement mécanique cyclique 2

L'essai n°2 présenté sur la Figure 5-19, consiste à appliquer une rampe qui rapportée à la contrainte correspond à environ 60 MPa/s, puis un palier est maintenu pendant 5 000s, ensuite 4 cycliques allant de 30 à 110 MPa avec une vitesse moyenne de 60 MPa/s sont appliqués, et enfin un palier de 110 MPa est maintenu pendant 13 000s.
En procédant ainsi également sur une fibre, la déformation différée résultante est présentée à la fois en échelle linéaire temporelle et en échelle logarithmique des temps sur la Figure 5-20 (a, b).

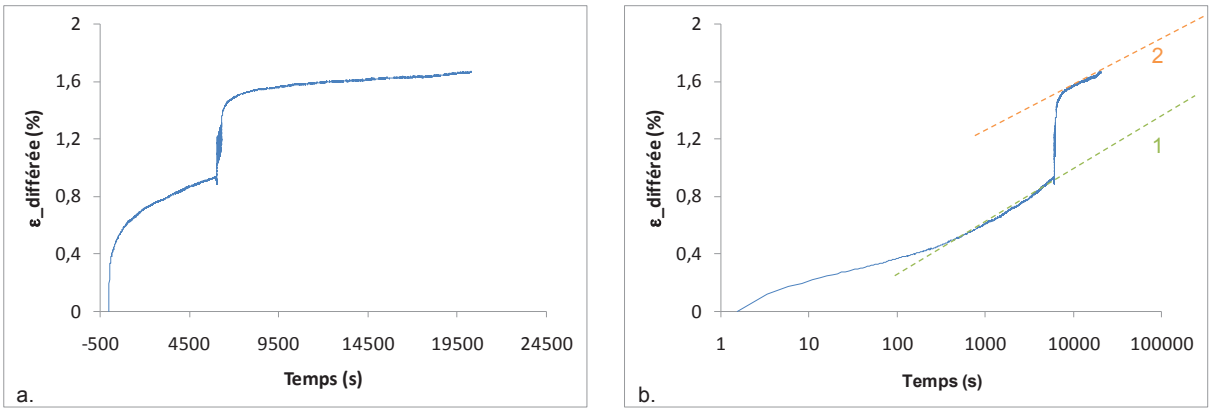


Figure 5-20 : Déformation différée résultante du chargement mécanique cyclique 2

Le résultat observé sur la Figure 5-20 (a) montre clairement une différence significative des vitesses de fluage secondaire avant et après une variation cyclique en chargement. La représentation en échelle logarithmique des temps a permis d'identifier deux pentes finales qui indiquent une faible différence. Ce résultat a été observé sur d'autres fibres végétales, avec une vitesse de fluage secondaire réduite après un cyclage en chargement mécanique (Habeger et al., 2001).

La réponse des fibres sur ces deux types d'essai a été observée sur d'autres fibres testées dans nos travaux, et a permis de conclure dans cette partie de notre investigation qu'une variation cyclique de chargement avec ou sans dépassement du niveau de chargement initial appliqué, n'entraine pas une accélération de fluage sur le comportement différé des fibres.

5.5 Conclusions

Dans ce dernier chapitre du manuscrit, nous avons proposé une étude sur le comportement différé des fibres élémentaires de chanvre sous chargement et environnement variables.

A l'aide d'essais de fluage réalisés sur des mêmes fibres pour plusieurs niveaux d'HR, un effet significatif de l'HR a été observé sur le niveau des déformations instantanées, différées, ainsi que les vitesses de fluage primaire et secondaire des fibres. Cependant comme nous l'avons déjà évoqué, ce type de caractérisation ne permet pas de découpler les effets du chargement et ceux de la sorption d'eau.

Une accélération du fluage des fibres a été également montrée dans ces travaux, pour des vitesses d'humidification élevées (20% HR/min). Cette accélération du fluage a été attribuée à un gradient de contrainte induit par un fort gradient de teneur en eau dans la paroi cellulaire.

L'influence du niveau de chargement sur le comportement différé des fibres a été également étudiée dans cette partie de notre travail. Les résultats ont montré un effet significatif du niveau de chargement sur les déformations instantanées, différées et sur les vitesses de fluage primaire et secondaire des fibres testées. Une hausse du module tangent initial en fonction du chargement a été également observée, témoignant du comportement non-linéaire des fibres observé dans les travaux précédent.

Les essais de cyclage mécanique pendant fluage n'ont montré aucun effet sur la vitesse du fluage lorsque le chargement cyclique est maintenu en dessous du niveau de chargement initial. Cependant, lorsque le cyclage mécanique dépasse le niveau de chargement initialement appliqué, une réduction de la vitesse du fluage secondaire a été observée.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif de ces travaux de thèse était d'apporter des éléments de compréhension sur le comportement thermo-hygro-mécanique des fibres libériennes issues du chanvre et de construire une base de données sur les propriétés associées. Ces sollicitations physiques et mécaniques sont rencontrées par les fibres végétales à la fois lors des étapes des procédés de transformation et fabrication des composites et également en service.

Les stratégies expérimentales mises en œuvre ont été adoptées parfois sur des lots de fibres avec un traitement statistique de l'information, et d'autres fois, à l'aide d'essais multi-sollicitations, combinant chargement mécanique et environnemental sur une seule et même fibre. Cette caractérisation, dite déterministe, a été appliquée en particulier lorsque la dispersion dans les données collectées sur des lots de fibres était trop grande pour dégager une tendance ou identifier l'influence d'un paramètre sur le comportement ou les propriétés des fibres. La plus grande difficulté rencontrée dans les essais multi-sollicitations réside dans le découplage des contributions, quelles soient mécano-sorptives ou thermo-hydriques.

Les principaux résultats collectés sur le comportement et au niveau des propriétés mécaniques sont synthétisés ci-dessous.

Trois types de comportement ont été observés en traction dont un fortement non-linéaire et majoritaire. Ce comportement est dominant lorsque l'HR est élevé et est minoritaire pour des températures élevées. Une forte rigidification des fibres sous chargement mécanique cyclique a été observée. Il a également été montré que les déformations résiduelles accumulées au cours des cycles de chargement sont partiellement réversibles au cours du temps.
Les observations *in-situ* sous microscope optique LMP ont montré à la fois une disparition des zones de dislocations pour un niveau de chargement élevé, et à la fois une réapparition de ces zones au bout de quelques temps après déchargement, témoignant ainsi de variation de l'AMF sous chargement de traction, et de la mise en jeu de phénomènes viscoélastiques.
L'influence de l'HR sur le comportement à rupture des fibres a été mise en évidence grâce à des observations MEB. Les résultats ont montré une rupture de type fragile pour les niveaux d'HR faibles et une rupture plutôt de type ductile des fibres pour des HR élevées.
Les réponses en fluage des fibres ont montré également trois types de comportement, avec une diminution de la vitesse de fluage primaire plus ou moins rapide, témoignant de différences au niveau des constantes de temps caractéristiques. Le modèle viscoélastique anisotrope retenu pour décrire les fonctions de fluage a permis de quantifier cette différence, avec des constantes de temps variant d'un facteur 100 (de 5 à 500 sec environ) pour les courbes-types extrêmes.
Un effet significatif de l'HR et/ou du niveau de chargement a été observé sur le comportement différé des fibres. Une accélération de la vitesse de déformation des fibres a été mise en évidence pour des vitesses d'humidification élevées.
Les résultats d'un cyclage mécanique sur le comportement différé des fibres n'ont montré aucun effet sur la vitesse du fluage lorsque le chargement cyclique est maintenu en dessous du niveau de chargement initial. Cependant, lorsque le cyclage mécanique dépasse le niveau de chargement initialement appliqué, une réduction de la vitesse du fluage secondaire a été observée.

Au niveau des propriétés mécaniques, une grande variabilité a été observée lorsque l'étude s'est portée sur des lots contenant de nombreuses fibres. Grâce à des représentations statistiques,

certaines lois ont pu être identifiées pour décrire fidèlement les distributions des propriétés mécaniques mesurées.
L'influence de l'HR sur l'allongement à rupture n'est pas statistiquement significative. La résistance des fibres décroit pour les HR inférieures et supérieures à 50%. La dispersion et l'évolution de la résistance avec le diamètre sont peu affectées par l'HR.
Le module d'Young final augmente avec l'HR, alors que le module de rigidité initial diminue. Ce phénomène est attribué aux mécanismes de relaxation des zones amorphes et du redressement progressif des microfibrilles sous sollicitation de traction. La diminution du module de rigidité initial a été estimée aux environs de 15% pour des HR allant de 10 à 80%. En considérant un coefficient d'hygro-expansion d'environ 0.25, les résultats ont montré que cette chute atteint une valeur d'environ 42% pour les mêmes plages d'HR.
La température et le temps d'exposition des fibres à des températures élevées ont montré un effet significatif sur les propriétés mécaniques. La caractérisation statistique des fibres effectuée, a montré une chute drastique de la rigidité des fibres pour des températures allant de 50 à 150°C. Une diminution importante des performances mécaniques en fonction du temps d'exposition des fibres à une température de 200°C a été observée.

De nombreux travaux restent encore à réaliser pour accéder à une compréhension et à une caractérisation complète du comportement thermo-hygro-mécanique des fibres végétales. Ce travail a permis de recenser quelques points importants sur lesquels des efforts doivent être consentis. Il s'agit en particulier :

- Détermination expérimentale des coefficients d'hygro-expansion. Ces données sont cruciales et requièrent des développements expérimentaux dédiés pour être collectées.
- Découplage des contributions thermiques et hydriques lors d'essais de caractérisation à haute température (200-250°C). Le contrôle de l'humidité est particulièrement compliqué dans ces gammes de température.
- Pour la rigidité des fibres, hormis la prise en compte des imprécisions au niveau de la détermination de la section utile, élément relativement bien traité dans les travaux récents de la littérature, il apparait nécessaire, compte tenu de la non-linéarité des courbes de traction, de dissocier le module élastique initial du module tangent final.
- L'influence de l'HR sur le comportement et les propriétés a été évaluée pour des temps d'exposition courts. La question des effets d'expositions prolongées (avec et sans variation sur la période d'exposition) reste centrale dans l'optique de valorisation des fibres dans des applications sur le long-terme.

Références bibliographiques

Abot, A. (2010). Caractérisation des fibres longues de chanvre (*Cannabis sativa*) en vue de leurs utilisations dans des matériaux composites. Université de Poitiers.

Aslan, M., Chinga-Carrasco, G., Sørensen, B.F., and Madsen, B. (2011). Strength variability of single flax fibres. Journal of Materials Science *46*, 6344–6354.

Astley, O.M., and Donald, A.M. (2003). The tensile deformation of flax fibres as studied by X-ray scattering. Journal of Materials Science *38*, 165–171.

Baley, C. (2002). Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *33*, 939–948.

Baley, C., Morvan, C., and Grohens, Y. (2005). Influence of the Absorbed Water on the Tensile Strength of Flax Fibers. Macromol. Symp 195–202.

Baley, C., Le Duigou, A., Bourmaud, A., and Davies, P. (2012). Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *43*, 1226–1233.

Bardet, S. (2001). Comportement thermoviscoélastique transverse du bois humide. Université Montpellier II.

Blake, A.W., Marcus, S.E., Copeland, J.E., Blackburn, R.S., and Knox, J.P. (2008). In situ analysis of cell wall polymers associated with phloem fibre cells in stems of hemp, Cannabis sativa L. Planta *228*, 1–13.

Bodros, E., and Baley, C. (2008). Study of the tensile properties of stinging nettle fibres (Urtica dioica). Materials Letters *62*, 2143–2145.

Bodros, E., Pillin, I., Montrelay, N., and Baley, C. (2007). Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications? Composites Science and Technology *67*, 462–470.

Bonatti, P.M., Ferrari, C., Focher, B., Grippo, C., Torri, G., and Cosentino, C. (2004). Histochemical and supramolecular studies in determining quality of hemp fibres for textile applications. Euphytica *140*, 55–64.

Bos, H.L. (2004). The potential of flax fibres as reinforcement for composite materials (Technische Universiteit Eindhoven).

Boubakar, M.L., Trivaudey, F., Perreux, D., and Vang, L. (2002). A meso–macro finite element modelling of laminate structures: Part I: time-independent behaviour. Composite Structures *58*, 271–286.

Boubakar, M.L., Vang, L., Trivaudey, F., and Perreux, D. (2003). A meso–macro finite element modelling of laminate structures. Composite Structures *60*, 275–305.

Bourmaud, A. (2011). Contribution à l'étude multi-echelles de fibres végétales et de biocomposites. Universite de Bretagne Sud.

Bourmaud, A., and Baley, C. (2009). Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. Polymer Degradation and Stability *94*, 297–305.

Bourmaud, A., Morvan, C., and Baley, C. (2010). Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber. Industrial Crops and Products *32*, 662–667.

Bourmaud, A., Keryvin, V., Charleux, L., and Baley, C. (2011). Approche du comportement viscoélastique d'une fibre de lin par analyse du recouvrement d'empreintes de nanoindentation. Comptes-Rendus Des 17èmes Journées Nationales Sur Les Composites (JNC17).

Burgert, I. (2006). Exploring the micromechanical design of plant cell walls. American Journal of Botany *93*, 1391–1401.

Carbillet, S. (2005). Contribution aux calculs fiabilistes sur des structures composites. Université de Franche-Comté.

Célino, A. (2013). Contribution à l'étude du comportement hygro-mécanique de fibres végétales. Université de Nantes.

Charlet, K. (2008). Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin: relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. Université de Caen / Basse Normandie.

Charlet, K., Baley, C., Morvan, C., Jernot, J.P., Gomina, M., and Bréard, J. (2007). Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *38*, 1912–1921.

Charlet, K., Jernot, J.-P., Breard, J., and Gomina, M. (2010). Scattering of morphological and mechanical properties of flax fibres. Industrial Crops and Products *32*, 220–224.

Cichocki Jr., F.., and Thomason, J.. (2002). Thermoelastic anisotropy of a natural fiber. Composites Science and Technology *62*, 669–678.

Crônier, D., Monties, B., and Chabbert, B. (2005). Structure and Chemical Composition of Bast Fibers Isolated from Developing Hemp Stem. Journal of Agricultural and Food Chemistry *53*, 8279–8289.

Dai, D. (2010). Characteristic and Performance of Elementary Hemp Fibre. Materials Sciences and Applications *01*, 336–342.

Dinh, H.M., Paris, C., Colomban, P., and Mauchamp, B. (2009). Structure, micro-et nanomécanique de fibres de soie= Structure, micro-and nanomecanics of silk fibre. Recueil Des Résumés et Comptes Rendus Des 16èmes Journées Nationales Sur Les Composites.

Dong, F., Olsson, A.-M., and Salmén, L. (2009). Fibre morphological effects on mechano-sorptive creep. Wood Science and Technology *44*, 475–483.

Duval, A., Bourmaud, A., Augier, L., and Baley, C. (2011). Influence of the sampling area of the stem on the mechanical properties of hemp fibers. Materials Letters *65*, 797–800.

Eichhorn, S.J., and Young, R.J. (2004). Composite micromechanics of hemp fibres and epoxy resin microdroplets. Composites Science and Technology *64*, 767–772.

Fan, M. (2010). Characterization and performance of elementary hemp fibres: factors influencing tensile strength. BioResources 2307–2322.

FRD (2011). Fibres et performances végétales. Solutions composites. Catalogue FRD.

Gassan, J., Chate, A., and Bledzki, A.. (2001). Calculation of elastic properties of natural fibers. Journal of Materials Science *36*, 3715–3720.

Gindl, W., Reifferscheid, M., Adusumalli, R.-B., Weber, H., Roder, T., Sixta, H., and Schoberl, T. (2008). Anisotropy of the modulus of elasticity in regenerated cellulose fibres related to molecular orientation. Polymer *49*, 792–799.

Gourier, C., Duigou, A.L., Bourmaud, A., and Baley, C. (2014). Mechanical analysis of elementary flax fibre tensile properties after different thermal cycles. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.

Habeger, C., and Coffin, D. (2000). The Role of Stress Concentrations in Accelerated Creep and Sorption-Induced Physical Aging. Pulp and Paper Technical Association of Canada *26*, 145–157.

Habeger, C., Coffin, D., and Hojjatie, B. (2001). Influence of humidity cycling parameters on the moisture-accelerated creep of polymeric fibers. J. Polym. Sci. B Polym. Phys 2048–2062.

Hill, C.A.S., Norton, A., and Newman, G. (2009). The water vapor sorption behavior of natural fibers. J. Appl. Polym. Sci 1524–1537.

Ho Thi, T.N. (2008). Etude de l'influence de la température et de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de chanvre et de coco. Québec.

Keckes, J., Burgert, I., Frühmann, K., Müller, M., Kölln, K., Hamilton, M., Burghammer, M., Roth, S.V., Stanzl-Tschegg, S., and Fratzl, P. (2003). Cell-wall recovery after irreversible deformation of wood. Nature Materials *2*, 810–813.

Keller, A. (2003). Compounding and mechanical properties of biodegradable hemp fibre composites. Composites Science and Technology *63*, 1307–1316.

Khelfa, H., Picart, P., Poilâne, C., and Mounier, D. (2013). Evaluation des propriétés élastiques transversales des fibres micrométriques par spectroscopie de resonance ultrasonore laser (L-RUS), tomographie holographique et modélisation numérique. In Journées Jeunes Chercheurs, (ISAT Nevers),.

Lefeuvre, A., Bourmaud, A., Morvan, C., and Baley, C. (2014). Elementary flax fibre tensile properties: Correlation between stress–strain behaviour and fibre composition. Industrial Crops and Products *52*, 762–769.

Li, Z., Wang, X., and Wang, L. (2006). Properties of hemp fibre reinforced concrete composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *37*, 497–505.

Liang, S. (2012). Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales: prise en compte de la variabilité des propriétés. Université de Bourgogne.

Liang, S., Gning, P.B., and Guillaumat, L. (2012). A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites. Composites Science and Technology *72*, 535–543.

Maire, J.-F. (1992). Etudes théorique et expérimentale du comportement de matériaux composites en contraintes planes. Université de Franche-Comte.

Marklund, E., and Varna, J. (2009a). Modeling the Effect of Helical Fiber Structure on Wood Fiber Composite Elastic Properties. Applied Composite Materials *16*, 245–262.

Marklund, E., and Varna, J. (2009b). Modeling the hygroexpansion of aligned wood fiber composites. Composites Science and Technology *69*, 1108–1114.

Marrot, L., Lefeuvre, A., Pontoire, B., Bourmaud, A., and Baley, C. (2013). Analysis of the hemp fiber mechanical properties and their scattering (Fedora 17). Industrial Crops and Products *51*, 317–327.

Meirhaeghe, C. (2011). Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France (frd).

Navi, P., Pittet, V., and Plummer, C.J.G. (2002). Transient moisture effects on wood creep. Wood Science and Technology *36*, 447–462.

Neagu, R.C., and Gamstedt, E.K. (2007). Modelling of effects of ultrastructural morphology on the hygroelastic properties of wood fibres. Journal of Materials Science *42*, 10254–10274.

Nilsson, T., and Gustafsson, P.J. (2007). Influence of dislocations and plasticity on the tensile behaviour of flax and hemp fibres. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *38*, 1722–1728.

O'Sullivan, A.C. (1997). Cellulose: the structure slowly unravels. Cellulose 173–207.

Okubayashi, S., Griesser, U., and Bechtold, T. (2004). A kinetic study of moisture sorption and desorption on lyocell fibers. Carbohydrate Polymers *58*, 293–299.

Olsson, A.-M., Salmén, L., Eder, M., and Burgert, I. (2006). Mechano-sorptive creep in wood fibres. Wood Science and Technology *41*, 59–67.

Orso, S., Wegst, U.G.K., and Arzt, E. (2006). The elastic modulus of spruce wood cell wall material measured by an in situ bending technique. Journal of Materials Science *41*, 5122–5126.

Page, D.H., and EI-Hosseiny, F. (1971). The mechanical properties of single wood pulp fibres. Part VI. Fibril angle and the shape of the stress-strain curve. Pulp and Paper Technical Association of Canada 252–253.

Pickering, K.L., Beckermann, G.W., Alam, S.N., and Foreman, N.J. (2007). Optimising industrial hemp fibre for composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *38*, 461–468.

Placet, V. (2009). Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *40*, 1111–1118.

Placet, V. (2013). Contributions à la caractérisation de matériaux composites: des fibres élémentaires de chanvre aux modes de défaillance des structures. HDR (Besançon).

Placet, V., Bouali, A., Garcin, C., Cote, J.-M., and Perre, P. (2011). Suivi par DRX des réarrangements microstructuraux induits par sollicitations mécaniques dans les fibres végétales tirées du chanvre. 20ème Congrès Français de Mécanique, 28 août/2 Sept. 2011-25044 Besançon, France (FR).

Placet, V., Trivaudey, F., Cisse, O., Gucheret-Retel, V., and Boubakar, M.L. (2012a). Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect? Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *43*, 275–287.

Placet, V., Trivaudey, F., Gucheret-Retel, V., and Boubakar, M.L. (2012b). Modeling the influence of environmental relative humidity on the tensile properties of unitarian hemp fibres. (Venice, Italy), p. 8.

Placet, V., Trivaudey, F., Cisse, O., Gucheret-Retel, V., and Boubakar, M.L. (2012c). Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect? Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *43*, 275–287.

Regazzi, A. (2013). Contribution à l'étude du vieillissement couplé thermo-hydro-mécanique de biocomposites PLA/lin. Mines ParisTech.

Richard, F. (1999). Identification du comportement et évaluation de la fiabilité des composites stratifiés. Université de Franche-Comté.

Roudier, A. (2012). Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des _bres de lin. Université Blaise PascalL - Clermont II.

Salmén, L. (2004). Micromechanical understanding of the cell-wall structure. Comptes Rendus Biologies *327*, 873–880.

Sankari, H.S. (2000). Comparison of bast fibre yield and mechanical fibre properties of hemp (Cannabis sativa L.) cultivars. Industrial Crops and Products *11*, 73–84.

Sedighi Gilani, M., and Navi, P. (2006). A micromechanical approach to the behaviour of single wood fibers and wood fracture at cellular level.

Sedlachek, K.., and Ellis, R.. (1994). The effect of cyclic humidity on the creep of single fibers of Southern pine. STFI, USDA, Stockholm 22–49.

Shah, D.U., Schubel, P.J., Licence, P., and Clifford, M.J. (2012). Determining the minimum, critical and maximum fibre content for twisted yarn reinforced plant fibre composites. Composites Science and Technology *72*, 1909–1917.

Sinclair, D. (1950). A Bending Method for Measurement of the Tensile Strength and Young's Modulus of Glass Fibers. Journal of Applied Physics *21*, 380.

Summerscales, J., Hall, W., and Virk, A.S. (2011). A fibre diameter distribution factor (FDDF) for natural fibre composites. Journal of Materials Science *46*, 5876–5880.

Symington, M.C., Banks, W.M., West, O.D., and Pethrick, R.A. (2009). Tensile Testing of Cellulose Based Natural Fibers for Structural Composite Applications. Journal of Composite Materials *43*, 1083–1108.

Thomason, J.L., Carruthers, J., Kelly, J., and Johnson, G. (2011a). Fibre cross-section determination and variability in sisal and flax and its effects on fibre performance characterisation. Composites Science and Technology *71*, 1008–1015.

Thomason, J.L., Carruthers, J., Kelly, J., and Johnson, G. (2011b). Fibre cross-section determination and variability in sisal and flax and its effects on fibre performance characterisation. Composites Science and Technology *71*, 1008–1015.

Thuault, A. (2011). Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin. Université de Caen Basse Normandie.

Thygesen, A. (2006). Properties of hemp fibre polymer composites: an optimisation of fibre properties using novel defibration methods and fibre characterisation. (Risø National Laboratory).

Thygesen, L.G., Bilde-Sørensen, J.B., and Hoffmeyer, P. (2006). Visualisation of dislocations in hemp fibres: A comparison between scanning electron microscopy (SEM) and polarized light microscopy (PLM). Industrial Crops and Products *24*, 181–185.

Virk, A.S. (2010). Numerical models for natural fibre composites with stochastic properties.

Virk, A.S., Hall, W., and Summerscales, J. (2010). Failure strain as the key design criterion for fracture of natural fibre composites. Composites Science and Technology *70*, 995–999.

Van Voorn, B., Smit, H., Sinke, R., and Klerk, B. (2001). natural fibre reinforced sheet moulding compound. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *32*, 1271–1279.

Więcek, T. (2014). A new method for the measurement of static and dynamic Young's moduli of long fibres. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing *60*, 1–7.

Yu, Y., Jiang, Z., Fei, B., Wang, G., and Wang, H. (2010). An improved microtensile technique for mechanical characterization of short plant fibers: a case study on bamboo fibers. Journal of Materials Science *46*, 739–746.

RÉSUMÉ

Ce travail de thèse, s'inscrit dans un accord co-tutelle entre l'Ecole Polytechnique de Thiès du Sénégal, et l'Université de Franche-Comté en France. Il a été réalisé au Département de Mécanique Appliquée de l'institut FEMTO-ST à Besançon (France). Il a pour principal objectif de valoriser les ressources naturelles disponibles au niveau local. Considérant les performances mécaniques assez exceptionnelles de certaines fibres végétales, il est possible d'envisager leur utilisation dans des applications composites à haute performance. Dans ce type d'applications, les fibres d'origine végétale peuvent être soumises à des sollicitations thermo-hygro-mécaniques plus ou moins sévères à la fois au cours du procédé de fabrication et également lors de l'utilisation en service des pièces obtenues.

L'objectif de cette thèse est de contribuer à la caractérisation du comportement thermo-hygro-mécaniques des fibres libériennes élémentaires issues du chanvre. Les fibres élémentaires testées dans ce travail ont des diamètres extérieurs moyens d'environ *20 µm* et des longueurs utiles de l'ordre de *10 mm*. Des essais couplant des chargements mécaniques, hygroscopiques et thermiques sont réalisés afin d'apporter des éléments de compréhension sur le comportement des fibres et de collecter une base de données sur leurs performances mécaniques.

Trois types de comportement sont identifiés sur les fibres en traction quasi-statique et en fluage pour les différents niveaux hygro-thermiques testés. Une rigidification de la fibre est relevée sous chargements cycliques progressifs dans des conditions environnementales constantes. Une chute du module d'Young initial de la fibre est remarquée quand l'humidité relative augmente. Une accélération de la vitesse de déformation différée de la fibre est obtenue en fluage lorsque des cycles d'humidité relative sont appliqués. Une baisse des propriétés mécaniques des fibres sous l'effet de la température est également observée. Elle dépend directement du niveau et de la durée de l'exposition à la température.

Mots-clés :
Fibre élémentaire, chanvre, thermo-hygro-mécanique, comportement, propriétés mécaniques.

ABSTRACT

The thesis work joins in the framework in joint supervision between the Polytechnic School in Thies (Senegal) and the University of Franche-Comté (France). This research work is being carried out at the Department of Applied Mechanics of the FEMTO-ST institute in Besançon (France). The principal aim is to enhance the available local natural resources. Considering exceptional mechanical performance of some plant fibres, it is possible to envisage their using in high performance composite applications. In such applications, vegetable fibres subjected to various thermo-hygro-mechanical conditions, can be more or less severe over time, both during their manufacturing process and also for in-service use of these parts.

The aim of this thesis is to contribute to the characterization of thermo-hygro-mechanical behaviour of elementary hemp fibres. These fibres used in this work have an average diameter approximately *20 µm* and useful length of only *10 mm*. The mechanical, hygroscopic and thermal coupling testing are realized to provide some understanding of the behaviour of the hemp fibres and to collect details from a database on their mechanical performance.

From the uniaxial quasi-static tensile tests and creep tests, three categories of behaviours are measured and observed. However, subject to constant environmental conditions, a fibre hardening is observed under cyclic tensile loading. It was also found that a drop of the initial Young's modulus of the hemp fibres when the relative humidity gradually increases. Thus, the strain rates measured on the fibres during creep tests exhibited a speeding up when relative humidity cycles are imposed. We found also that the mechanical properties of the fibres decrease under temperature effects. It depends directly on the level and exposure time to the temperature.

Keywords:
Elementary hemp fibres, thermo-hygro-mechanical behaviour, mechanical properties.

SPIM

■ École doctorale SPIM 16 route de Gray F - 25030 Besançon cedex
■ tél. +33 (0)3 81 66 66 02 ■ ed-spim@univ-fcomte.fr ■ www.ed-spim.univ-fcomte.fr

UFC
UNIVERSITÉ
DE FRANCHE-COMTÉ