



# Transition d'échelle entre fibre végétale et composite UD : propagation de la variabilité et des non-linéarités

Alessandra del Masto

## ► To cite this version:

Alessandra del Masto. Transition d'échelle entre fibre végétale et composite UD : propagation de la variabilité et des non-linéarités. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Bourgogne Franche-Comté, 2018. Français. NNT : 2018UBFCD022 . tel-02000991

**HAL Id: tel-02000991**

**<https://theses.hal.science/tel-02000991>**

Submitted on 1 Feb 2019

**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.

**THESE DE DOCTORAT DE L'ETABLISSEMENT UNIVERSITE BOURGOGNE FRANCHE-COMTE**  
**PREPAREE A l'Institut Femto-st, Département Mécanique Appliquée, Besançon**

Ecole doctorale n°37

Sciences Pour l'Ingénieur et Microtechniques (SPIM)

Doctorat de Mécanique

Soutenu le 12 novembre 2018

Par

Alessandra DEL MASTO

Transition d'échelle entre fibre végétale et composite

UD : propagation de la variabilité et des non-linéarités

**Composition du Jury :**

Philippe BOISSE  
Patrick PERRE  
Laurent ORGÉAS  
Cécile MATTRAND  
David SEVENO  
Vincent PLACET  
Lamine BOUBAKAR  
Frédérique TRIVAUDEY  
Violaine GUICHERET-RETEL

PR, Lamcos, INSA (Lyon), France  
PR, LGPM, CentraleSupélec, Univ. Paris-Saclay (Paris), France  
DR, 3SR Lab, CNRS, Univ. Grenoble Alpes (Grenoble), France  
MCF, Institut Pascal, SIGMA Clermont (Clermont-Ferrand)  
Associate Professor, MTM, KU Leuven, Belgique  
IR HDR, Femto-st (Besançon), France  
PR, Femto-st, UBFC (Besançon), France  
MCF, Femto-st, ENSMM (Besançon), France  
MCF, Femto-st, ENSMM (Besançon), France

Président du jury  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examinatrice  
Invité  
Directeur de thèse  
Codirecteur de thèse  
Examinatrice  
Examinatrice





## REMERCIEMENTS

Après trois années intenses de thèse, il est enfin temps d'écrire cette fameuse page des remerciements. Pendant trois ans on a hâte d'écrire ces derniers mots. Pourtant, le moment venu, on se rend compte que la thèse est vraiment, malheureusement, finie.

Les premiers remerciements sont tous pour mon encadrement, mes directeurs Vincent Placet et Lamine Boubakar, et mes encadrantes, Frédérique Trivaudey et Violaine Guicheret-Retel. Merci donc à Fred pour l'aide énorme apportée sur les éléments finis et le numérique en général. Elle a la réponse à tout et, même si elle n'en est pas souvent convaincue, elle a toujours raison. Merci à Violaine, pour sa présence et son investissement, et pour les remarques toujours pertinentes et enrichissantes. Elle m'a fait découvrir le monde magnifique du stochastique et m'a guidé dans le « chaos » du chaos polynomial. Merci à Lamine, pour la sagesse, la sérénité, mais surtout pour avoir constamment veillé sur ce travail avec le recul dont j'avais besoin. Et, bien sûr, un énorme merci à Vincent. Et non seulement parce qu'il est le directeur de recherche que tous les thésards rêvent d'avoir, mais surtout car il est, à mon sens, l'exemple de ce qu'un chercheur devrait être : toujours motivé, toujours passionné par ce qu'il fait et surtout avec une capacité hors pair de donner aux autres l'envie de faire de la recherche. Et je n'aurais pas pu avoir un meilleur guide, scientifiquement et humainement parlant, pendant ces trois années.

Je tiens également à remercier les membres du jury pour le temps qu'ils ont dédié à l'évaluation de ces travaux de thèse et pour les échanges intéressants qui en ont découlé lors de la soutenance : Philippe Boisse, président du jury, Patrick Perré et Laurent Orgéas, rapporteurs de ce travail, ainsi que Cécile Mattrand et David Seveno, qui ont donné un regard neuf et enrichissant aux questions scientifiques soulevées par cette thèse.

Le Département Mécanique Appliquée est surtout un endroit où les gens s'investissent non seulement dans leur travail, mais également dans la création et le maintien de la bonne ambiance au labo. Merci alors à tous les enseignants-chercheurs, les techniciens, les ingénieurs qui rendent le DMA un lieu de travail idéal. Dans cet esprit, je tiens à remercier Manu Foltête, directeur du département, non seulement pour son engagement au service du bon fonctionnement de la machine, mais surtout pour la bienveillance et le sourire avec lesquels il nous accueille toujours, même en plein milieu des galères qui accompagnent son poste de capitaine du

---

navire. Merci également à Delphine, Isabelle et Christine, les vrais piliers du labo, pour la bonne humeur et la disponibilité dont elles font preuves tous les jours. Un grand merci, bien sûr, aux gens du service informatique, et à Clément en particulier, qui font un boulot énorme, dont on ne reconnaît pas souvent l'ampleur, et qui représentent une brique fondamentale de toutes les réussites scientifiques du DMA. Merci également à Sébastien Thibaud, qui m'a initié aux outils numériques qui sont à la base de ces travaux et qui m'a dédié du temps précieux au tomographe.

Mais au labo, il n'y a pas que le boulot. Et il n'y a pas que des collègues. Merci aux compagnons du café et de l'horoscope de l'Est, début de journée incontournable. Merci à tous les doctorants et les post-doc, les vieux et les neufs, pour les rires et les discussions pendant les pauses cafés. Un merci spécial à Thomas, non pas pour les blagues (qui restent discutables) mais pour avoir tenté sans cesse de me faire aimer Besançon et sa météo. Ça n'a pas marché, mais j'apprécie l'effort. Merci aux enfants du 42H, Margaux, Gaël, Ludo, Svenja et Manu pour avoir enfin créé un bureau qui peut rivaliser avec le nôtre, le 44H édition 2015-2018, élu *ad vitam æternam* meilleur bureau du DMA de l'histoire des bureaux du DMA. Merci donc à mes co-bureaux éternels, Pauline, Kévin, Justine, Romain, Victor et Saber, pour avoir partagé avec moi les conneries, les déprimés, la science, les discussions politiques, bref... trois ans de vie, en entier. Merci en particulier à Justine pour les rigolades et le café moulu le matin. Merci à Kévin pour être aussi fou, caractéristique nécessaire pour être mon ami. Mais surtout, merci à Pauline. Pour tout ce qu'elle est, de tous les points de vue. J'en profite ici pour la féliciter encore pour ce 2018 de réussites, que j'ai eu la chance de vivre à ses côtés. Ça va sans dire, même à distance, il y en aura bien d'autres que nous allons partager.

Et je n'oublie pas, bien sûr, tout ce qui est en dehors des murs du DMA. Merci à Angela et Philippe, la mia Napoli, pour leur présence et le réconfort, toujours autour d'un verre d'Aglianico. Merci à Rossella, Stefania, Ines pour leur capacité innée de transformer la pire des journées en une soirée de fou rire, malgré la distance qui nous sépare.

Un énorme merci à mes parents. Pour les sacrifices, pour la relation hors du commun que nous avons toujours eu, pour leur présence discrète pendant des années difficiles, mais surtout pour m'avoir laissé la liberté de prendre les mauvais chemins et d'apprendre de mes erreurs. Merci à ma sœur, ma véritable âme jumelle, pour tous ce que nous partageons depuis plus d'un quart de siècle.

Et finalement, merci à Raph. Pour le soutien, les encouragements, les discussions animées et les rêves. Toujours loin, pourtant toujours mon point ferme. Merci.

# TABLE DES MATIÈRES

|                                                                                                    |           |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Introduction</b>                                                                                | <b>9</b>  |
| <b>1 Éléments bibliographiques : les composites à fibres végétales et les approches numériques</b> | <b>17</b> |
| 1.1 Introduction . . . . .                                                                         | 17        |
| 1.2 Les fibres végétales . . . . .                                                                 | 18        |
| 1.2.1 Généralités . . . . .                                                                        | 18        |
| 1.2.2 Structure et aspects morphologiques . . . . .                                                | 19        |
| 1.2.3 Ultra-structure et constituants de la paroi cellulaire . . . . .                             | 21        |
| 1.2.4 Mécanismes physiques observés sous sollicitation à traction . . . . .                        | 23        |
| 1.2.5 Comportement non-linéaire en traction . . . . .                                              | 23        |
| 1.3 Les composites UD à fibres végétales . . . . .                                                 | 30        |
| 1.3.1 Types de renfort . . . . .                                                                   | 30        |
| 1.3.2 Spécificités des composites renforcés par fibres végétales . . . . .                         | 32        |
| 1.3.3 Comportement non-linéaire en traction . . . . .                                              | 35        |
| 1.3.4 Variabilité . . . . .                                                                        | 36        |
| 1.4 Modélisation : de la fibre au composite . . . . .                                              | 38        |
| 1.4.1 Échelle micro : modélisation des systèmes à paroi végétale . . . . .                         | 38        |
| 1.4.2 Échelle méso et macro : modélisation du comportement des composites . . . . .                | 44        |
| 1.5 Conclusion . . . . .                                                                           | 49        |
| <b>PARTIE I : La fibre élémentaire</b>                                                             | <b>51</b> |
| <b>2 Modélisation de la fibre végétale élémentaire</b>                                             | <b>53</b> |
| 2.1 Introduction . . . . .                                                                         | 53        |
| 2.2 De la réalité au modèle . . . . .                                                              | 54        |
| 2.2.1 Fibres végétales objet de l'étude . . . . .                                                  | 54        |
| 2.2.2 Modèle micromécanique 3D de la fibre végétale . . . . .                                      | 55        |
| 2.3 Modèle de comportement de la fibre . . . . .                                                   | 56        |
| 2.3.1 Généralités et historique . . . . .                                                          | 56        |
| 2.3.2 Comportement élastique . . . . .                                                             | 58        |
| 2.3.3 Comportement viscoélastique . . . . .                                                        | 60        |
| 2.3.4 Prise en compte de la réorientation des microfibrilles . . . . .                             | 63        |

## TABLE DES MATIÈRES

---

|          |                                                                                                                   |           |
|----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 2.3.5    | Autres phénomènes modélisés . . . . .                                                                             | 64        |
| 2.4      | Le modèle éléments finis paramétrable . . . . .                                                                   | 64        |
| 2.4.1    | Géométrie et maillage . . . . .                                                                                   | 64        |
| 2.4.2    | Focus sur les conditions aux limites . . . . .                                                                    | 66        |
| 2.4.3    | Automatisation du processus de génération du modèle et calcul                                                     | 69        |
| 2.5      | Bilan . . . . .                                                                                                   | 70        |
| <b>3</b> | <b>Influence de la morphologie sur le comportement non-linéaire des fibres végétales</b>                          | <b>73</b> |
| 3.1      | Introduction . . . . .                                                                                            | 73        |
| 3.2      | Caractérisation et modélisation de la morphologie . . . . .                                                       | 76        |
| 3.2.1    | Identification des caractéristiques morphologiques des fibres .                                                   | 76        |
| 3.2.2    | Modélisation de la morphologie de la fibre . . . . .                                                              | 79        |
| 3.2.3    | Modèle EF . . . . .                                                                                               | 81        |
| 3.3      | Investigation des relations morphologie/ comportement en traction par simulation numérique . . . . .              | 82        |
| 3.3.1    | Morphologie réelle <i>vs</i> morphologie simplifiée . . . . .                                                     | 82        |
| 3.3.2    | Influence du degré d'ellipticité . . . . .                                                                        | 85        |
| 3.3.3    | Investigations sur les origines du comportement non-linéaire .                                                    | 87        |
| 3.3.4    | Vers une explication de l'effet géométrique . . . . .                                                             | 90        |
| 3.4      | Bilan . . . . .                                                                                                   | 94        |
| <b>4</b> | <b>Exploration des liens morphologie-matériaux-comportement en traction des fibres par analyse de sensibilité</b> | <b>97</b> |
| 4.1      | Introduction . . . . .                                                                                            | 97        |
| 4.1.1    | Fibres de lin et de chanvre : les principales différences . . . . .                                               | 99        |
| 4.2      | Stratégie adoptée . . . . .                                                                                       | 100       |
| 4.2.1    | L'espace des paramètres . . . . .                                                                                 | 100       |
| 4.2.2    | Méthodes d'analyse de sensibilité . . . . .                                                                       | 102       |
| 4.2.3    | Sorties observées . . . . .                                                                                       | 108       |
| 4.3      | Résultats de l'analyse de sensibilité . . . . .                                                                   | 112       |
| 4.3.1    | Criblage : évolution des indices de Morris . . . . .                                                              | 112       |
| 4.3.2    | Analyse globale : évolution des indices totaux et du premier ordre relatifs à la rigidité apparente . . . . .     | 114       |
| 4.3.3    | Analyse globale : contrainte à rupture . . . . .                                                                  | 117       |
| 4.3.4    | Analyse globale : ratio $\eta$ . . . . .                                                                          | 118       |
| 4.4      | Comparaison entre fibre de lin et chanvre : comportement et propriétés                                            | 119       |
| 4.4.1    | Enveloppes de comportement . . . . .                                                                              | 119       |
| 4.4.2    | Propriétés mécaniques . . . . .                                                                                   | 121       |
| 4.5      | Bilan . . . . .                                                                                                   | 125       |

|                                                                                                                            |            |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>PARTIE 2 : Le pli</b>                                                                                                   | <b>127</b> |
| <b>5 Approche stochastique multi-échelle pour l'étude du comportement non-linéaire des composites à fibres végétales</b>   | <b>129</b> |
| 5.1 Introduction . . . . .                                                                                                 | 129        |
| 5.2 Choix de la méthode . . . . .                                                                                          | 131        |
| 5.2.1 Transition d'échelle dans les matériaux hétérogènes : généralités sur les méthodes existantes . . . . .              | 131        |
| 5.2.2 Structure d'un composite UD biosourcé et ses particularités . . . . .                                                | 133        |
| 5.2.3 Approche multi-échelle stochastique . . . . .                                                                        | 134        |
| 5.3 Implémentation de l'approche stochastique multi-échelle . . . . .                                                      | 137        |
| 5.3.1 Généralités . . . . .                                                                                                | 137        |
| 5.3.2 Description des étapes . . . . .                                                                                     | 139        |
| 5.3.3 Modèle EF et conditions aux limites . . . . .                                                                        | 143        |
| 5.4 Application et validation de l'outil . . . . .                                                                         | 144        |
| 5.4.1 Objectifs et paramètres d'intérêt . . . . .                                                                          | 144        |
| 5.4.2 Caractérisation <i>a posteriori</i> des microstructures générées . . . . .                                           | 145        |
| 5.4.3 Simulation de l'essai de traction : comparaison avec la littérature                                                  | 149        |
| 5.4.4 Enveloppes de comportement obtenues . . . . .                                                                        | 149        |
| 5.5 Bilan . . . . .                                                                                                        | 150        |
| <b>6 Analyse de la sensibilité du comportement du pli de composite aux paramètres nano, micro et mésoscopiques</b>         | <b>153</b> |
| 6.1 Introduction . . . . .                                                                                                 | 154        |
| 6.2 Stratégie adoptée . . . . .                                                                                            | 155        |
| 6.2.1 Génération aléatoire des microstructures . . . . .                                                                   | 155        |
| 6.2.2 Échelles considérées . . . . .                                                                                       | 156        |
| 6.2.3 Identification des paramètres influents : Morris par groupes . . . . .                                               | 159        |
| 6.2.4 Analyse de sensibilité par développement des polynômes de chaos                                                      | 160        |
| 6.2.5 Sorties observées . . . . .                                                                                          | 165        |
| 6.3 Résultats du criblage par groupes . . . . .                                                                            | 166        |
| 6.3.1 Espace des paramètres . . . . .                                                                                      | 167        |
| 6.3.2 <i>Step 1</i> : tri par par constituant et échelle d'appartenance . . . . .                                          | 168        |
| 6.3.3 <i>Step 2</i> : moyennes <i>vs</i> variabilités . . . . .                                                            | 170        |
| 6.3.4 <i>Step 3</i> : <i>screening</i> sur les paramètres simples . . . . .                                                | 171        |
| 6.4 Résultats de l'analyse de sensibilité basée sur le développement des polynômes de chaos . . . . .                      | 173        |
| 6.4.1 Indices de sensibilité : module tangent apparent . . . . .                                                           | 174        |
| 6.4.2 Indices de sensibilité : ratio $\eta$ . . . . .                                                                      | 177        |
| 6.5 Enveloppe de comportement et propriétés . . . . .                                                                      | 179        |
| 6.6 Métamodèle pour l'analyse et la prédiction du comportement des composites biosourcés : quelques perspectives . . . . . | 182        |
| 6.7 Bilan . . . . .                                                                                                        | 188        |
| <b>Conclusions et perspectives</b>                                                                                         | <b>191</b> |

## TABLE DES MATIÈRES

---

|          |                                                                            |            |
|----------|----------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>A</b> | <b>Autres phénomènes modélisés : cristallisation, plasticité et endom-</b> |            |
|          | <b>magement</b>                                                            | <b>197</b> |
| A.1      | Cristallisation . . . . .                                                  | 197        |
| A.2      | Plasticité . . . . .                                                       | 197        |
| A.3      | Endommagement . . . . .                                                    | 199        |
| <b>B</b> | <b>Analyse de sensibilité globale : les indices de Sobol</b>               | <b>203</b> |
| B.1      | Description de la méthode . . . . .                                        | 203        |
| B.2      | Estimation des indices . . . . .                                           | 205        |
|          | B.2.1 Méthode de Monte Carlo . . . . .                                     | 205        |
|          | B.2.2 Techniques d'accélération de l'estimation des indices . . . . .      | 206        |
|          | <b>Contributions</b>                                                       | <b>207</b> |
|          | <b>Bibliographie</b>                                                       | <b>225</b> |
|          | <b>Listes des figures</b>                                                  | <b>231</b> |
|          | <b>Listes des tables</b>                                                   | <b>233</b> |

## INTRODUCTION GÉNÉRALE

Les composites à renfort continu constituent une famille de matériaux à très hautes performances mécaniques. Leur développement est né de la volonté de conjuguer les performances techniques et la légèreté des structures. Un composite est le résultat de l'association de deux matériaux différents d'un point de vue géométrique et des propriétés mécaniques et chimiques. Le but est la création d'un nouveau matériau dont les performances améliorées diffèrent de celles de ses constituants et qui peut être façonné à volonté au gré du concepteur, de manière à obtenir les propriétés souhaitées en faisant un choix approprié des constituants.

Les composites les plus répandus à ce jour sont constitués d'un renfort en fibres synthétiques enrobé dans une résine organique. Les composites utilisés dans des applications structurales sont principalement renforcés par fibres de carbone ou de verre. Les fibres de carbone sont le renfort privilégié dans les domaines industriels à la pointe de la technologie du fait de leurs propriétés mécaniques spécifiques très élevées. Les fibres de verre représentent, quant à elles, le meilleur compromis entre performances et coût. La production de ces deux types de renfort a néanmoins un impact environnemental non négligeable, en particulier du fait de leur coût énergétique de production. Les problématiques environnementales actuelles poussent ainsi les acteurs de la recherche et de l'industrie à la recherche de nouveaux matériaux capables de satisfaire à la fois les contraintes techniques, économiques et écologiques. Dans ce contexte, les composites à fibres végétales (PFCs, Plant Fibre Composites) s'avèrent une solution très intéressante. Ils connaissent un véritable essor depuis quelques années dans de nombreux secteurs industriels [Ramesh 17a]. Bien que les solutions à base de fibres courtes aient atteint un bon niveau de maturité, il est possible de noter que les solutions à renfort continu sont encore à un stade de développement [Shah 13a]. Des résultats intéressants ont ainsi été collectés ces dernières années, démontrant le **potentiel de ces matériaux pour des applications semi-structurales** [Doubbia 15].

Les PFCs nécessitent encore, néanmoins, des investigations et optimisations pour devenir une réalité industrielle. Les principaux verrous restant à lever sont liés à la prédiction de leur comportement sur le long terme [Doroudgarian 16, Testoni 16], à la caractérisation du comportement sous chargement complexe [Shah 13c] et des effets de l'environnement [Berges 17, Pickering 16, Marklund 09b].

Une difficulté réside également dans le **caractère non-linéaire de leur réponse en traction**, une caractéristique qui les différencie des composites unidirectionnels plus



traditionnels renforcés par des fibres de verre et carbone. En effet, plusieurs travaux montrent à l'échelle des PFCs unidirectionnels (UD) un comportement non-linéaire en traction lorsqu'ils sont sollicités dans la direction du renfort [Poilâne 18, Shah 16, Lebrun 13, Hughes 07]. La Figure 1 propose une comparaison entre le comportement typiquement exprimé par des composites UD renforcés par fibres de verre (GFC) et par les PFCs. Si les GFCs UD ont un comportement quasi parfaitement linéaire jusqu'à rupture, les PFCs, quant à eux, présentent une non-linéarité marquée, se traduisant généralement par une diminution de la rigidité apparente en début de chargement, suivie d'une stabilisation et éventuellement d'une rigidification avant rupture.

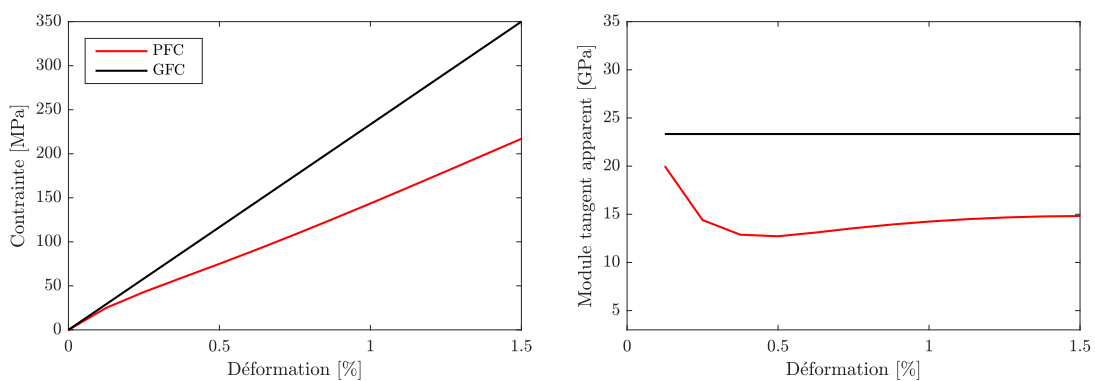


FIGURE 1 – Comparaison entre le comportement en traction des composites renforcés par fibres de verre (GFRP) [EL-Wazery 17] et fibres végétales (PFC) [Poilâne 18].

Ce comportement non-linéaire peut être néfaste pour certaines applications. Cette perte de rigidité au-delà d'un certain niveau de chargement, si elle se traduit à l'échelle d'une structure, pourrait conduire à des perturbations et désordres du comportement statique et vibratoire et éventuellement à la ruine. Il est ainsi primordial de prendre en compte cette non-linéarité dans les règles de conception et dimensionnement des futures structures en composites biosourcés. Ce comportement non-linéaire pourrait, en revanche, constituer un avantage pour des applications fonctionnelles reposant sur des solutions exploitant les non-linéarités physiques. Dans ce cas, à nouveau, il est important de comprendre l'origine de cette non-linéarité et de construire des modèles permettant de la reproduire fidèlement.

**Pour ce qui est des origines de ce comportement, elles restent largement ouvertes à la discussion dans la communauté** et font l'objet d'un débat depuis quelques années. Il y a quelques années, plusieurs hypothèses ont été proposées attribuant l'origine de cette réponse non-linéaire à des mécanismes se produisant à différentes échelles (réorientation des microfibrilles de cellulose au sein des parois des fibres ou réorientation des fibres elles-mêmes au sein du composite) [Shah 12a, Van de Weyenberg 06, Baley 06]. Effectivement, à cette époque, seules des préformes quasi UD, impliquant des mèches ou des fils retordus étaient disponibles. Pour ces architectures, les fibres ne sont pas parfaitement orientées dans l'axe principal du composite. Elles peuvent ainsi se réorienter au sein du composite, lorsque

---

celui-ci est soumis à des sollicitations mécaniques dans la direction axiale du composite.

Aujourd'hui les avancées technologiques permettent de fabriquer, pour certaines fibres végétales, des rubans et des nappes purement unidirectionnelles (*i.e.* sans torsades). À l'échelle des composites renforcés de telles préformes UD, une réponse non-linéaire est néanmoins toujours observée en traction [Cadu 18, Khalfallah 14]. Par ailleurs, des comportements non-linéaires sont également observés à l'échelle des fibres élémentaires elles-mêmes [Lefeuvre 14a, Bourmaud 13b, Cisse 14, Placet 12a, Aslan 12, Duval 11, Fan 10, Charlet 09]. Pour les fibres de lin et chanvre, elles peuvent exprimer trois types de comportement : *i)* purement linéaire, *ii)* linéaire avec une diminution de la rigidité apparente à partir d'un certain seuil de déformation axiale et *iii)* linéaire en début de chargement, suivi par une zone non-linéaire impliquant successivement une chute puis une rapide augmentation de rigidité apparente (cf. Figure 2).

**Il est ainsi possible de se demander dans quelle mesure la réponse non-linéaire en traction des composites UD résulte de celle exprimée à l'échelle des fibres.** La réponse à cette question n'est pas triviale et fait débat dans la communauté. En effet, comme montré en Figure 2, les non-linéarités observées à l'échelle de la fibre élémentaire n'ont pas la même forme que celles observées à l'échelle du stratifié. **Si un lien existe entre les non-linéarités observées en traction à ces différentes échelles, la question est alors de mieux comprendre comment elles se propagent et pour quelle raison leur forme évolue à travers les échelles.**

Un des freins au développement des PFCs est également lié à la **dispersion présumée de leurs propriétés mécaniques**. À l'échelle des fibres végétales, en plus de la diversité des comportements non-linéaires exprimée en traction, une forte variabilité des propriétés est observée [Réquillé 18, Marrot 13, Virk 10, Aslan 11]. Cette variabilité est généralement attribuée à la variabilité de : la composition biochimique de la paroi végétale, de certains paramètres ultrastructuraux, de la morphologie, aux procédés d'extraction et de traitement des fibres, etc. [Charlet 08]. **Il a été ainsi souvent présumé pendant cette dernière décennie que cette variabilité des propriétés des fibres végétales se retrouverait à l'échelle du composite.** Les données collectées ces dernières années montrent néanmoins une variabilité limitée à l'échelle du composite [Pickering 16, Islam 11]. Les études proposées dans la littérature reportent généralement un coefficient de variation (CoV), défini comme le rapport entre l'écart type et la moyenne des propriétés observées, d'environ 5% à l'échelle des composites. À l'échelle des fibres, en revanche, le CoV des propriétés s'élève généralement à plus de 30% [Summerscales 13].

Là encore, **il paraît primordial de mieux comprendre et caractériser la propagation de la variabilité des propriétés mécaniques à travers ces échelles.**

D'un point de vue méthodologique, la nature du renfort végétal, structure multi-

échelle hétérogène, rend l'approche expérimentale pour la compréhension des mécanismes physiques intervenant à différentes échelles et régissant le comportement exprimé par ces matériaux particulièrement complexe. Ainsi, pour ce travail, le choix s'est orienté vers une **approche numérique**.

En ce qui concerne la modélisation, bien que les approches phénoménologiques proposées dans la littérature montrent leur capacité à reproduire certaines des non-linéarités de comportement des composites biosourcés [Poilâne 18, Mahboob 17b] avec des temps de calcul modérés, il n'en demeure pas moins qu'ils sont incapables de capturer les mécanismes physiques se produisant aux différentes échelles matérielles. Ainsi, dans cette thèse, il est proposé de déployer et exploiter une approche numérique multi-échelle stochastique pour mieux comprendre et décrire les origines de la non-linéarité de comportement des PFCs. L'idée principale est d'identifier les mécanismes et les paramètres régissant le comportement non-linéaire et la variabilité d'un pli de composite renforcé de fibres végétales unidirectionnelles, grâce à un modèle prenant en compte les propriétés physiques et géométriques des constituants, leur distribution spatiale et leur variabilité.

**Le caractère multi-échelle de la structure des PFCs**, encore plus marqué que pour les composites traditionnels, **requiert nécessairement une approche multi-échelle**. Au sein d'un composite biosourcé à renfort continu il est effectivement possible de distinguer **quatre échelles matérielles différentes** : (i) l'échelle **nanoscopique**, celle contenant l'ultrastructure de la paroi des fibres, (ii) l'échelle **microscopique**, celle des constituants (fibre, matrice et interphase), (iii) l'échelle **mésoscopique** du pli et (iv) l'échelle **macroscopique** du composite stratifié et/ou de la structure. Ce travail est dédié en particulier à l'étude de l'influence des paramètres matériaux et morphologiques qui appartiennent aux échelles nano, micro et mésoscopique vis-à-vis du comportement en traction exprimé à l'échelle des fibres et du pli.

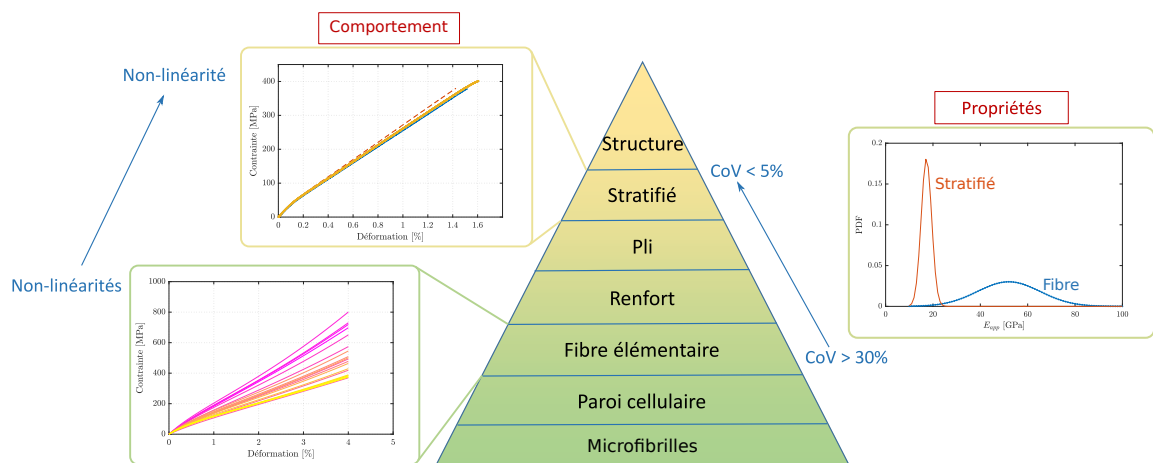


FIGURE 2 – Représentation de la pyramide de la transition d'échelle au sein d'un composite UD biosourcé.

---

Le manuscrit est organisé en **deux grandes parties** traitant des **transitions de l'échelle nanoscopique aux échelles micro et mésoscopiques respectivement**. Un premier chapitre dédié à une synthèse des éléments contextuels et bibliographiques nécessaires à la compréhension du positionnement de l'étude précède ces deux grandes parties. Il est organisé en trois sections. Une première section synthétise des généralités sur les fibres végétales, leur structure et morphologie et leur comportement en traction. Une seconde section propose une description de la microstructure des PFCs UD et un état de l'art sur leur comportement et leurs propriétés en traction. La troisième et dernière section propose une analyse critique des différentes voies de modélisation proposées jusqu'à ce jour dans la littérature pour reproduire le comportement mécanique des PFCs.

## PARTIE I

Cette première partie regroupe les Chapitres 2 à 4 et est dédiée à l'étude du comportement mécanique de la fibre élémentaire. Le travail réalisé dans cette partie s'inscrit dans la continuité de travaux initiés dans l'équipe encadrante préalablement au démarrage de cette thèse. Le travail repose sur l'utilisation et l'amélioration d'un modèle de comportement de fibre végétale. Les principales contributions résident dans l'implémentation de morphologies de fibres complexes dans le modèle, l'étude de l'influence des paramètres morphologiques sur le comportement en traction de la fibre et sur le déploiement d'analyse de sensibilité paramétrique.

Le **deuxième chapitre** propose ainsi la description du modèle micromécanique utilisé dans ce travail de thèse. Il est issu d'un modèle formulé dans le cadre de la mécanique des milieux continus et développé pendant plusieurs années au sein du Département Mécanique Appliquée (DMA) pour l'étude des composites stratifiés. Ce modèle a été adapté ces dernières années par l'équipe T2DC (Tenue aux Dommages et Durabilité des Composites biosourcés) au cas des fibres végétales, dont la paroi est constituée d'un matériau composite. Il prend en compte la structure interne et les phénomènes physiques pouvant se manifester à l'intérieur de la paroi végétale lors de la mise en traction longitudinale de la fibre et il est paramétrable. Dans ce travail de thèse, le modèle est implémenté dans une démarche de calcul numérique automatisé, de façon à pouvoir l'exploiter dans des analyses paramétriques.

Dans le **troisième chapitre** la formulation décrite auparavant est implémentée dans des modèles EF de fibres avec différentes morphologies de fibres, afin d'évaluer l'impact des paramètres géométriques sur le comportement en traction simulé à l'échelle de la fibre élémentaire. Deux types de morphologies sont pris en compte (réelle et simplifiée) et comparées en termes d'impact sur le comportement en traction obtenu. Le but est d'évaluer et comprendre le rôle de la morphologie de la fibre dans le comportement en traction exprimé et ainsi de déterminer le niveau de complexité géométrique à introduire dans un modèle de comportement pour reproduire correctement les réponses observées expérimentalement.

Le **quatrième chapitre** propose alors d'exploiter le modèle de fibre développé dans le chapitre précédent pour étudier l'influence des paramètres morphologiques et physiques de deux types de fibres : le lin et le chanvre, sur leur comportement en traction. L'idée est ici d'utiliser l'outil numérique développé pour mieux comprendre les origines potentielles des différences de propriétés mécaniques et de leur dispersion observées expérimentalement entre le lin et le chanvre. L'étude est menée en utilisant l'approche de génération et mise en données automatiques du modèle de fibre proposée dans le Chapitre 2, couplée à une analyse de sensibilité paramétrique articulée en deux étapes : une première phase de criblage pour trier les paramètres par ordre d'importance, suivie d'une étape d'analyse par décomposition de la variance. Le chapitre est subdivisé en plusieurs sections. La première propose un état de l'art sur le comportement et les propriétés en traction des fibres lin et chanvre. La deuxième section décrit la méthodologie et les outils utilisés pour l'étude numérique. Les troisièmes et quatrième sections sont dédiées à la présentation des résultats de l'analyse de sensibilité et l'analyse des différences de comportement entre lin et chanvre.

## PARTIE II

La Partie II regroupe les Chapitres 5 et 6. Elle est consacrée à l'étude du comportement mécanique exprimé à l'échelle du pli de composite UD.

Le **cinquième chapitre** ouvre ainsi la partie de l'étude dédiée à l'échelle du pli de composite. Ici, une méthodologie pour l'analyse du comportement en traction longitudinale des composites à fibres végétales basée sur une approche stochastique multi-échelle est proposée. Bien que la littérature soit riche en contributions concernant ces méthodes permettant d'analyser la transition d'échelle dans les matériaux hétérogènes, les spécificités géométriques et matérielles des composites biosourcés font que les formulations proposées s'adaptent mal à ce type de matériaux. En particulier, les méthodes multi-échelles classiquement utilisées se basent sur la définition d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER), constitué d'une portion de matière de taille limitée contenant un nombre suffisant d'hétérogénéités pour qu'elle soit représentative du matériau. Dans le cas des composites biosourcés, la définition de ce volume n'est pas triviale du fait de la complexité et la variabilité de la microstructure, et cette notion de représentativité mérite d'être discutée.

Dans ce chapitre une approche stochastique multi-échelle adaptée aux spécificités des PFCs est ainsi proposée. Elle repose sur la définition d'un volume élémentaire de composite utilisé dans une démarche stochastique de façon à simuler le comportement en traction à l'échelle du pli UD et la variabilité induite par celle des paramètres géométriques et physiques appartenant aux différentes échelles. Le pli de composite UD est ainsi représenté à travers un volume élémentaire (VE) à microstructure aléatoire, constitué d'un toron de fibres enrobé dans une matrice époxy. Les fibres étant elles-mêmes des structures hiérarchiques, la méthodologie mise en place se veut capable de balayer trois différentes échelles matérielles pour en évaluer

---

la propagation de comportement et de propriétés mécaniques de la plus fine à la plus grande : l'ultrastructure de la paroi (nano) au pli UD (méso). Le chapitre propose ainsi une description de la stratégie et du modèle adoptés, des outils numériques développés et de leur validation.

Le **sixième et dernier chapitre** a pour objectif l'analyse de la sensibilité de la rigidité apparente du pli de composite UD aux paramètres nano, micro et mésoscopiques via l'exploitation de l'approche et des outils proposés dans le chapitre précédent. L'étude est articulée en deux phases : un premier tri des paramètres par ordre d'importance via une technique de criblage par groupes, suivie d'une analyse de sensibilité par développement en polynômes de chaos de la réponse du modèle de VE. L'impact des caractéristiques morphologiques et matérielles à différentes échelles sur le comportement exprimé à l'échelle méso est ainsi évalué. Le métamodèle développé dans le cadre de l'analyse de sensibilité par développement en polynôme de chaos est enfin utilisé pour décrire finement l'influence des paramètres sur la surface de réponse en traction du pli UD.

Le manuscrit se termine par une dernière partie dressant les principales conclusions et perspectives à ce travail.



# ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES : LES COMPOSITES À FIBRES VÉGÉTALES ET LES APPROCHES NUMÉRIQUES

## Sommaire

|            |                                                                     |           |
|------------|---------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1.1</b> | <b>Introduction</b>                                                 | <b>17</b> |
| <b>1.2</b> | <b>Les fibres végétales</b>                                         | <b>18</b> |
| 1.2.1      | Généralités                                                         | 18        |
| 1.2.2      | Structure et aspects morphologiques                                 | 19        |
| 1.2.3      | Ultra-structure et constituants de la paroi cellulaire              | 21        |
| 1.2.4      | Mécanismes physiques observés sous sollicitation à traction         | 23        |
| 1.2.5      | Comportement non-linéaire en traction                               | 23        |
| <b>1.3</b> | <b>Les composites UD à fibres végétales</b>                         | <b>30</b> |
| 1.3.1      | Types de renfort                                                    | 30        |
| 1.3.2      | Spécificités des composites renforcés par fibres végétales          | 32        |
| 1.3.3      | Comportement non-linéaire en traction                               | 35        |
| 1.3.4      | Variabilité                                                         | 36        |
| <b>1.4</b> | <b>Modélisation : de la fibre au composite</b>                      | <b>38</b> |
| 1.4.1      | Échelle micro : modélisation des systèmes à paroi végétale          | 38        |
| 1.4.2      | Échelle méso et macro : modélisation du comportement des composites | 44        |
| <b>1.5</b> | <b>Conclusion</b>                                                   | <b>49</b> |

## 1.1 INTRODUCTION

Ce premier chapitre est consacré à une synthèse des caractéristiques des composites renforcés par des fibres végétales et des approches en modélisation proposées dans la littérature qui visent à prédire leur comportement mécanique. Ces matériaux



sont constitués d'un **renfort de fibres cellulosiques enrobé dans une matrice polymère** (thermodurcissable ou thermoplastique).

Les fibres végétales ont été utilisées pour renforcer les matériaux de construction depuis l'aube de la civilisation [Rowell 08]. Cependant, ce n'est qu'à partir des années 80 que l'intérêt pour les composites renforcés de fibres naturelles est explosé, avec une croissance exponentielle de l'activité de recherche sur le potentiel des composites renforcés à la fois de bois et de fibres non ligneuses [Müssig 10]. À ce jour, bien que la recherche ait progressé à pas de géants à ce sujet, l'utilisation de ce type de matériaux pour des applications structurales reste limitée [Shah 14]. Les raisons sont liées à certaines spécificités du renfort végétal, qui demandent une attention particulière du point de vue de l'ingénierie des matériaux et des structures, à savoir la durabilité, la sensibilité à l'humidité, le comportement non-linéaire, etc. [Bourmaud 18, Gurunathan 15, Shah 13a]. Néanmoins, plusieurs auteurs ont souligné le potentiel séduisant des PFCs (**Plant Fibre Composites**) pour ce type d'applications [Ramesh 17b, Doumbia 15].

Ce chapitre vise à dresser une description succincte des caractéristiques de ces matériaux, en se focalisant notamment sur les spécificités structurales du renfort végétal et le comportement non-linéaire en traction exprimé.

Il est articulé en trois parties. En premier abord, une description des fibres végétales et des mécanismes physiques observés lorsqu'elles sont soumises à traction est proposée. Ensuite, le focus est porté sur les composites renforcés par des telles fibres et sur le comportement non-linéaire en traction les caractérisant. Finalement, un état de l'art concernant les modèles proposés dans la littérature pour décrire le comportement des fibres et des composites biosurcés est établi.

## 1.2 LES FIBRES VÉGÉTALES

### 1.2.1 GÉNÉRALITÉS

La nature offre un large panel de fibres, qui peuvent être classées selon leur origine :

- *minérale* : issues de roches (amiante, wollastonite, sépiolite), les fibres minérales présentent d'excellentes propriétés thermiques et électriques. Cependant, elles sont susceptibles d'avoir un effet néfaste sur la santé en cas d'inhalation [ANSES 15] ;
- *animale* : elles peuvent être récoltées à partir de poils d'animaux (laine) ou bien être le produit de sécrétion de certains invertébrés (ver à soie, araignées). Les fibres de soie présentent des propriétés mécaniques remarquables [Dinh 09], mais une production à l'échelle industrielle de ce type de fibres demeure inconcevable ;
- *végétale* : issues de plantes annuelles (ayant un cycle de vie inférieur à un an) et pluriannuelles, ou d'arbres, ces fibres sont à ce jour les fibres naturelles les plus utilisées dans l'industrie.

En ce qui concerne les applications composites, les fibres végétales les plus largement utilisées sont celles issues des **plantes annuelles**. Elles peuvent être distinguées selon leur origine dans la plante :

- partie extérieure de la tige (lin, chanvre, jute,...) ;
- feuilles (abaca, sisal, alfa,...) ;
- graines (kapok,...)
- fruit (coco).

Les fibres extraites de la partie extérieure de la tige (*extra-xylémiennes*) représentent à ce jour le type de renfort le plus utilisé dans les application techniques. En effet, la fonction principale de ces fibres au sein de la tige est le soutien mécanique de la plante : cela leur confère des propriétés mécaniques très intéressantes pour des applications structurales.

L'intérêt porté à ce type de renfort naturel est également lié à leur **faible densité**, leur donnant des **propriétés mécaniques spécifiques** proches (voir meilleures) de celle du verre, notamment dans le cas du lin [Pil 16].

D'un point de vue **socio-économique**, il s'avère que ces fibres ont des grands avantages. Leur production a, en effet, un coût très faible [FAO 12]. Cependant, leur fragilité entraîne des étapes supplémentaires dans le procédé de fabrication pour rendre le renfort manipulable, ce qui fait que le coût de fabrication de renfort à base de fibres végétales est, à ce jour, plus élevé que dans le cas des fibres synthétiques [Ho 12].

Les fibres végétales représentent également une source d'emploi importante dans les pays émergents [FAO 15].

Finalement, dans le contexte actuel de développement durable, leur **biodégradabilité** et la possibilité de **recyclage** en font des matériaux très intéressants dans un cadre industriel [Joshi 04].

### 1.2.2 STRUCTURE ET ASPECTS MORPHOLOGIQUES

La paroi des fibres végétales est constituée de couches concentriques, dont le nombre et l'épaisseur varient selon l'espèce et la position dans la plante, comme montré dans la Figure 1.1. Étant donnée la variabilité observée d'un point de vue structural, il n'est pas possible d'assimiler toutes les fibres à un simple empilement constitué d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire (divisée à son tour en couches  $S_1$ ,  $S_2$  et  $S_3$ ), en raison de la complexité de certaines d'entre elles, telles que les fibres de bambou. Si on compare la structure des fibres de bambou et de lin, par exemple, il est possible de remarquer que, si dans le cas du lin il y a une sous-couche de la paroi secondaire (la  $S_2$  notamment) qui présente une épaisseur beaucoup plus importante par rapport aux autres strates, dans le cas du bambou toutes les couches ont une épaisseur comparable [Liese 85]. Ces aspects structuraux revêtent un rôle fondamental dans le comportement mécanique exprimé par la fibre et doivent être pris en compte lors de la construction de modèles de comportement adaptés.

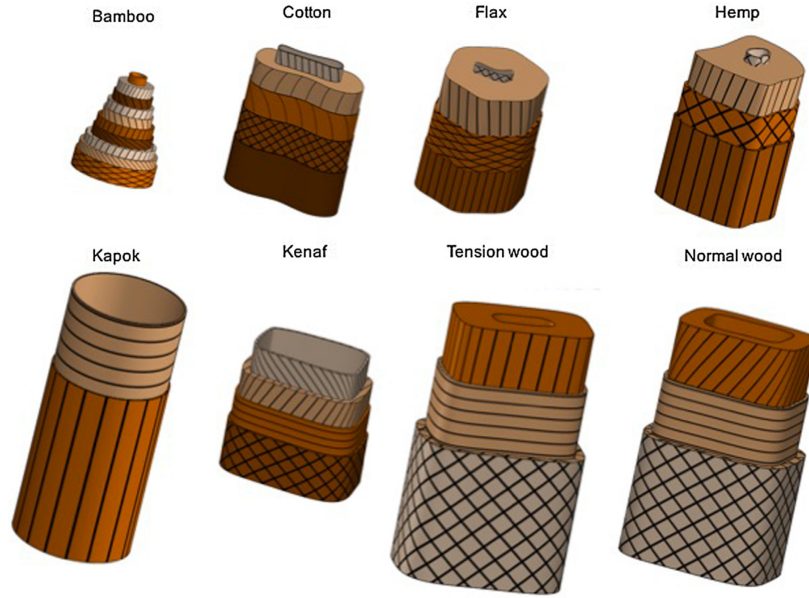


FIGURE 1.1 – Représentation schématique de la structure de différents types de fibres, extrait de [Bourmaud 18].

En ce qui concerne les aspects morphologiques, les fibres végétales se caractérisent par une variabilité et une complexité remarquables. La Figure 1.2 montre trois images microscopiques de sections transverses de fibres de lin, chanvre et bois *in planta*. Les fibres présentent des **géométries différentes**, d'abord en ce qui concerne leurs dimensions [Mohanty 05], mais également en termes de forme de la section droite : certaines fibres ont des géométries **quasi cylindriques** (kapok, bambou [Bourmaud 18]), d'autres **hexagonales** (lin [Charlet 08]) ou **rectangulaire** (bois, [Persson 00]). D'autres, telles que celles de chanvre, ont une forme presque elliptique, avec un **contour plus au moins irrégulier** [François 15].

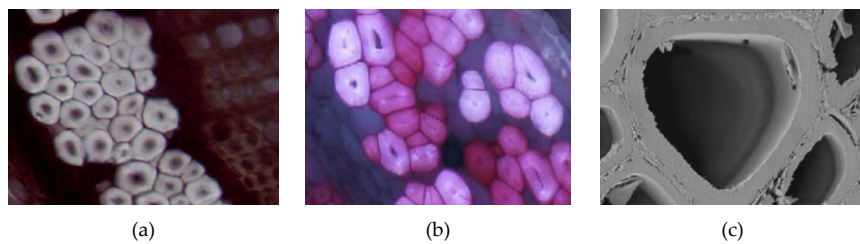


FIGURE 1.2 – Images microscopiques de fibres de lin (a) [Bourmaud 15], chanvre (b) [François 15] et bois (c) [Ruelle 11].

Un autre critère important pour évaluer les aspects morphologiques des fibres est la taille du *lumen* (vide central qui accueille le noyau et le cytoplasme jusqu'à maturité). Certaines fibres ont un *lumen* de taille importante par rapport à la paroi (Figure 1.2c), tandis que d'autres présentent un vide central beaucoup moins impor-

tant (Figure 1.2a et b). La proportion *lumen*/paroi dépend de la fonction de la fibre dans la plante : celles qui ont un rôle de soutien, par exemple, ont généralement un petit *lumen* par rapport aux dimensions globales de la fibre.

Un autre aspect important concerne la variation de forme et de surface de la section droite en fonction de la position dans la longueur de la fibre. Charlet et al. [Charlet 10] proposent une étude dédiée à la détermination de l'évolution des dimensions de la section droite suivant la longueur de la fibre de lin. Les résultats de Figure 1.3 permettent de quantifier, dans le cas des fibres la variation de diamètre en fonction de la position sur l'axe. Tous ces aspects liés à la morphologie des fibres végétales seront traités de manière plus approfondie dans le Chapitre 3 du manuscrit, en particulier dans le cas du chanvre.

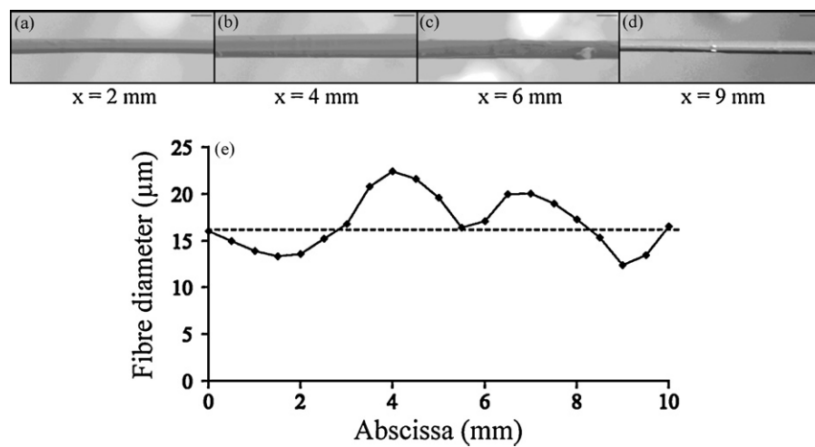


FIGURE 1.3 – Images MEB d’une fibre de lin capturées en correspondance de différentes positions le long de l’axe (a-d). Profil de diamètre correspondant (e) [Charlet 10].

### 1.2.3 ULTRA-STRUCTURE ET CONSTITUANTS DE LA PAROI CELLULAIRE

L’**ultrastructure** de la fibre est le niveau hiérarchique allant **du niveau moléculaire jusqu’aux couches de la paroi cellulaire** des fibres.

Chaque couche de la paroi végétale est constituée d’un mélange de trois polymères : **cellulose**, **hémicellulose** et **lignine** [Mohanty 05, Nishino 04].

La cellulose est le constituant principal de la matière végétale. Au sein de la paroi cellulaire, elle se présente sous deux formes, **cristalline ou amorphe**, selon l’arrangement plus ou moins ordonné de sa structure macromoléculaire [Cook 01, Lennholm 94]. La cellulose cristalline a des propriétés mécaniques extrêmement élevées [Dufresne 12]. C’est le polymère le plus rigide et résistant de la paroi et c’est celui qui confère les bonnes performances mécaniques à la paroi et aux fibres.

La famille des hémicelluloses comporte une large gamme de carbohydrates à chaînes complexes et plus courtes que celles de la cellulose [Altaner 08, Biagiotti 04b].

La lignine, très présente dans les fibres de bois notamment, est un polymère amorphe de nature phénolique, partiellement responsable des propriétés d’hydrophilie des fibres [Olesen 99].

Les molécules de cellulose sont des chaînes linéaires, particulièrement adaptées à la

formation de liaisons hydrogène intra et inter-moléculaires. Elles forment notamment des faisceaux de cristallites, appelées **microfibrilles**, qui mesurent quelques nanomètres en largeur et plusieurs micromètres en longueur [Eichhorn 01, Hearle 63]. Les microfibrilles peuvent être assimilées à des filaments de cellulose cristalline entourés par une couche de cellulose amorphe [Fahlén 05]. Elles sont observées sous forme d'agrégats de filaments enrobés dans un mélange de lignine et hémicellulose, comme montré en Figure 1.4 [Andersson 06].

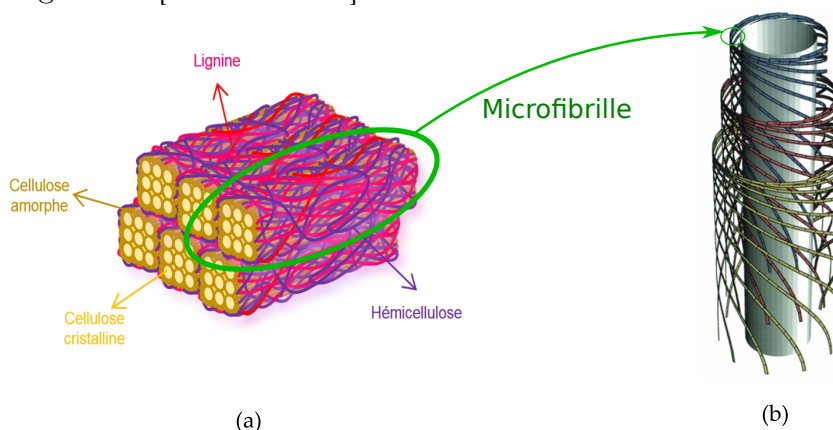


FIGURE 1.4 – Représentation schématique des constituants de la paroi végétale (a), avec mise en évidence des microfibrilles et de leur organisation en hélice [Emons 98](b).

Chacune des couches qui constituent la paroi de la fibre est composée de lamelles concentriques qui consistent en un enroulement en spirale de ces agrégats de microfibrilles et matrice amorphe, avec un angle d'enroulement différent pour chaque sous-couche [Wang 01]. Cet angle est nommé **angle des microfibrilles (AMF)**. Plusieurs auteurs ont mis en évidence la présence de zones de dislocations dans les couche  $S_2$  des fibres de lin et de chanvre [Hernandez-Estrada 16, Hughes 12, Nilsson 07, Thygesen 07b]. Thygesen et al. montrent, dans le cas de fibres de chanvre, que les dislocations (également appelés genoux) sont caractérisées par une forte différence d'AMF par rapport aux autres zones de la fibre. Les genoux peuvent apparaître pendant la croissance de la plante suite à l'apparition d'un phénomène de flambement local de la paroi provoqué par le vent ou par un déficit hydrique ([Thygesen 07a]). Elles peuvent également être une conséquence du traitement mécanique subi par les fibres lors de l'extraction ou du défibrage ([Hernandez-Estrada 16]). Le mode d'extraction des fibres peut avoir une influence sur le quantité de défauts créés et donc indirectement sur le comportement exprimé par les fibres. L'impact de l'apparition des dislocations sur les propriétés mécaniques des fibres et sur leur comportement en traction, n'a pas encore été établi avec certitude. Il est cependant raisonnable de supposer que la présence des zones caractérisées par un angle des microfibrilles différent par rapport au reste de la fibre affecte, au moins en partie, la rigidité globale de la fibre, comme souligné dans les travaux de [Thygesen 07b].

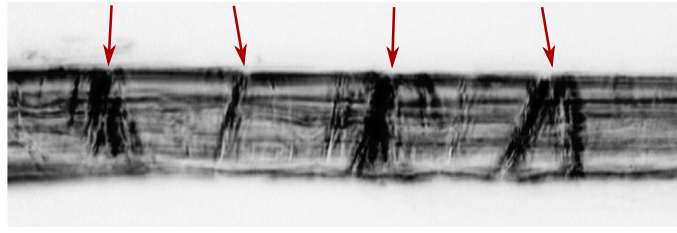


FIGURE 1.5 – Mise en évidence des zones de dislocations dans une fibre de chanvre d’après [Thygesen 07b].

#### 1.2.4 MÉCANISMES PHYSIQUES OBSERVÉS SOUS SOLlicitATION À TRACTION

#### 1.2.5 COMPORTEMENT NON-LINÉAIRE EN TRACTION

Les fibres végétales expriment généralement un comportement non-linéaire lorsqu’elles sont sollicitées en traction dans la direction longitudinale [Lefeuvre 14a, Bourmaud 13b, Cisse 14, Placet 12a, Aslan 12, Duval 11, Fan 10, Charlet 09]. Placet et al. [Placet 12a] ont montré que, dans le cas d’essais monotones, les fibres de chanvre expriment trois types de comportements (Figure 1.6a) :

- *Type I* : purement linéaire ;
- *Type II* : linéaire avec une diminution de la rigidité apparente à partir d’un certain seuil ;
- *Type III* : linéaire en début de chargement, suivi par une zone de non-linéarité s’exprimant à travers une chute de la rigidité apparente suivie d’une rapide augmentation.

Les types de non-linéarité observés pour le chanvre sont caractéristiques des fibres végétales [Lefeuvre 14b, Bourmaud 13b, Duval 11]. Dans une autre étude [Placet 12a], les auteurs montrent que le comportement non-linéaire s’exprime également lors d’essais cycliques charge-décharge à travers une chute initiale de la rigidité apparente, suivie par la récupération de la rigidité initiale (Figure 1.6b), tout comme il a été observé à l’échelle des composites. Jusqu’à présent, le comportement non-linéaire a été généralement attribué à trois caractéristiques des fibres :

- La valeur initiale de l’angle de microfibrilles de cellulose (AMF). Page et al. [Page 71] ont étudié dans les années 70 les origines possibles du comportement en forme de S des fibres de bois en utilisant une approche expérimentale. Ils ont montré que la forme non-linéaire de la courbe de traction dépend fortement de l’AMF en début de chargement ;
- La variation de l’AMF dans la longueur de la fibre. Le comportement en traction non linéaire des fibres de chanvre et de bois a été expliqué et modélisé respectivement par Nilsson et Gustafsson [Nilsson 07] et Sedighi Gilani [Sedighi Gilani 06] en introduisant des dislocations (ou genoux) dans la structure hélicoïdale des microfibrilles de cellulose ou en supposant une distribution

non-uniforme le long de la fibre et en considérant un comportement élasto-dissipatif pour les polymères amorphes.

- La réorientation des microfibrilles de cellulose quand la fibre est soumise à traction [Placet 09].

D'autres auteurs ont attribué ce comportement non linéaire à un mécanisme de type *stick-slip* à l'intérieur de la paroi fibre [Altaner 08, Keckes 03] (cf. Section 1.2.5.4).

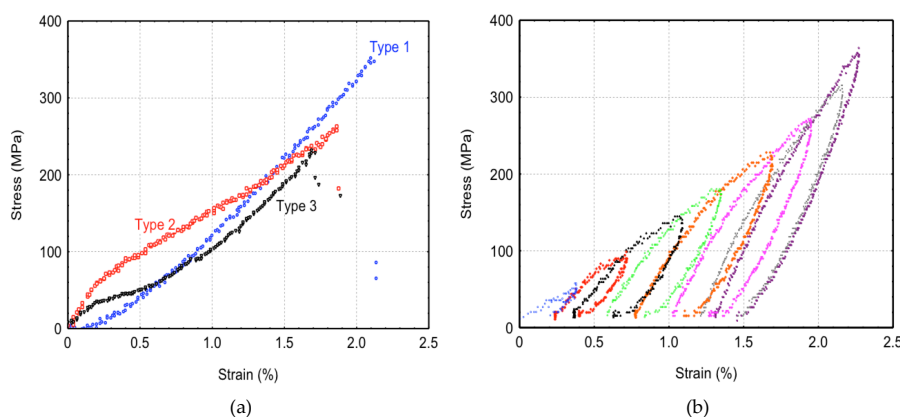


FIGURE 1.6 – Comportement en traction de fibres de chanvre : essais monotones [Placet 12a](a) et essais cycliques [Placet 14](b).

Placet et al. [Placet 14] ont proposé un scénario pouvant expliquer le comportement non-linéaire *Type III* observé dans le cas des fibres de chanvre (cf. Figure 1.7). Dans la première partie de la courbe contrainte-déformation (I), l'allure linéaire du comportement est souvent attribuée à la déformation élastique des constituants semi-cristallins et amorphes de la paroi de la fibre. Néanmoins, les auteurs montrent que des déformations irréversibles apparaissent également à ces faibles niveaux de déformation. La déformation élastique des polymères constitutifs est vraisemblablement accompagnée par des réarrangements microstructuraux, tels que la réorientation des microfibrilles de cellulose, pouvant entraîner des déformations différées résiduelles. Au-delà du seuil  $i_1$ , la contrainte de cisaillement dans la paroi de la fibre pourrait provoquer un écoulement visqueux dans la matrice amorphe, avec un blocage à la nouvelle position, expliquant la déformation irréversible et la diminution significative de la rigidité des fibres dans la deuxième partie de la courbe contrainte-déformation (II). La contrainte de cisaillement affecte non seulement les polymères amorphes, mais également l'interface entre les microfibrilles de cellulose et la cellulose amorphe, ainsi que l'interface entre les microfibrilles elles-mêmes. La cellulose amorphe pourrait partiellement cristalliser au-delà d'un certain seuil et jusqu'au deuxième point d'inflexion  $i_2$ , ce qui correspond probablement au point de saturation de la cristallisation. Cette cristallisation induite par une contrainte conduit à une rigidification de la fibre dans la direction axiale. La rigidification réversible des fibres est attribuée à l'extension des microfibrilles de cellulose dans la matrice amorphe. Dans la dernière



partie de la courbe de traction (III), les mécanismes décrits sont associés à un réalignement significatif et réversible des microfibrilles de cellulose dans les zones de dislocation.

Malgré les nombreux scénarios proposés par différents auteurs dans la littérature, une compréhension approfondie des mécanismes physique qui sont à la base du comportement complexe observé à l'échelle des fibres, et donc des composites, reste à ce jour un objectif scientifique majeur qui doit être atteint afin de pouvoir dimensionner correctement des structures en composites biosourcés.

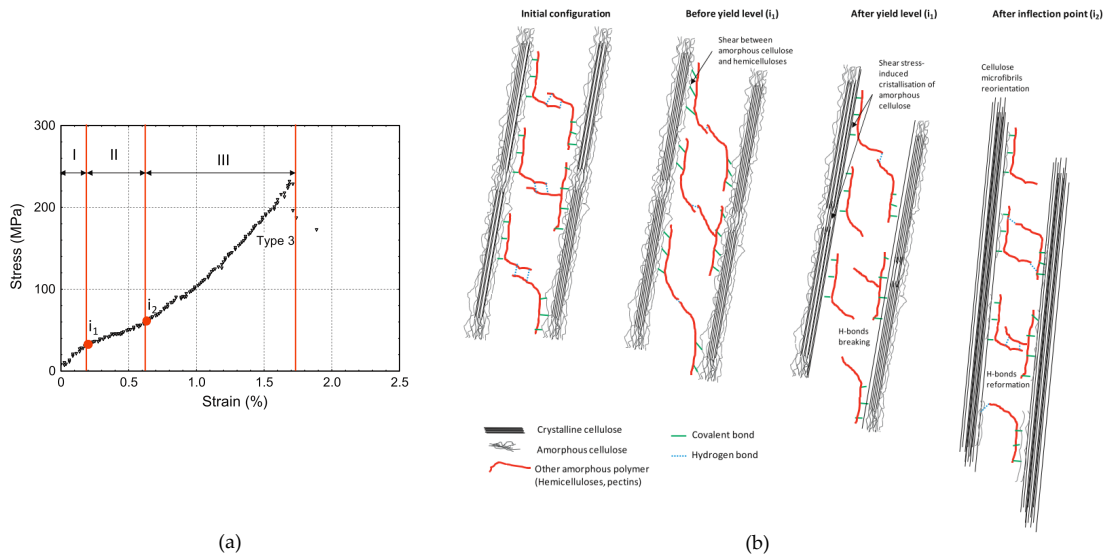


FIGURE 1.7 – Comportement *Type III* (a) et scénario proposé par Placet et al. [Placet 14] (b) pour expliquer le comportement en traction non-linéaire exprimé par les fibres de chanvre.

### 1.2.5.1 RÉORIENTATION DES MICROFIBRILLES

Lorsque la fibre est sollicitée en traction, l'angle d'enroulement des microfibrilles par rapport à l'axe de la fibre a tendance à diminuer, comme montré en Figure 1.8. Plusieurs auteurs ont observé le redressement des microfibrilles à travers des essais *in situ* sur différents types de fibres, en mesurant l'évolution de l'AMF par diffraction des rayons X. Kölln et al. [Kölln 05] ont montré un redressement des microfibrilles de cellulose rigides dans la matrice plus souple constituée de lignine et hémicellulose pendant un essai statique sur fibres de lin et de bois. Martinschitz et al. [Martinschitz 08] ont également observé ce phénomène par diffraction aux rayons X, cette fois sous essais cycliques sur fibres de coco. Placet et al. [Placet 11b] ont à leur tour observé *in situ* l'évolution de l'AMF pendant un essai de traction sur des faisceaux de fibres de chanvre. Ils ont montré notamment que l'évolution de l'AMF est en phase avec les variations de rigidité axiale apparente liées au comportement non-linéaire exprimé (Figure 1.8).



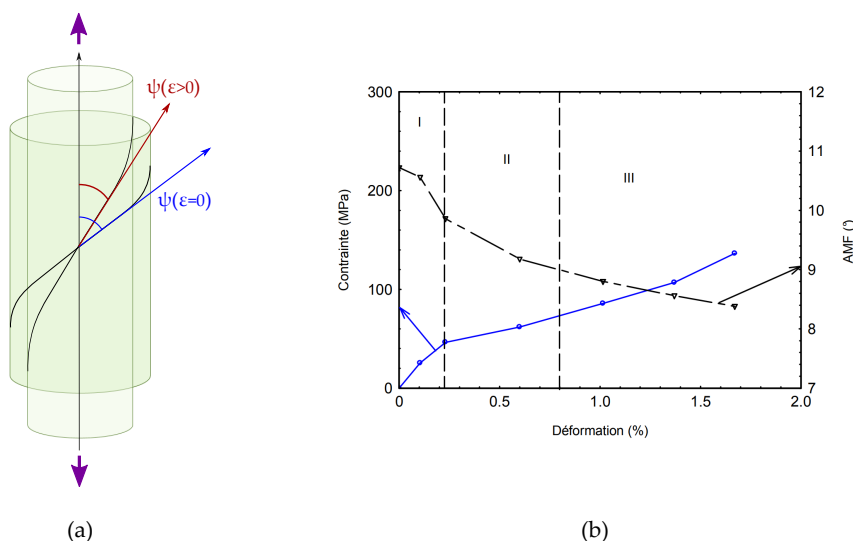


FIGURE 1.8 – Représentation de la réorientation des microfibrilles sous chargement de traction de la fibre (a). Évaluation de la variation de l'AMF pendant un essai de traction *in situ* combinée à la diffraction au rayons x sur un faisceau de fibres de chanvre (b) [Placet 11b].

La réorientation des microfibrilles dans l'axe principal de la fibre est en effet généralement considérée comme étant la raison principale de la rigidification des fibres soumises à des sollicitations cycliques, ainsi qu'une des origines possibles du comportement non-linéaire exprimé en traction.

#### 1.2.5.2 CRISTALLISATION

Un autre phénomène induit par la sollicitation en traction des fibres est la **cristallisation des zones amorphes de la paroi cellulaire**. En effet, Astley et Donald [Astley 03, Astley 01] mettent en évidence, en utilisant encore une fois la diffraction des rayons X, une cristallisation induite par les contraintes de cisaillement dans la paroi cellulaire provoquées par le chargement en traction de la fibre.

Ce phénomène, bien connu de la communauté polymère, est parfois visible lorsqu'un polymère initialement amorphe est étiré. La déformation provoque une cristallisation induite par la contrainte une fois que des directions "privilegiées" apparaissent dans le matériau [Allegra 86]. Puisque dans leurs travaux la cristallisation débute aux premiers pas de chargement, Astley et Donald concluent que les chaînes de cellulose non cristallines sont initialement orientées parallèlement aux cristaux de cellulose, et que les zones de matière considérées amorphes présentent en réalité un arrangement moléculaire non-aléatoire.

La cristallisation peut avoir comme conséquence une augmentation de la rigidité globale de la fibre et peut donc contribuer au comportement non-linéaire observé en traction [Placet 14, Trivaudey 15].

## 1.2.5.3 VISCOÉLASTICITÉ

En raison de la composition polymérique de la paroi de la fibre, il est légitime de supposer que les fibres expriment un comportement viscoélastique plus ou moins important, y compris dans la direction axiale.

La dépendance au temps du comportement des fibres libériennes n'a été que très peu étudiée dans la littérature. Mis à part les travaux proposés précédemment par l'équipe sur l'identification des propriétés viscoélastiques des fibres de chanvre via une campagne d'essais de fluage sous différentes conditions d'humidité et température (cf. Figure 1.9), quasiment aucun travail n'est dédié au comportement différé des fibres issues de plantes annuelles dans la littérature. Yu et al. [Yu 11] proposent une étude sur les fibres de bambou, pour lesquelles ils montrent, via l'utilisation d'un dispositif expérimental innovant, la dépendance du temps de la déformation en fluage. Keryvin et al. [Keryvin 15] ont étudié, à leur tour, le comportement viscoélastique local de la paroi cellulaire des fibres de lin par nanoindentation.

Il a été observé que, tout comme dans le cas des fibres de bois [Dong 10, Olsson 07, Habeger 01], le comportement viscoélastique des fibres libériennes dépend fortement des conditions environnementales d'humidité et température [Yu 11, Guicheret-Retel 15, Sedlachek 95]. Dans le cas du bois, un couplage hygro-mécanique, appelé mécano-sorption [Dong 10], provoque, sous sollicitation mécanique constante, une variation de la vitesse de déformation induite par une variation d'humidité relative. Le même phénomène a été observé par Cisse et al. [Cisse 15] dans le cas des fibres de chanvre. Contrairement aux composites renforcés de fibres de verre ou de carbone, un comportement différé des composites biosourcés pourrait résulter à la fois de la matrice mais également des fibres, ce qui rend davantage incontournable l'identification du comportement viscoélastique du renfort végétal en vue de l'implémentation d'un modèle capable de prédire de façon fiable la réponse mécanique des fibres.

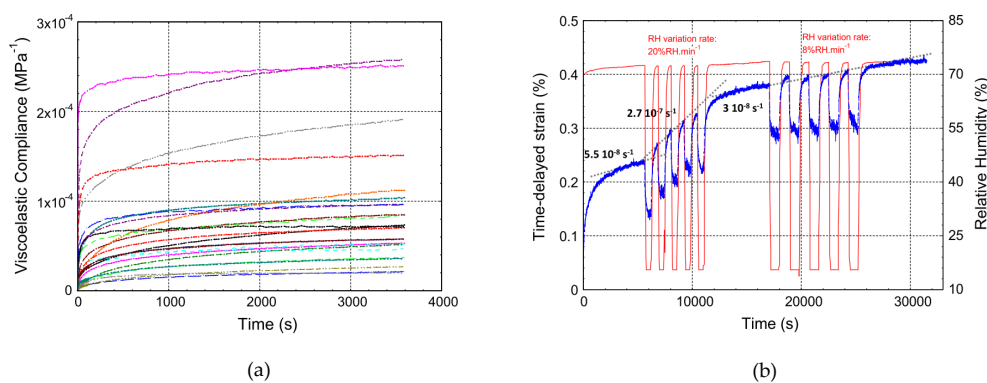


FIGURE 1.9 – Évolution de la déformation par fluage de 25 fibres de chanvre sous environnement constant [Cisse 15] (a). Évolution de la déformation différée en fonction du temps pour une fibre de chanvre soumise à deux différents cycles d'humidité [Guicheret-Retel 15].

#### 1.2.5.4 PHÉNOMÈNES IRRÉVERSIBLES

En ce qui concerne les phénomènes irréversibles induits par la sollicitation en traction des fibres végétales, leur identification demeure un verrou scientifique majeur dans la communauté. En effet, plusieurs observations témoignant d'un **comportement irréversible de type plastique et/ou endommagé ont été observés par différents auteurs** [Beaugrand 17, Fuentes 17, Le Duigou 14, Charlet 08, Baley 02]. Cependant, il n'existe à ce jour et à notre connaissance aucune étude permettant de caractériser finement et de discriminer l'apparition de l'un ou de l'autre de ces phénomènes.

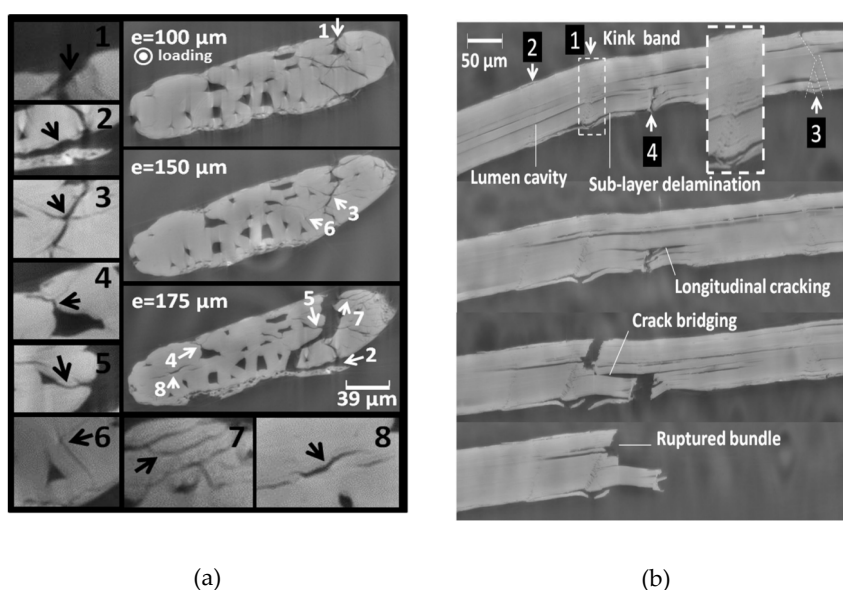


FIGURE 1.10 – D'après [Beaugrand 17], mise en évidence des mécanismes d'endommagement dans la paroi cellulaire par microtomographie synchrotron aux rayons x sur faisceau de fibres de chanvre (a). Rôle des défauts dans la rupture des fibres (b).

Ces phénomènes irréversibles peuvent provenir de différentes origines. La première est tout simplement liée à la réponse supposée plastique de certains constituants. Dans leurs études dédiées aux fibres de lin, Nilsson et al. [Nilsson 07] et Thuault [Thuault 11] montrent que la plasticité des zones amorphes de la paroi cellulaire (hémicellulose en particulier) peut expliquer le type de comportement en traction non-linéaire généralement observé pour ce type de fibres.

Le deuxième type de phénomène plastique généralement considéré est de type "**stick-slip**" : observé et étudié plus largement dans le cas des fibres de bois [Altaner 08, Keckes 03], ce mécanisme est à la base de la réorientation des microfibrilles pendant la traction de la fibre et repose sur le glissement des microfibrilles les unes par rapport aux autres dans la matrice amorphe, constituée principalement d'hémicellulose, déformée en cisaillement. Ce mouvement relatif entre microfibrilles est déterminé par la rupture des liaisons hydrogène et la formation de nouvelles liaisons. Ce mécanisme, également appelé "stick-slip", aurait pour conséquence la manifestation d'un com-

portement non-linéaire multi-phasique (pseudo-plasticité et rigidification) de la fibre en traction.

Plusieurs travaux proposés dans la littérature révèlent l'apparition des mécanismes d'endommagement à l'intérieur de la paroi végétale. L'étude récente de Beaugrand et al. [Beaugrand 17] (voir Figure 1.10a) fournit des éléments de réponse concernant l'échelle matérielle concernée par les mécanismes d'endommagement à l'intérieur de la paroi végétale via des essais *in situ* basés sur la tomographie synchrotron aux rayons X. Les auteurs montrent en particulier que l'endommagement est un phénomène de nature hiérarchique, conséquence de mécanismes intervenant à différentes échelles matérielles.

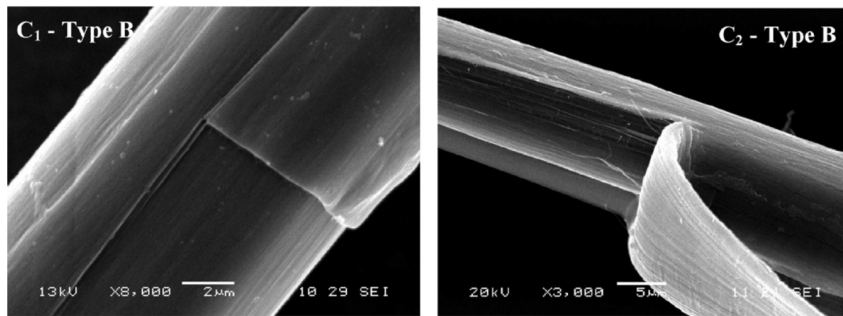


FIGURE 1.11 – Mise en évidence du délaminage entre couches dans la paroi de fibres de lin [Le Duigou 12].

Le caractère multiéchelle des mécanismes d'endommagement est également mis en évidence par Le Duigou et al. [Le Duigou 12]. Les auteurs observent pour la première fois le mécanisme de délaminage entre couches de la paroi végétale via des essais de déchaussement de microgouttes de PLLA sur fibres unitaires de lin (Figure 1.11). En passant à une échelle supérieure, les résultats des travaux proposés par Fuentes et al. [Fuentes 17] montrent l'évolution des champs de déformation sur fibres techniques de chanvre sous chargement de traction (Figure 1.12). Les champs mettent en évidence l'apparition et l'évolution de l'endommagement à la surface des fibres techniques, *i.e.* des zones à  $\varepsilon = 0$ , pendant l'essai jusqu'à la rupture.

L'endommagement semble donc être un phénomène hiérarchique complexe, provoqué par des mécanismes physiques variés et pour cela très peu caractérisé d'un point de vu expérimental. Même si les données expérimentales (et les techniques associées) ne permettent pas encore de documenter précisément les mécanismes d'endommagement à l'échelle de la paroi végétale, il est légitime de penser que ceux-ci soient de même nature et aussi complexes que ceux observés dans n'importe quelle structure composite stratifiée.

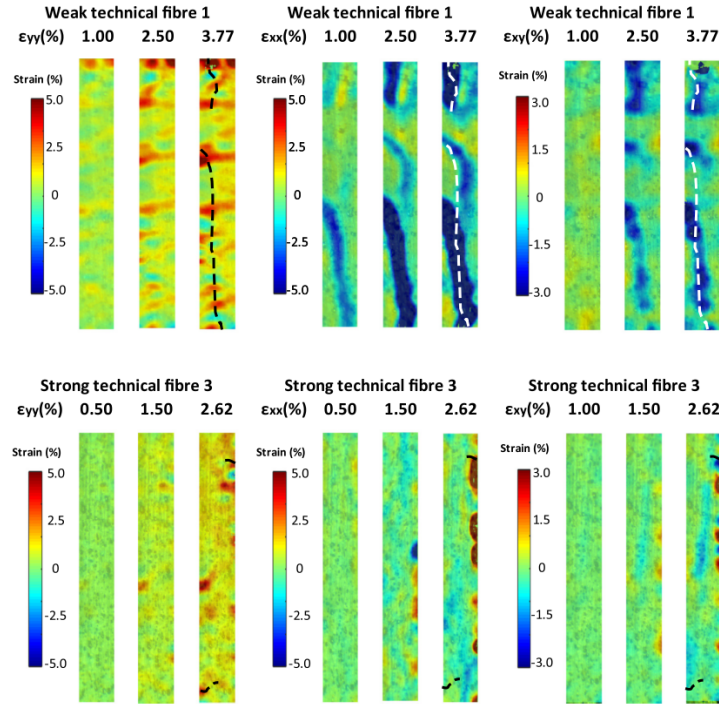


FIGURE 1.12 – Mesure des champs de déformation sur fibres techniques de chanvre [Fuentes 17].

Nous avons donc vu que les fibres végétales sont caractérisées par une structure hiérarchique complexe et que, lorsqu'elles sont sollicitées en traction, plusieurs mécanismes physiques se manifestent à différentes échelles matérielles. Ces caractéristiques peuvent avoir des répercussions sur le comportement exprimé à l'échelle des composites renforcés par des telles fibres, qui font l'objet de la partie qui suit.

## 1.3 LES COMPOSITES UD À FIBRES VÉGÉTALES

### 1.3.1 TYPES DE RENFORT

Les composites à renfort continu peuvent être distingués en plusieurs familles selon les caractéristiques du renfort :

- Composites renforcés par *fibres courtes* : ils sont composés de fibres de petite taille (millimétrique) disposées aléatoirement (sans orientation privilégiée) dans la matrice et ils ont un comportement isotrope.
- *Mats* : ils sont constitués de fibres de longueur limitée (centimétrique) disposées également de façon aléatoire dans la matrice. Ce type de renfort donne lieu à des matériaux qui ont un comportement quasi-isotrope ;
- Composites à **renfort continu** : constitués de fibres longues orientées selon une ou plusieurs directions. Les composites résultants expriment par conséquence

un comportement anisotrope (exception faite pour une stratification conduisant à un comportement quasi isotrope).

Ces derniers peuvent à leur tour être distingués selon leurs dimensions et orientation (Figure 1.13) :

- *1D* : ruban (ou mèches) de fibres assemblées dans une même direction ;
- *2D mono ou multiaxiaux* : assemblage dans le plan de rubans (ou mèches). Cet assemblage peut être orienté dans une (renforts *unidirectionnels* ou *UD*), deux, trois ou plusieurs directions. Les renforts tissés, tressés ou tricotés font partie de cette famille.
- *3D* : dans ce cas, les mèches sont intégrées dans l'épaisseur d'un renfort 2D de façon à améliorer la résistance de la structure dans la direction verticale. Ils peuvent également être distingués en renforts tressés, tissés et tricotés. Les renfort NCF (*Non Crimp Fabrics*, renforts non tissés) font partie de cette famille : dans ce cas, l'association des renforts 2D dans la troisième direction est assurée par des fils de couture.

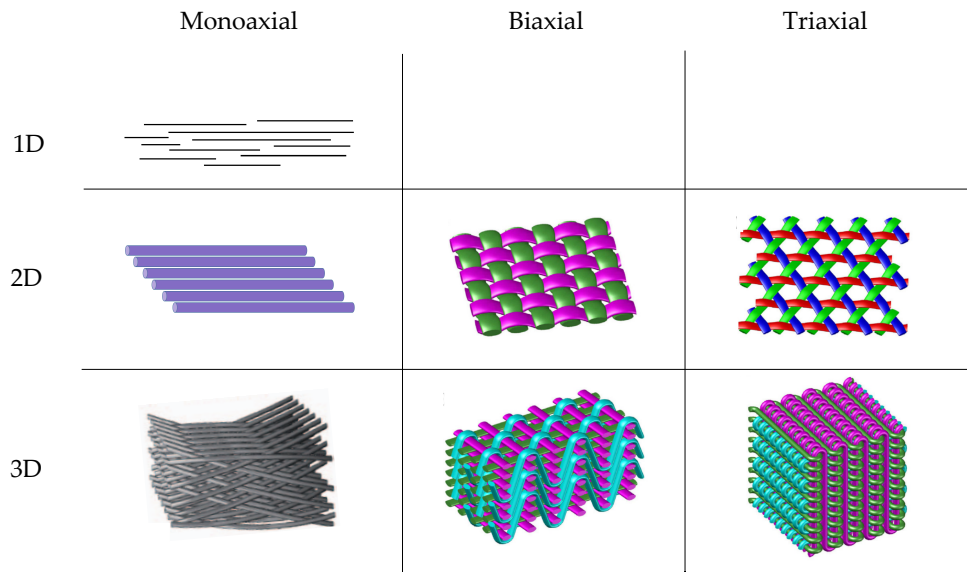


FIGURE 1.13 – Représentation schématique de la classification des renforts continus de composites selon la dimension et l'orientation [Quan 15, Yu 15, Bilisik 13].

À ce jour les mats de fibres végétales ont atteint un bon niveau de maturité technologique, témoigné par l'étendue de la gamme de produits disponibles sur le marché [Pickering 16]. Les renforts continus sont, quant à eux, en plein développement. Bien qu'ils constituent le type de renfort le plus intéressant pour des applications structurales, ils ne sont en réalité que très peu utilisés à ce jour [Shah 13a], et ce à cause de certaines caractéristiques des composites biosourcés, qui demeurent à ce jour peu maîtrisées : sensibilité à l'humidité, non-linéarité du comportement en traction et variabilité des propriétés mécaniques [Ramesh 17a]. Cependant, le potentiel de ces matériaux pour des applications structurales et semi-structurales est aujourd'hui bien

reconnu par la communauté composites et ne demande qu'à être exploré et démontré à une échelle industrielle [Pil 16, Shah 13c, Shah 13b, Lucintel 11].

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre de l'étude du comportement mécanique des composites à renfort continu, constitué de fibres extra-xylémiennes, le but étant de contribuer à la compréhension des phénomènes physiques qui sont à la base des réponses observées. L'attention est portée notamment aux composites à **renfort 2D monoaxiaux**. Ils s'agit de matériaux **hiérarchiques**, dont le comportement ne peut être appréhendé qu'en s'appuyant sur les mécanismes physiques engendrés à différentes échelles matérielles : de **l'échelle nano** des constituant de la paroi végétales à **l'échelle macro** de la structure composite.

Le recours aux méthodes expérimentales pour la compréhension de ces mécanismes physiques représente un défi majeur : la taille, la fragilité et la complexité des éléments constitutifs du renfort végétal rendent la caractérisation très coûteuse en termes de temps et de moyens déployés. Souvent, cette caractérisation s'avère tout simplement irréalisable compte tenu des moyens d'essai à notre disposition aujourd'hui. L'**investigation** adoptée dans ce travail est donc **numérique**. Dans la suite, la description des caractéristiques générales et du comportement mécanique des matériaux étudiés sera suivie d'une synthèse des principales contributions de la littérature concernant les aspects modélisation, en distinguant les modèles selon l'échelle matérielle concernée.

### 1.3.2 SPÉCIFICITÉS DES COMPOSITES RENFORCÉS PAR FIBRES VÉGÉTALES

Les composites renforcés par fibres végétales, comme montré en Figure 1.14 :

- **Échelle nano** des constituants de la paroi végétale (jusqu'à quelques  $nm$ ) ;
- **Échelle micro<sup>-</sup>** des fibres et des faisceaux de fibres (de l'ordre de dizaines de  $\mu m$ ) ;
- **Échelle micro<sup>+</sup>** des torons ou des mèches (centaines de  $\mu m$ ) ;
- **Échelle méso** du pli (de l'ordre du  $mm$ ) ;

Une des caractéristiques principales de ce type de composites est le **caractère discontinu des fibres**. Celle-ci constitue une des difficultés majeures dans la production de renforts continus. Dans le cas des renforts quasi UD, la continuité est assurée grâce à l'assemblage des fibres dans des mèches et fils torsadés (Figure 1.15a). En effet, à cause de la longueur finie des fibres, déterminée par la hauteur de la plante elle-même, l'organisation des fibres élémentaires en mèches (ou fils) torsadés représente une solution pertinente pour obtenir un renfort monodimensionnel continu. La résistance en traction du fil est conférée par le frottement fibres à fibres. Celle-ci s'accroît avec le niveau de retorsion. Goutianos [Goutianos 06] a montré que cette architecture a un impact défavorable sur la perméabilité, et donc sur l'imprégnation par la résine lors de la production du composite. La torsion de l'assemblage de fibres au-delà d'une certaine limite entraîne également une réduction de la résistance en traction du fil [Goutianos 03].

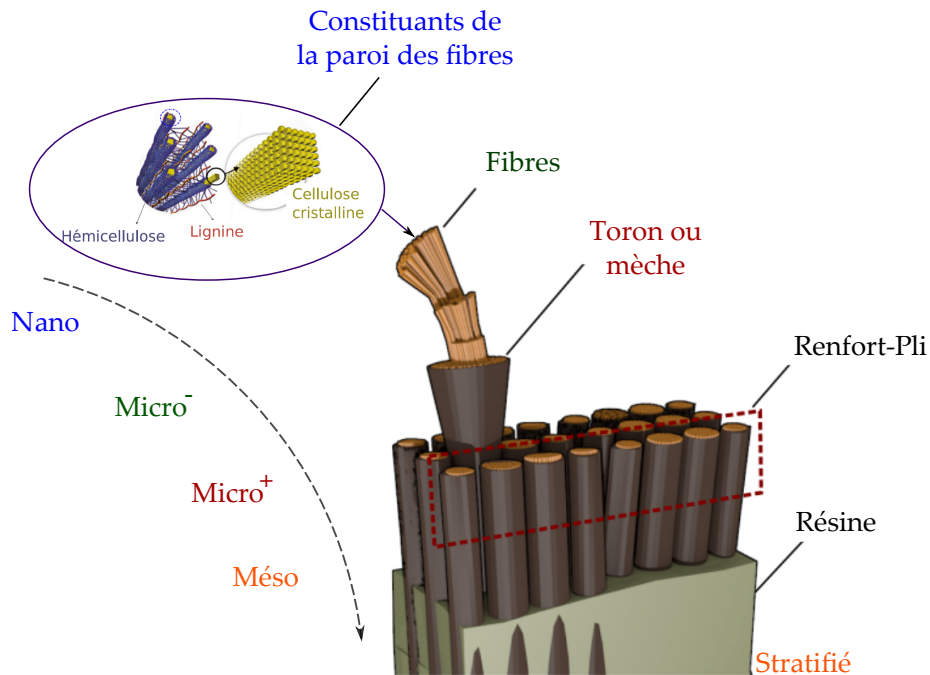


FIGURE 1.14 – Représentation de la structure multi-échelle d'un composite UD à fibres végétales.

Mais l'inconvénient majeur de ce type de structure est lié au fait que l'exploitation des propriétés mécaniques des fibres n'est pas optimisée du fait du désalignement des fibres par rapport à l'axe du renfort.

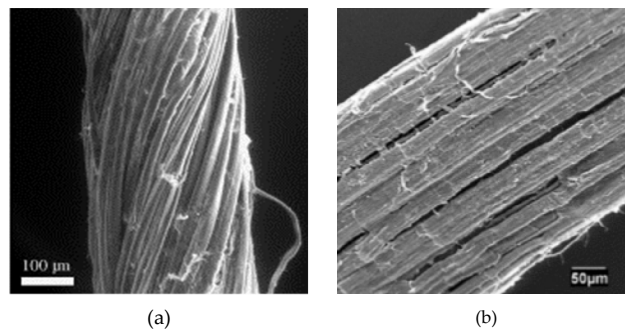


FIGURE 1.15 – Fil torsadé (a) et mèche non torsadée (b).

Ainsi, des efforts ont été consentis ces dernières années pour produire des renforts constitués de fibres parfaitement alignées. Aujourd'hui, les avancées technologiques permettent de fabriquer, pour certaines fibres végétales, des rubans et des nappes unidirectionnelles, peu ou non torsadés [Khalfallah 14] (Figure 1.15b).



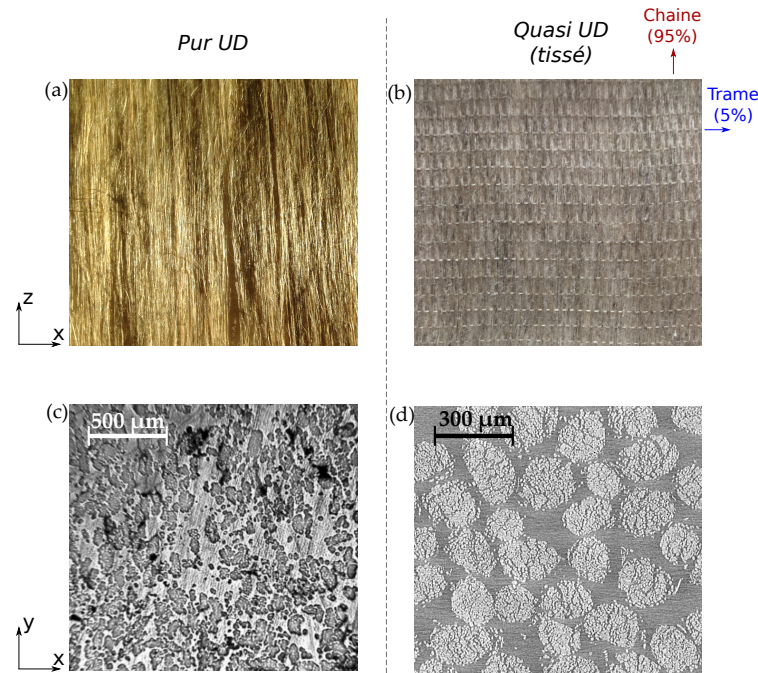


FIGURE 1.16 – Exemples de composites unidirectionnels : pur UD *FlaxTape*<sup>®</sup> (a,c) et quasi UD *FlaxPly*<sup>®</sup> (b,d). Vue dans le plan du renfort (a,b) et coupe transversale (c,d).

L'assemblage de ces structures est dans ce cas obtenu de trois façons :

- **quasi UD tissés** : au moyen d'un entrelacement perpendiculaire de mèches faiblement torsadées en chaîne et très torsadées en trame, avec une proportion volumique nettement en faveur des premières. Le *FlaxPly*<sup>®</sup> de Linéo et le *FlaxDry*<sup>®</sup> de Libeco représentent deux exemples de ce type de renfort (Figure 1.16b et d).
- **quasi UD non tissés** : via un fil de couture, qui assure la cohésion des différentes mèches dans la direction perpendiculaire à celle des fibres.
- **pur UD non tissé** : à travers un procédé de réactivation du ciment pectinique, qui assure la cohésion entre les fibres élémentaires, alignées dans une seule direction. Le *FlaxTape*<sup>®</sup> produit par Linéo est actuellement le seul produit de ce type sur le marché [Khalfallah 14] (Figure 1.16a et c) ;

Ces types de renfort se caractérisent par une distribution des fibres très différente l'une de l'autre, comme montré dans la Figure 1.16. Dans le cas du pur UD (Figure 1.16c), les fibres sont relativement bien individualisées et dispersées de façon aléatoire dans la résine, comme le montre la coupe transversale du pli de composite résultant montrée en Figure 1.16c. En ce qui concerne les quasi UD en revanche, les fibres sont organisées en mèches dont la section mesure environ  $100 \mu m$  (Figure 1.16d). Dans le cadre de cette thèse, l'intérêt est porté uniquement sur ces deux types de renfort peu ou non torsadés.

### 1.3.3 COMPORTEMENT NON-LINÉAIRE EN TRACTION

Plusieurs travaux montrent à l'échelle des composites quasi UD une réponse en traction non-linéaire [Lebrun 13, Shah 12a, Hughes 07]. En effet, en observant les courbes contrainte-déformation il est possible de distinguer deux zones : une première zone de comportement quasi-linéaire suivi par une inflexion de la courbe, qui témoigne une perte de rigidité apparente (Figure 1.17).

Les origines de ce type de comportement sont généralement attribuées à des mécanismes se produisant à différentes échelles (réorientation des microfibrilles de cellulose ou des fibres elles-mêmes au sein des fils torsadés).

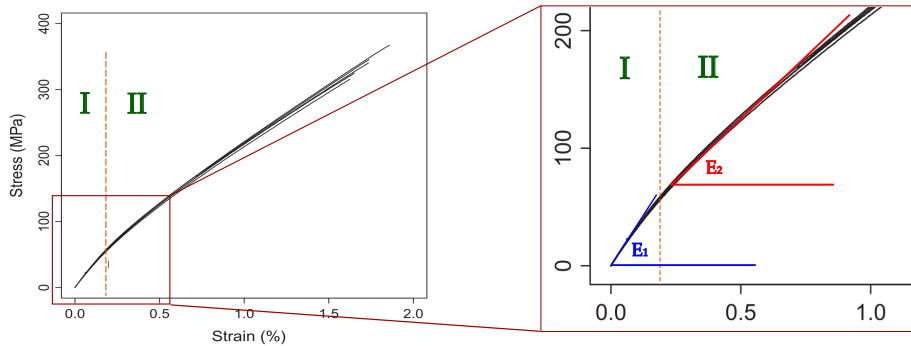


FIGURE 1.17 – Comportement en traction (essais monotones) de composites UD à base de fibres de lin [Poilâne 14].

Néanmoins, ce type de non-linéarité est observé également dans le cas de renfort UD et quasi UD peu ou pas torsadé [Shah 16, Khalfallah 14, Charlet 08]. Shah et al. [Shah 16] ont montré que lors d'essais monotones, la rigidité d'un composite UD à base de fibres végétales peut diminuer considérablement (maximum 50% par rapport à la rigidité initiale). Une telle réduction est caractéristique de ces composites [Bensadoun 17], même si elle est observée également dans le cas de composites 2D multiaxiaux élastiques-plastiques renforcés par fibres synthétiques [Stanciu 16]. Via des essais cycliques à chargement progressif, en revanche, les auteurs montrent que la diminution de rigidité est réversible et que la rigidité en début d'essai est récupérée et même dépassée (jusqu'à plus 20%) lorsque la contrainte est relâchée (Figure 1.18). De plus, lors de la phase de charge (après des cycles de charge-décharge répétés), il est possible d'observer la même diminution de rigidité observée lors des essais monotones, avec une valeur asymptotique similaire à celle observée dans le cas monotone, comme montré en Figure 1.18c.

L'étude proposée par Shah et al. confirme la complexité du comportement non-linéaire de ces matériaux et suggère ainsi qu'il résulte, au moins en partie, du comportement non-linéaire des fibres elles-mêmes.

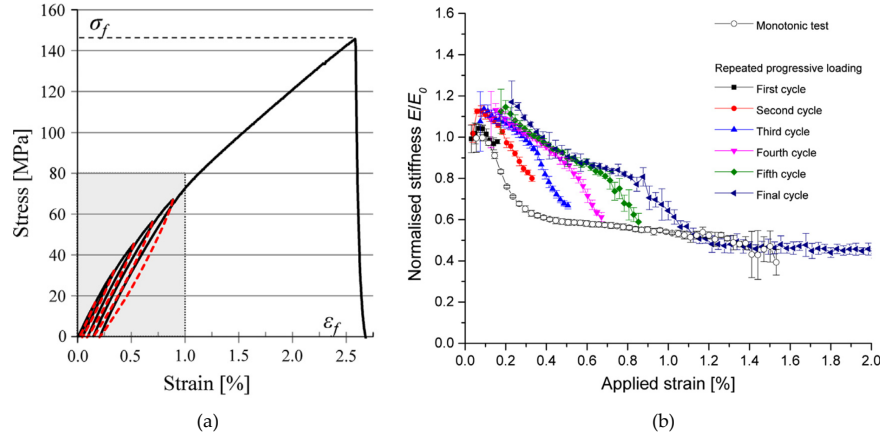


FIGURE 1.18 – Essais cycliques charge-décharge sur composites à base de fibres végétales [Shah 16] : réponse observée (a) et évolution de la rigidité (b).

### 1.3.4 VARIABILITÉ

Un autre aspect important concernant les composites renforcés par fibres végétales est la variabilité des propriétés mécaniques (cf. Table 1.1), et également du comportement en traction exprimé [Liu 16b, Liu 16a, Lebrun 13, Charlet 08, Van de Weyenberg 06, Madsen 04, Bos 04, Oksman 01]. En effet, la dispersion des

TABLE 1.1 – Synthèse des données de la littérature concernant les propriétés mécaniques des composites renforcés par fibres longues de lin et de chanvre.

|         | E [GPa]   | $\sigma_r$ [MPa] | Réf.                  |
|---------|-----------|------------------|-----------------------|
| Lin     | 35-39     | 280              | [Pickering 16]        |
|         | 14.1±1.9  | 154±47           | [Charlet 08]          |
|         | 18±3      | 218±18           | [Van de Weyenberg 06] |
|         | 30        | 119±2            | [Bos 04]              |
|         | 15±0.6    | 132±4.5          | [Oksman 01]           |
| Chanvre | 17        | 165              | [Pickering 16]        |
|         | 26-42     | 248-274          | [Lebrun 13]           |
|         | 33.8±0.6  | 294±14           | [Liu 16b, Liu 16a]    |
|         | 15±5      | 140±10           | [Islam 11]            |
|         | 20.1-26.9 | 187-251          | [Madsen 04]           |

propriétés mécaniques a toujours été un frein à une utilisation de ces matériaux pour des applications structurales. Il s'agit néanmoins d'une dispersion présumée sur la base des observations et des mesures réalisées à l'échelle des fibres : en effet, à l'échelle des composites, cette variabilité est limitée, avec un coefficient de variation inférieur à 5% [Torres 17, Biagiotti 04a, Wambua 03, Oksman 02] et tout à fait comparable à celle observée dans le cas de composites renforcés par fibres de verre [Bledzki 99]. Comme dans le cas du comportement non-linéaire, les fluctuations des propriétés mécaniques mesurées à l'échelle macro peuvent être liées à celles observées à l'échelle

des fibres unitaires [Scida 17]. En effet, les fibres végétales sont caractérisées par une très large dispersion des propriétés [Réquilé 18, Marrot 13, Aslan 11, Charlet 10, Spārnīņš 06], avec des coefficients de variation qui peuvent atteindre 50% [Charlet 08] (cf. Table 4.1 du Chapitre 4).

Les origines de cette variabilité sont généralement attribuées à la composition biochimique de la paroi végétale [Lefeuvre 14b], à la proportion des différents constituants à l'échelle nano et à certains paramètres ultrastructuraux (AMF), mais également à la morphologie des fibres, à la présence éventuelle de défauts dans la paroi, ainsi qu'à la maturité de la plante. D'autres sources de dispersion sont identifiées au niveau du procédé d'extraction des fibres et de leur traitement. La manipulation expérimentale a aussi une influence non-négligeable sur la variabilité des propriétés mesurées [Thuault 11, Charlet 10, Placet 09].

Nous avons vu qu'en ce qui concerne l'allure du comportement en traction, plusieurs auteurs ont observé que les fibres de lin et de chanvre, tout comme d'autres fibres végétales, expriment généralement trois types de courbes contrainte-déformation [Placet 14, Duval 11, Lefeuvre 14a] (cf. Figure 1.6). Lefeuvre et al. [Lefeuvre 14a] ont montré via une large campagne expérimentale que les fibres de lin se caractérisent par un des trois types de réponses selon leur espèce ou année de récolte. Pour le chanvre, Placet et al. [Placet 14] montrent qu'un taux élevé d'humidité relative peut engendrer une augmentation de la proportion de comportement de *Type III* observé. Néanmoins, les mécanismes physiques responsables de l'apparition d'un type particulier de comportement restent, à ce jour, à identifier. À ce stade, il nous semble important de comprendre comment le comportement mécanique en traction se propage à travers les différentes échelles du composite, comme montré dans la Figure 1.19.

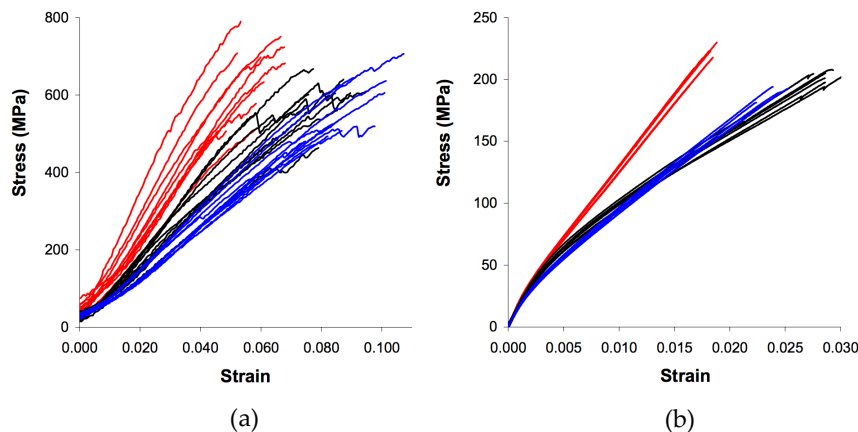


FIGURE 1.19 – Comportement en traction longitudinale à l'échelle des fils (a) et du composite (b) renforcés par fibres de chanvre (trois espèces différentes, [Madsen 04]).

Les caractéristiques principales du renfort végétal et de son comportement en traction ont donc été synthétisées. Ainsi, nous avons pu constater que la complexité structurale du renfort et de son comportement rendent la construction d'un modèle

de comportement pour ce type de matériaux est loin d'être simple. Dans la partie qui suit, nous allons parcourir quelques formulations proposées dans la littérature pour décrire le comportement des fibres végétales et des composites.

## 1.4 MODÉLISATION : DE LA FIBRE AU COMPOSITE

Nous avons vu que le comportement mécanique des composites renforcés par fibres végétales s'avère complexe car il résulte de mécanismes physiques s'exprimant à différentes échelles matérielles. Nous avons souligné que la manipulation expérimentale pour caractériser les phénomènes responsables du comportement observé et intervenant à plusieurs échelles du matériau s'avère très délicat, voir impossible. Le recours aux modèles capables de décrire ces phénomènes aux échelles basses représente donc une solution intéressante pour comprendre les origines du comportement observé aux différentes échelles.

Cette section est dédiée à une synthèse bibliographique concernant les modèles issus de la mécanique des milieux continus proposés dans la littérature pour étudier le comportement des fibres végétales et des composites biosourcés. Les modèles proposés dans la littérature seront distingués selon l'échelle matérielle concernée.

### 1.4.1 ÉCHELLE MICRO : MODÉLISATION DES SYSTÈMES À PAROI VÉGÉTALE

À l'échelle de la fibre et de la paroi végétale, plusieurs auteurs ont proposé des modèles capables de reproduire le comportement observé expérimentalement pour différentes espèces.

#### 1.4.1.1 FIBRES DE BOIS

Les fibres de bois figurent parmi les types de fibres les plus étudiées et modélisées. Bergander et Salmén [Bergander 02] ont mené une étude afin de déterminer l'influence des propriétés élastiques des constituants de la paroi sur les propriétés élastiques des fibres de bois dans les directions longitudinale et transversale. L'influence de l'angle des microfibrilles et de l'épaisseur des parois sur les propriétés de la fibre végétale est analysée dans le cadre de deux modèles analytiques de stratifiés. La double paroi de la fibre de bois est considérée comme une plaque composite stratifiée constituée de neuf couches ( $S_3$ ,  $S_2$ ,  $S_1$ ,  $P$ ,  $M$ ,  $P$ ,  $S_1$ ,  $S_2$ , et  $S_3$ , où  $M$  est la lamelle mi-toyenne composée uniquement d'une matrice d'hémicelluloses et de lignine), comme montré en Figure 1.20. À travers leur modèle, ils montrent que le module transverse de la fibre est fortement dépendant des propriétés mécaniques des hémicelluloses. En outre, bien que les paroi  $S_1$  et  $S_3$  soient souvent négligées dans les modèles, elles ont également un impact important sur les propriétés transversales de la fibre.

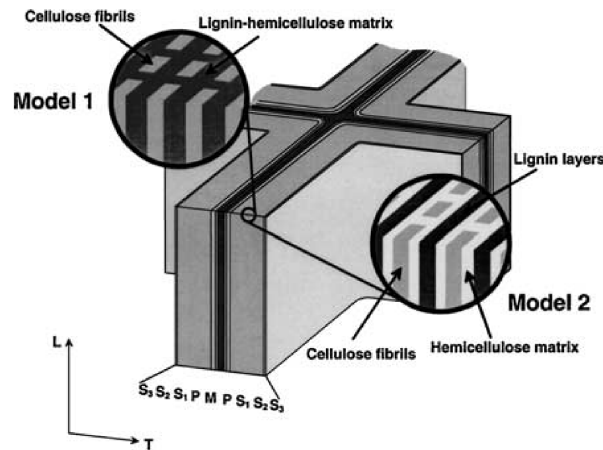


FIGURE 1.20 – Modèle multicouche de la paroi des fibres de bois proposé par [Bergander 02].

Ce modèle, dont l'avantage principal demeure la rapidité de résolution (analytique), se limite néanmoins à la paroi végétale, et ne prend pas en compte la structure de la fibre, ni sa géométrie.

Sedighi-Gilani [Sedighi Gilani 06] propose un modèle micromécanique pour décrire le comportement en traction des fibres de bois, basé également sur la théorie des stratifiés. La fibre est considérée comme un tube monocouche. Dans ce modèle, l'AMF est considéré non uniforme dans la longueur de la fibre (Figure 1.21) et un comportement elasto-plastique est implémenté pour les polymères amorphes qui constituent la paroi végétale. L'apparition de l'endommagement est également prise en compte. Le couplage modèle-expérience leur permet de conclure que l'évolution de l'AMF et l'endommagement sont les principaux phénomènes régissant le comportement en traction des fibres de bois. Cette modélisation, elle aussi analytique, a l'avantage de considérer la structure de la fibre. Il prend également en compte le comportement élasto-plastique des polymères constituant la paroi végétale, ainsi qu'un AMF variable dans la longueur de la fibre. Cependant, la fibre est modélisée uniquement comme un tube monocouche à section circulaire.

Neagu et al. [Neagu 07] modélisent la fibre de bois comme un ensemble de tubes coaxiaux en matériau orthotrope (Figure 1.22). Ils proposent une formulation micromécanique 3D (résolution analytique) pour obtenir les propriétés des couches de la paroi cellulaire à partir des propriétés des polymères constituant la paroi végétale et il considèrent également le comportement hygroélastique de la paroi de la fibre. Ils montrent que le couplage traction-torsion induit par la structure hélicoïdale de la paroi cellulaire a un effet significatif sur le comportement élastique des fibres. Ils concluent également que l'ultrastructure de la paroi végétale a un impact sur le comportement d'hygroexpansion de la paroi cellulaire. Ici aussi, bien que la fibre soit considérée comme un tube multicouche, la géométrie modélisée se limite à un tube à section circulaire.

Une étude similaire, dans laquelle la fibre de bois est modélisée comme un tube mul-

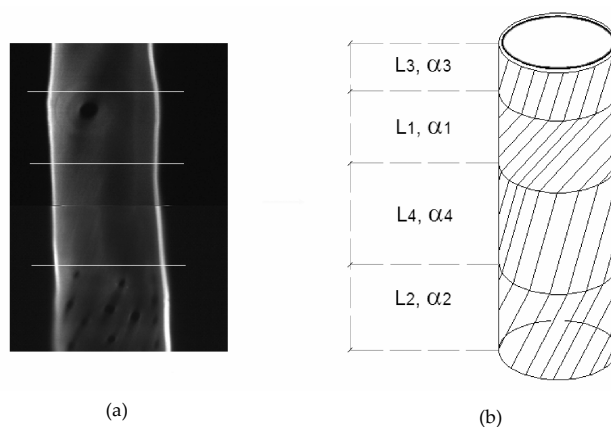


FIGURE 1.21 – Fibre de bois (a) et schématisation de la fibre (b) avec mise en évidence des non-uniformités d’AMF [Sedighi Gilani 06].

ticouche également, est posposée par Marklund et al. [Marklund 09b, Marklund 09a]. Le modèle proposé par Neagu et al. [Neagu 07] est ensuite repris et enrichi (notamment du point de vue des aspects géométriques) par Joffre et al. [Joffre 16]. Les auteurs développent une approche mixte numérique-expérimental pour l’identification des coefficients d’hygroexpansion (Figure 1.23). Cette fois, la résolution est de type numérique. Le modèle éléments finis utilisé est issu de la reconstruction 3D par microtomographie aux rayons X d’une trachéide de bois. Bien que le type de comportement considéré soit uniquement élastique, ce modèle a l’avantage de prendre en compte une géométrie réelle de fibre.

Afin d’estimer la réponse à différentes échelles matérielles (paroi cellulaire, macro-fibre et bois massif), et ensuite évaluer l’influence de certaines caractéristiques micro-structurales sur les propriétés macroscopiques, Saavedra Flores et al. [Saavedra Flores 16] ont proposé un modèle EF multi-échelle de bois de palmier basé sur l’homogénéisation. Ils utilisent en séquence quatre différents volumes élémentaires représentatifs (VER) de l’échelle concernée : un pour les microfibrilles (échelle nano), deux pour l’échelle des microfibrilles (échelle micro) et un pour le bois massif. L’approche est utilisée pour estimer l’influence des paramètres ultrastructuraux, tels que la fraction volumique et le degré de cristallinité de la cellulose, de l’AMF, et des paramètres microstructuraux, comme l’épaisseur de la paroi cellulaire et la porosité sur les propriétés mécaniques du bois massif.

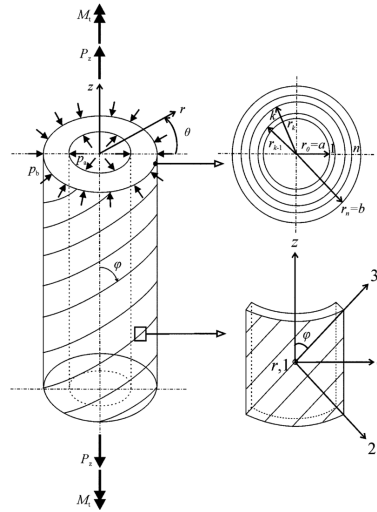


FIGURE 1.22 – Schématisation de la fibres de bois, considérée comme un tube multicouche [Neagu 07].

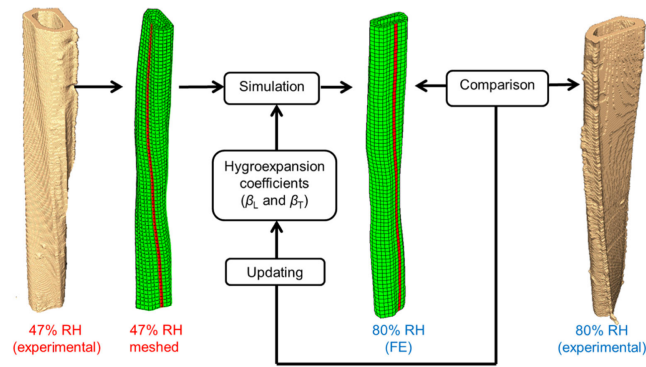


FIGURE 1.23 – Représentation de la méthode mixte numérique-expérimentale pour l'identification des coefficients d'hygroexpansion [Joffre 16].

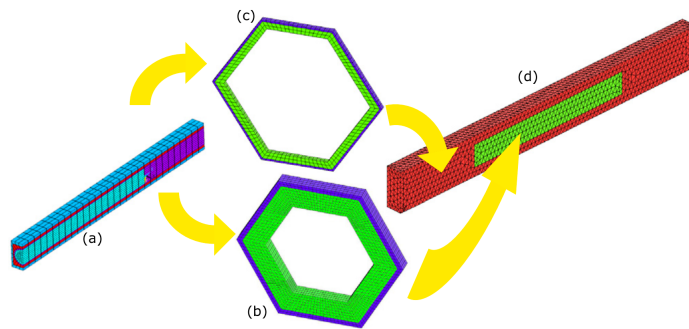


FIGURE 1.24 – VERs utilisés pour modéliser la réponse du bois de palmier à différentes échelles : (a) microfibrilles; (b) et (c) micro fibre de bois et (d) bois massif [Saavedra Flores 16].



Ce modèle, qui applique une approche multi-échelle aux fibres végétales, ne prend cependant en compte qu'un comportement purement élastique pour la paroi.

#### 1.4.1.2 FIBRES DE LIN ET CHANVRE

Plusieurs auteurs proposent des modèles de fibres extra-xylémiennes de lin et chanvre. Par rapport aux bois, ces fibres présentent une couche ( $S_2$ ) beaucoup plus épaisse par rapport aux autres, parfois comparée à la couche  $G$  présente dans les fibres de bois de réaction [Bourmaud 18].

Gassan et al. [Gassan 01] proposent deux modèles analytiques pour la prédiction des propriétés élastiques des fibres de lin et chanvre, considérées comme un tube multicouche (Figure 1.25). Le premier modèle traite la fibre comme une structure stratifiée antisymétrique. Le second se place dans l'hypothèse d'un tube composite stratifié à parois épaisses. Ce dernier prend en compte des aspects de la morphologie de la fibre : section elliptique et présence du *lumen*. Dans ces modèles, chaque couche est composée de cellulose enrobée dans une matrice d'hémicellulose et lignine. Le comportement de la cellulose et de l'hémicellulose est considéré comme isotrope transverse, tandis que celui de la lignine est considéré isotrope. Ils montrent que le module longitudinal de la fibre diminue quand l'AMF de la couche  $S_2$  augmente. Ils montrent également l'importance de la prise en compte du vide cellulaire : en effet, le premier modèle proposé ne prend pas en compte la présence du *lumen*, ce qui entraîne une sous-estimation du module longitudinal. Le modèle proposé par Gassan et al. propose pour la première fois l'évaluation de la forme de la section transversale de la fibre sur ses propriétés mécaniques, en se limitant néanmoins au comportement élastique de la paroi.

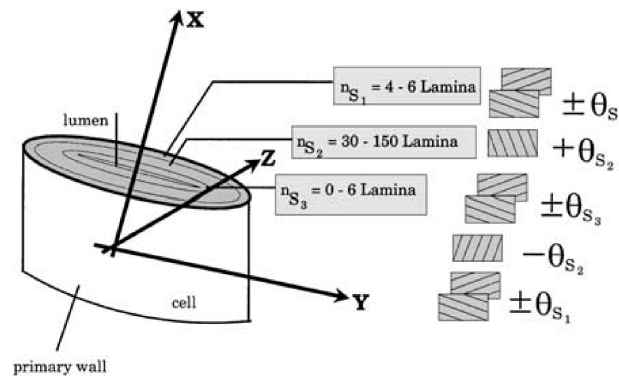


FIGURE 1.25 – Modèle de fibre multicouche proposé par [Gassan 01].

Nilsson et Gustafsson [Nilsson 07] proposent une approche par éléments finis pour expliquer le comportement en traction longitudinale des fibres de lin et de chanvre. La fibre est schématisée par la seule paroi  $S_2$ , constituée de cellulose et d'hémicelluloses (la lignine est négligée). Les microfibrilles hélicoïdales de cellulose sont disposées en couches, l'angle microfibrillaire variant avec la distance par rapport à

l'axe de la fibre. Les microfibrilles sont supposées présenter un comportement mécanique isotrope. Les auteurs postulent la présence d'une densité de dislocations dans les microfibrilles, générées au cours de la croissance de la plante (ou induites par des contraintes mécaniques au cours des différents traitements de la fibre). Les dislocations sont définies comme des désalignements microstructuraux ponctuels de parties parfaitement alignées au sein de la structure microfibrillaire (hélicoïdale) Figure 1.26. En prenant en compte la plastification de l'hémicellulose induite par le cisaillement à l'intérieur de la paroi lors de l'essai de traction, les auteurs concluent que l'allure de la courbe contrainte-déformation peut s'expliquer par les effets cumulés de la déformation plastique des hémicelluloses entre les microfibrilles de cellulose et du réarrangement géométrique des microfibrilles réduisant les amplitudes des dislocations (phénomène appelé *stick-slip*, comme évoqué précédemment). L'avantage de la formulation proposée par ces auteurs est liée à la modélisation de la plastification des hémicelluloses dans la paroi végétale. Cependant, la fibre est considérée uniquement comme étant un tube à section parfaitement circulaire.

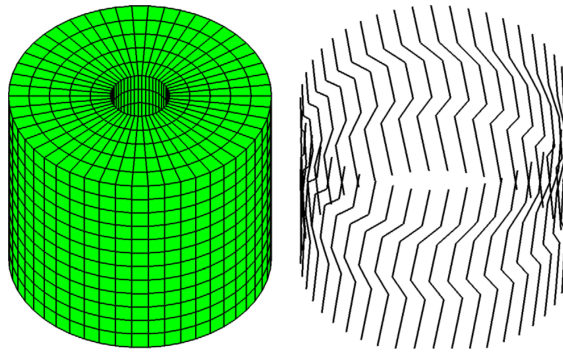


FIGURE 1.26 – Modèle EF de fibre avec mise en évidence des dislocations [Nilsson 07].

Roudier [Roudier 12] propose deux modèles multi-échelle, analytique et numérique, pour estimer le comportement hygro-mécanique des fibres de lin. La fibre est considérée comme étant un tube monocouche ou multicouche, avec une géométrie idéale (tube à paroi épaisse à section circulaire) ou réelle (tube à section polygonale). La limite majeure de la formulation proposée dans ce cas est liée à la prise en compte d'un comportement purement élastique de la paroi homogénéisée.

Thuault et al. [Thuault 14] proposent un modèle numérique multicouche (Figure 1.27) pour évaluer l'influence de certains paramètres, tels que l'épaisseur des parois cellulaires, les angles des microfibrilles (AMF), la composition biochimique et les propriétés mécaniques des constituants de la paroi, sur le comportement mécanique en traction de la fibre de lin. Les résultats d'une analyse de sensibilité montrent que les paramètres ultrastructuraux (hémicelluloses et module d'Young de la cellulose) influencent fortement le comportement mécanique de la fibre de lin et que l'épaisseur de la paroi  $S_2$  et l'AMF ont un impact significatif sur le module longitudinal des fibres. Malgré la richesse de la formulation proposée, ce modèle ne considère que des fibres à géométrie idéale, *i.e.* à section circulaire.

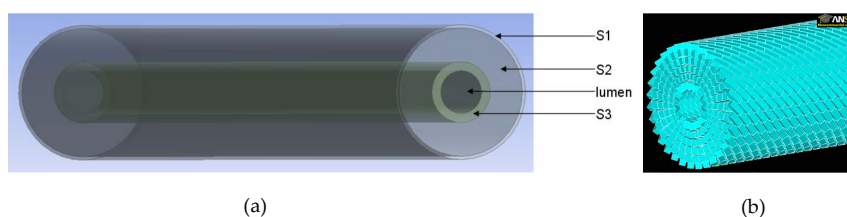


FIGURE 1.27 – Modèle de fibre multicouche (a), mise en évidence de l’arrangement des microfibrilles (b) [Thuault 14].

TABLE 1.2 – Synthèse des modèles de la littérature pour les fibres végétales.

| Auteurs              | Modèle | Fibre                | Comportement     | Résolution      | Paramètres                              | Géométrie                                |
|----------------------|--------|----------------------|------------------|-----------------|-----------------------------------------|------------------------------------------|
| [Bergander 02]       | Paroi  | Bois                 | Élastique        | Analytique      | AMF / ép. paroi                         | Plaque stratifiée                        |
| [Sedighi Gilani 06]  | Fibre  |                      | Élasto-plastique |                 | Variations AMF dans la longueur         | Tube monocouche (paroi fine)             |
| [Neagu 07]           |        |                      | Élastique        |                 |                                         | HR                                       |
| [Joffre 16]          |        |                      |                  | EF              | Reconstruction 3D d'une tracheide       |                                          |
| [Saavedra Flores 16] |        |                      |                  |                 | AMF / ép. paroi / porosité              | Tube à section circulaire ou polygonale  |
| [Gassan 01]          | Fibre  | Bois / Lin / Chanvre | Élastique        | Analytique      | Section elliptique / AMF / <i>Lumen</i> | Tube à section elliptique                |
| [Nilsson 07]         |        | Lin / Chanvre        | Élasto-plastique | EF              | Dislocations                            | Tube monocouche (paroi épaisse)          |
| [Roudier 12]         |        | Lin                  | Élastique        | EF / Analytique | HR                                      | Tube mono ou multicouche (paroi épaisse) |
| [Thuault 14]         |        |                      | Élasto-plastique | EF              | AMF / ep. paroi comp. biochimique       | Tube multicouche (paroi épaisse)         |

La Table 1.2 montre une synthèse des caractéristiques principales de modèles brièvement décrits dans cette section.

La littérature est donc riche en modèles formulés pour décrire le comportement des fibres végétales. Certains auteurs privilégient la prise en compte d’un comportement élasto-plastique pour certains constituants de la paroi [Sedighi Gilani 06, Nilsson 07, Thuault 14], d’autres s’orientent vers la prise en compte d’une géométrie de fibre plus au moins complexe [Joffre 16, Saavedra Flores 16, Roudier 12, Gassan 01].

L’équipe du Département de Mécanique Appliquée de l’Institut Femto-st a proposé ces dernières années une formulation 3D, capable de modéliser certains des phénomènes physiques observés pendant l’essai de traction des fibres décrits auparavant. Ce modèle sera décrit dans le Chapitre 2 et appliqué en prenant en compte différentes géométries de fibre dans le Chapitre 3.

#### 1.4.2 ÉCHELLE MÉSO ET MACRO : MODÉLISATION DU COMPORTEMENT DES COMPOSITES

La littérature s’avère beaucoup moins riche en contributions concernant la modélisation du comportement à l’échelle du composite à fibres végétales. En effet, la complexité géométrique du renfort, ainsi que celle du comportement exprimé par les fibres et par les composites résultant, fait que les approches classiquement utilisées dans le cas des CMO (composites à matrice organique) renforcés par fibres de verre ou de carbone ne sont pas adaptées aux composites biosourcés. Il s’avère donc nécessaire

de proposer d'autres approches et formulations. Celles présentes dans la littérature à ce jour peuvent être distinguées en deux catégories : modèles de type phénoménologique résolus analytiquement ou numériquement avec transition d'échelle.

#### 1.4.2.1 MODÈLES PHENOMENOLOGIQUES DE COMPORTEMENT : CALCUL ANALYTIQUE ET SEMI-ANALYTIQUE

Plusieurs auteurs proposent des modèles de type analytique pour prédire le comportement en traction des composites renforcés par fibres végétales.

Poilâne et al. [Poilâne 18, Poilâne 14] proposent une approche de type phénoménologique pour construire des modèles capables de reproduire le comportement en traction longitudinale, sous chargement monotone ou cyclique, des composites UD renforcés par fibres de lin (Figure 1.28). Dans leur première contribution [Poilâne 14], ils développent un modèle visco-élastique-viscoplastique combinant un modèle Solide Linéaire Standard (SLS) et un modèle viscoplastique avec écrouissage cinématique non-linéaire. L'identification des paramètres du modèle proposé est effectuée par méthode inverse [Richard 99] à partir d'essais répétés progressifs, de fluage et de relaxation. Les auteurs montrent que le comportement global du type de composite étudié (lin/époxy) est dû principalement à la déformation plastique du renfort, qui suit une courte région quasi-élastique. Ceci conduit à un durcissement cinématique non linéaire du matériau composite, couplé à une diminution de l'étendue du domaine élastique.

Dans leur deuxième contribution [Poilâne 18], le modèle proposé précédemment est enrichi pour pouvoir reproduire le phénomène de rigidification observé lors d'essais cycliques.

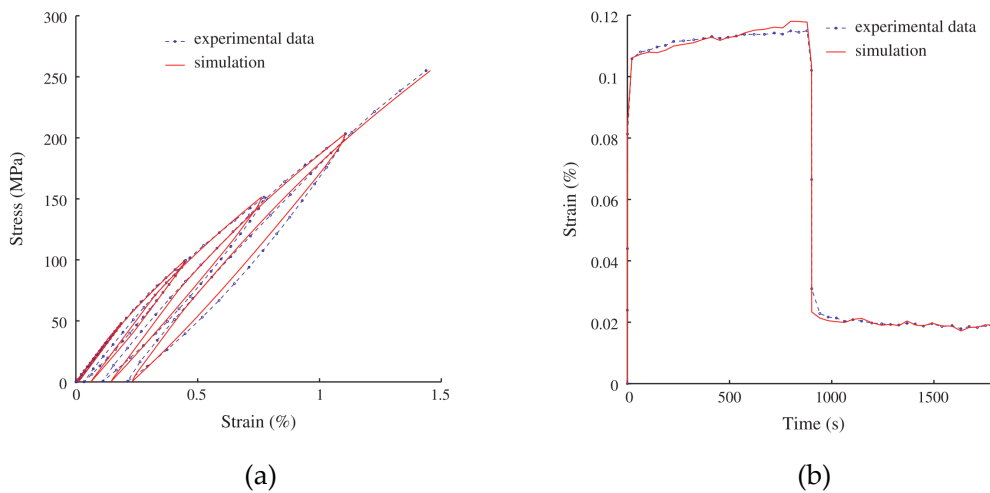


FIGURE 1.28 – Comparaison entre résultats expérimentaux et comportement de composites UD à base de fibres de lin obtenu via le modèle phénoménologique [Poilâne 14] : essais cycliques (a) et de fluage (b).

Andersons et al. [Andersons 15] proposent un modèle semi-empirique où les relations contrainte-déformation obtenues pour les plis de composite UD renforcé par fibres de lin sont recalées pour s'adapter aux courbes expérimentales, et la théorie classique des stratifiés est ensuite utilisée pour simuler la réponse en traction monotone du stratifié. Les auteurs montrent que l'approche proposée offre des reproductions raisonnables de comportement non linéaire des stratifiés à base de fibres de lin (exception faite pour les stratifications  $\pm 45^\circ$ , Figure 1.29).

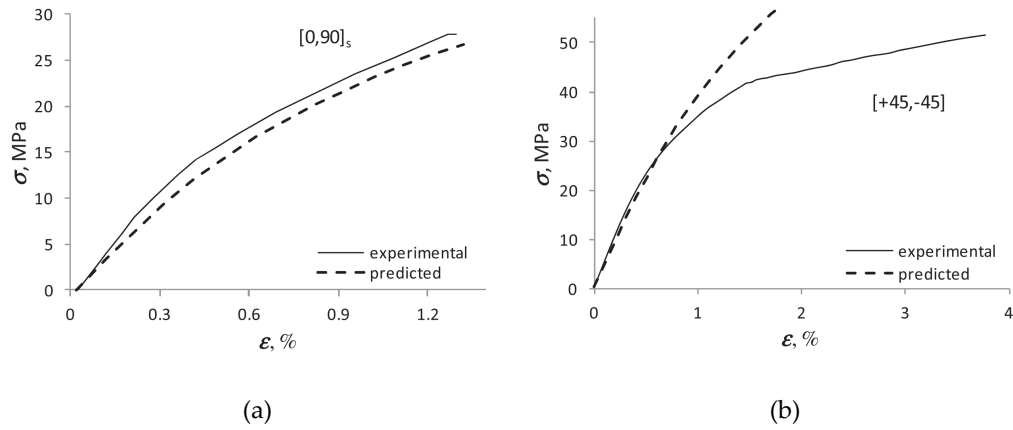


FIGURE 1.29 – Comparaison entre résultats expérimentaux et comportement de composites UD à base de fibres de lin obtenu via le modèle semi-empirique [Andersons 15] : stratifié  $[0/90^\circ]$  (a) et  $[\pm 45^\circ]$  (b).

Mahboob et al. [Mahboob 17a] proposent une approche thermodynamique basée sur la mécanique de l'endommagement continu (*Continuum Damage Mechanics*, CDM) pour développer un modèle prédictif de la réponse en traction des composites renforcés par fibres végétales. En raison des mécanismes d'endommagement spécifiques à la fibre, le modèle d'endommagement proposé prend en compte la non-linéarité en traction dans la direction du renfort à travers l'évolution non-linéaire de rigidité et d'inélasticité. L'effet des mécanismes d'endommagement (fissuration de la paroi cellulaire des fibres, division axiale des faisceaux de fibres, décohésion fibres-matrice, endommagement de la matrice et inélasticité) est capturé par les variables d'état définies dans le cadre de la théorie standard de l'endommagement à l'échelle méso (*Mesoscale Damage Theory* (MDT), [Ladevèze 92]). Des essais expérimentaux sur composites UD lin / époxy sont utilisés pour identifier les paramètres nécessaires à alimenter le modèle et le valider (Figure 1.30). Le modèle ici mentionné néglige cependant les aspects géométriques et structuraux du renfort végétal.

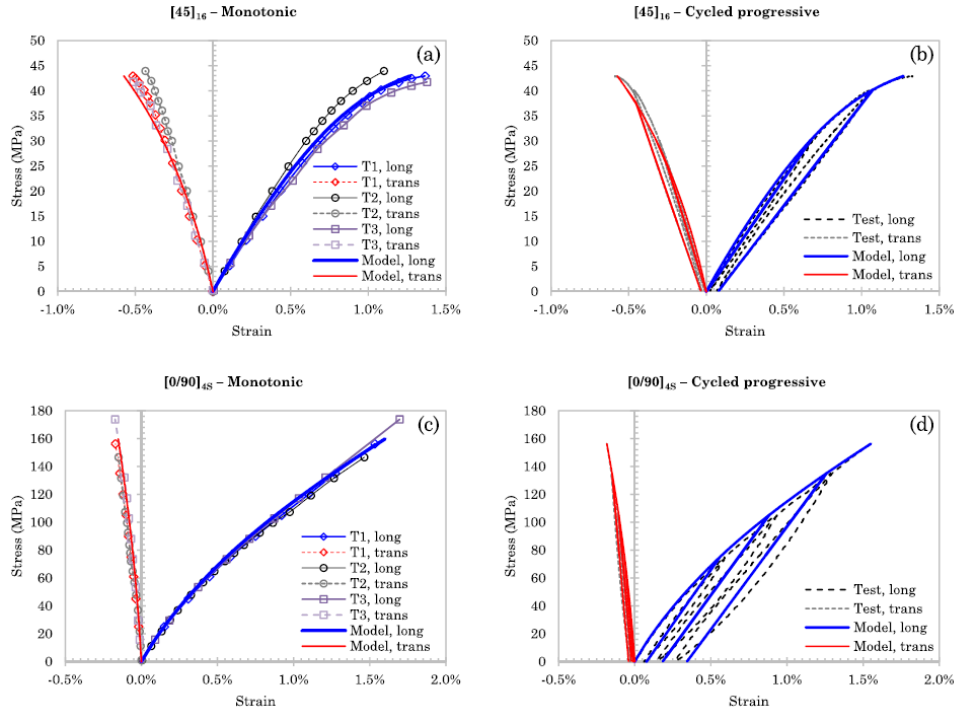


FIGURE 1.30 – Comparaison calculs-essais monotones ((a) et (c)) et cycliques ((b) et (d)) sur composites lin / époxy avec différentes stratifications [Mahboob 17a].

#### 1.4.2.2 MODÈLES PHÉNOMENOLOGIQUES DE COMPORTEMENT : CALCUL NUMÉRIQUE AVEC TRANSITION D'ÉCHELLE

Plusieurs travaux récents s'orientent vers des approches multi-échelle pour prédire la réponse de la structure à l'échelle macroscopique.

Hosseini et al. [Hosseini 15] proposent un modèle numérique multi-échelle pour étudier les propriétés viscoélastiques des composites renforcés par fibres naturelles. Ils modélisent un volume élémentaire représentatif (VER) constitué de huit fibres de lin cylindriques, enrobées dans une matrice polymère. Six conditions de sollicitation (trois axiales et trois en cisaillement) sont appliquées sur le VER pour obtenir les courbes contrainte-déformation associées. Le comportement viscoélastique linéaire des fibres et de la matrice est défini via un développement en série Prony, dont les coefficients sont obtenus par recalage sur les courbes expérimentales obtenues via des essais de relaxation. L'inconvénient majeur de l'approche proposée par ces auteurs est lié à la prise en compte de géométries de fibre idéales (tube à section circulaire) et identiques au sein du volume élémentaire modélisé, ce qui est loin de la structure réelle de ce type de composite (cf. Chapitre 5).

Les méthodes numériques multi-échelle s'avèrent également adaptées dans l'estimation de l'endommagement, de son évolution à l'intérieur du composite et de son effet sur le comportement en traction exprimé.

Zhong et al. [Zhong 17] proposent une approche multi-échelle pour prédire l'évolu-

tion de l'endommagement dans les composites lin/PP. Le VER est cette fois constitué d'une seule fibre enrobée dans la matrice de PP (Figure 1.31). Fibres et matrice sont considérées parfaitement élastiques. Une analyse à l'échelle macro est effectuée pour simuler les comportements en traction et en flexion du composite en s'appuyant sur les résultats de l'analyse à l'échelle micro du VER. Dans cette contribution, la limite la plus évidente est la prise en compte d'un VER constitué d'une seule fibre à géométrie idéale. Comme nous verrons dans le Chapitre 5, ce type de VER s'adapte mal au cas des composites renforcés par fibres végétales.

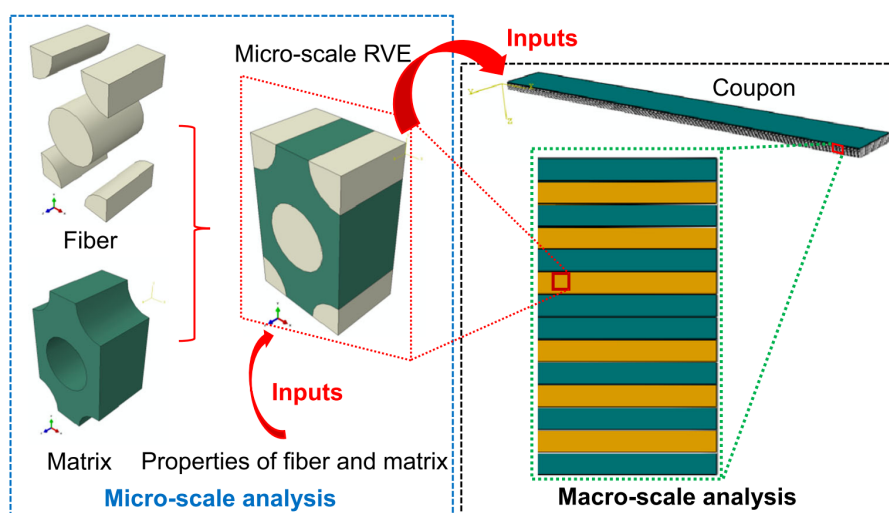


FIGURE 1.31 – Schéma de la démarche multi-échelle proposée par [Zhong 17].

Panamoottil et al. [Panamoottil 17] proposent également une approche multi-échelle pour prédire l'évolution de l'endommagement dans les composites UD lin/PP. En se basant sur une formulation tensorielle de l'endommagement dans le toron de fibres (VER, Figure 1.32) précédemment proposée [Panamoottil 16], le comportement en traction en présence d'endommagement à l'échelle du composite est évalué et validé expérimentalement. Les auteurs considèrent cette fois le VER comme un ensemble de fibres à section transversale polygonale. Ce modèle est cependant limité par la prise en compte d'un comportement purement élastique des fibres.

La Table 1.3 résume les éléments clés des formulations mentionnées dans cette section.

Bien que le nombre d'approches proposées dans la littérature pour prédire la réponse mécanique des composites renforcés par fibres végétales augmente de jour en jour, à notre connaissance **aucun modèle ne considère simultanément le comportement et la structure complexes du renfort végétal, ainsi que les aspects multi-échelle et la variabilité intrinsèques de ce type de matériaux.**



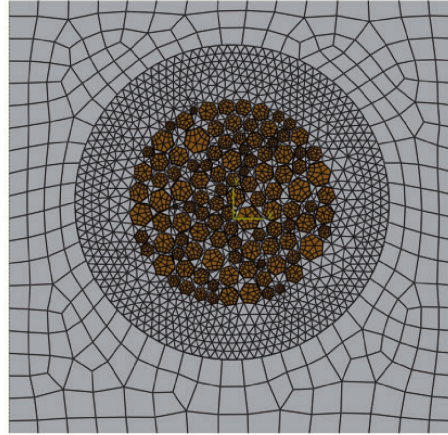


FIGURE 1.32 – Modèle de toron de fibres de lin enrobé dans une matrice PP utilisé comme VER dans [Panamoottil 17].

TABLE 1.3 – Synthèse des modèles de la littérature pour les composites renforcés par fibres végétales.

| Auteurs                      | Matériau             | Comportement                  | Résolution | Paramètres                   | Géométrie                                 | Transition d'échelle |
|------------------------------|----------------------|-------------------------------|------------|------------------------------|-------------------------------------------|----------------------|
| [Poilâne 14]<br>[Poilâne 18] | UD ou quasi UD (lin) | Viscoélastique-viscoplastique | Analytique | Vitesse de chargement        | -                                         | Non                  |
| [Mahboob 17a]                |                      | Elastoplastique endommageable |            | Stratification               |                                           |                      |
| [Andersons 15]               |                      | Elasto-plastique              |            |                              |                                           |                      |
| [Hosseini 15]                |                      | Viscoélastique                | EF         | Fraction volumique de fibres | VER, fibres cylindriques                  | Oui                  |
| [Zhong 17]                   |                      | Élastique                     |            | -                            |                                           |                      |
| [Panamoottil 17]             |                      |                               |            | Endommagement                | VER, toron de fibres à section polygonale |                      |

## 1.5 CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons synthétisé les caractéristiques principales des composites UD et quasi UD renforcés par fibres végétales, à partir de celles du renfort naturel.

À l'échelle du composite, ces matériaux expriment un comportement non-linéaire en traction longitudinale et une dispersion des propriétés mécaniques en traction. Les études expérimentales proposées dans la littérature montrent que ces caractéristiques de non-linéarité et de variabilité sont également observées à l'échelle des fibres unitaires. La question à laquelle nous cherchons à répondre dans ce travail de thèse est : **comment le comportement et la variabilité des propriétés se propagent à travers les différentes échelles matérielles au sein d'un composite bio-sourcé ?**

Pour donner des éléments de réponse, une approche numérique est ici favorisée, étant donné les difficultés engendrées par la manipulation expérimentale de ce type de matériaux.

Un état de l'art concis concernant les méthodes de modélisation (à l'échelle de la



fibre et à celle du composite) proposées dans la littérature est donc dressé, en résumant les caractéristiques principales, avantages et inconvénients les caractérisant. En ce qui concerne les modèles à l'échelle de la fibre, les contributions examinées sont insuffisantes, à notre avis, pour capturer soit les phénomènes physiques qui sont à la base du comportement en traction exprimé par les fibres végétales, soit les effets que la morphologie complexe des fibres peuvent entraîner sur la réponse observée. À l'échelle du composite également, les approches proposées dans la littérature ne prennent pas en compte la complexité et la variabilité microstructurales et de comportement de ces matériaux.

L'équipe bisontine a proposé ces dernières années un modèle 3D de fibre végétale formulé dans un cadre thermodynamique et basé sur l'hypothèse que le matériau est continu à cette échelle. Ce modèle sera décrit dans le prochain chapitre et implémenté dans une démarche de calcul automatisée, adaptée aux analyses paramétriques.

# PARTIE 1 : LA FIBRE ÉLÉMENTAIRE



# MODÉLISATION DE LA FIBRE VÉGÉTALE ÉLÉMENTAIRE

## Sommaire

---

|            |                                                                            |           |
|------------|----------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>2.1</b> | <b>Introduction . . . . .</b>                                              | <b>53</b> |
| <b>2.2</b> | <b>De la réalité au modèle . . . . .</b>                                   | <b>54</b> |
| 2.2.1      | Fibres végétales objet de l'étude . . . . .                                | 54        |
| 2.2.2      | Modèle micromécanique 3D de la fibre végétale . . . . .                    | 55        |
| <b>2.3</b> | <b>Modèle de comportement de la fibre . . . . .</b>                        | <b>56</b> |
| 2.3.1      | Généralités et historique . . . . .                                        | 56        |
| 2.3.2      | Comportement élastique . . . . .                                           | 58        |
| 2.3.3      | Comportement viscoélastique . . . . .                                      | 60        |
| 2.3.4      | Prise en compte de la réorientation des microfibrilles . . .               | 63        |
| 2.3.5      | Autres phénomènes modélisés . . . . .                                      | 64        |
| <b>2.4</b> | <b>Le modèle éléments finis paramétrable . . . . .</b>                     | <b>64</b> |
| 2.4.1      | Géométrie et maillage . . . . .                                            | 64        |
| 2.4.2      | Focus sur les conditions aux limites . . . . .                             | 66        |
| 2.4.3      | Automatisation du processus de génération du modèle et<br>calcul . . . . . | 69        |
| <b>2.5</b> | <b>Bilan . . . . .</b>                                                     | <b>70</b> |

---

## 2.1 INTRODUCTION

Ce chapitre ouvre la première partie du manuscrit, qui est dédiée à la fibre végétale élémentaire. Nous avons vu dans la partie introductive que la littérature est relativement riche en contributions concernant la modélisation des systèmes à paroi végétale (cf. Section 1.4.1). Plusieurs auteurs ont proposé des modèles de fibres capables de prédire plus au moins efficacement le comportement ou les propriétés

mécaniques, en vue d'une leur utilisation dans les composites.

Ce chapitre est consacré à la description du modèle de fibre utilisé dans ces travaux de thèse. Ce modèle a été développé au sein de l'équipe du DMA à partir de 2010. Il repose sur un socle de modélisation développé au sein du département durant plusieurs années pour l'étude des composites stratifiés et qui a bénéficié de la contribution d'un grand nombre de chercheurs du département. Il contient également des développements nouveaux permettant de prendre en compte les spécificités de la paroi végétale.

L'objectif qui est à la base de la formulation proposée est de pouvoir se rapprocher le plus possible de la physique des matériaux étudiés, tout en limitant le nombre de paramètres à identifier expérimentalement pour pouvoir l'alimenter. Dans le cas des fibres végétales cela requiert notamment la prise en compte de leur organisation hiérarchique, de leur structure interne, *i.e.* de l'arrangement et des propriétés des constituants de la paroi végétale, ainsi que des phénomènes physiques qui peuvent s'exprimer lorsque la fibre est sollicitée. Une telle approche ne peut pas se passer d'une connaissance approfondie de la structure à modéliser.

Dans cette partie, une synthèse des principales caractéristiques physiques des fibres étudiées est donnée. Elle sera suivie de la description du modèle qui a été proposé par l'équipe. Cette formulation est ensuite implémentée dans une démarche de calcul éléments finis automatisé, afin d'exploiter au mieux la formulation présentée et l'adapter ainsi à des analyses paramétriques.

## 2.2 DE LA RÉALITÉ AU MODÈLE

### 2.2.1 FIBRES VÉGÉTALES OBJET DE L'ÉTUDE

Nous avons vu que les fibres extra-xylémiennes représentent à ce jour le type de renfort le plus utilisé dans les application techniques hautes performances. La paroi cellulaire de ces fibres, parmi lesquelles figurent le **lin** et le **chanvre** en particulier, est généralement constituée de deux couches concentriques principales, comme montré en Figure 2.1. La couche externe, appelée paroi primaire, est généralement peu épaisse et riche en pectine, un biopolymère amorphe qui figure parmi les constituants de la paroi cellulaire et qui est présent notamment dans les zones les plus externes de la fibre. La pectine représente le "ciment" à l'intérieur de la paroi végétale [Liu 16a] et elle est particulièrement présente dans la lamelle mitoyenne, sous forme d'une fine couche de matière intercalée entre deux fibres dans la tige [Fuentes 17, van Dam 03]. La deuxième couche représente la plus grande partie de la fibre. Elle est, à son tour, constituée de trois sous-couches :  $S_1$ ,  $S_2$  et  $S_3$ . La couche  $S_2$  est la sous-couche principale : elle représente environ 90% de l'épaisseur totale de la fibre [Morvan 03]. D'un point de vue morphologique, les fibres de lin et de chanvre se distinguent par l'irrégularité et la variabilité du contour de la section transversale, ainsi que par la taille du *lumen* (cf. Figure 1.2). En ce qui concerne la forme de la section transversale, le lin présente en effet un contour beaucoup plus régulier (quasi circulaire ou polygonal) par

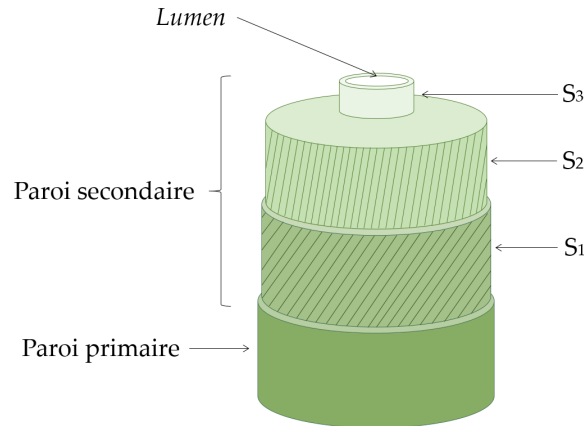


FIGURE 2.1 – Schéma simplifié de la structure multi-couche de la paroi d'une fibre extra-xylémienne.

rapport au chanvre, caractérisé par des contours complexes et extrêmement variables d'une fibre à l'autre.

### 2.2.2 MODÈLE MICROMÉCANIQUE 3D DE LA FIBRE VÉGÉTALE

La connaissance et la compréhension de la structure de la fibre et de l'ultrastructure sont essentielles pour construire un **modèle de comportement phénoménologique à cette échelle dite micro-mécanique** approprié. Le modèle décrit dans cette section a été développé au sein de l'équipe bisontine et il a évolué au gré des connaissances, des données expérimentales collectées et finalement de la compréhension de la structure de la fibre, de son comportement et des mécanismes mis en jeu. Ce modèle est décrit partiellement et par morceaux dans la production scientifique de l'équipe. Nous proposons de le décrire ici intégralement, en incluant les contributions apportées lors de ce travail de thèse.

Le modèle 3D proposé a pour but la reproduction la plus fidèle possible de la structure de la fibre végétale. Il repose sur la phénoménologie du comportement et sur **l'hypothèse d'un milieu continu à cette échelle**. À défaut d'une connaissance dépourvue d'incertitudes sur l'arrangement structural des constituants de la paroi végétale, des hypothèses relativement fortes sont formulées, et les fibres élémentaires sont donc idéalisées.

La fibre est considérée comme un tube multi-couche à paroi épaisse. Pour ces travaux de thèse, seule la couche  $S_2$  est considérée car elle représente environ le 90% de l'épaisseur totale de la paroi végétale. Cependant, lors de travaux précédents [Trivaudey 15, Placet 12b], la fibre a été modélisée comme un tube multi-couche, en prenant en compte la paroi primaire, la première sous-couche  $S_1$  et les deux dernières sous-couches  $S_2$  et  $S_3$ , comme montré en Figure 1.1. Il a alors été montré que la prise en compte de la paroi primaire et des sous-couches  $S_1$  et  $S_3$  (très fines) est inutile compte tenu de l'influence négligeable qu'elles ont sur la réponse globale de la fibre en traction.

**Chaque couche est modélisée comme un matériau composite renforcé de fibres longues.** Les microfibrilles sont considérées comme étant constituées d'un agrégat d'environ 6x6 cellules unitaires dans la section transversale (cf. Figure 1.4) recouvertes d'une couche externe de cellulose amorphe. Ces microfibrilles de cellulose, dont le comportement est supposé isotrope transverse, renforcent une matrice modélisée comme un mélange de lignine isotropes et d'hémicellulose isotropes transverses. Chaque couche est donc constituée d'un mélange de ces trois polymères. Les dislocations de la paroi  $S_2$  sont prises en compte à travers un changement local de l'angle d'enroulement des microfibrilles [Trivaudey 15].

## 2.3 MODÈLE DE COMPORTEMENT DE LA FIBRE

### 2.3.1 GÉNÉRALITÉS ET HISTORIQUE

Comme mentionné précédemment, le modèle 3D de fibre végétale proposé par l'équipe considère la paroi végétale comme un stratifié renforcé par des fibres longues. Le Département Mécanique Appliquée est marqué par une longue histoire d'études expérimentales, mais également dédiées à la modélisation, du comportement mécanique des stratifiés constitués d'une matrice polymère et d'un renfort à fibres longues. À partir de la fin des années 80, l'étude des stratifiés a fait l'objet d'un nombre impor-

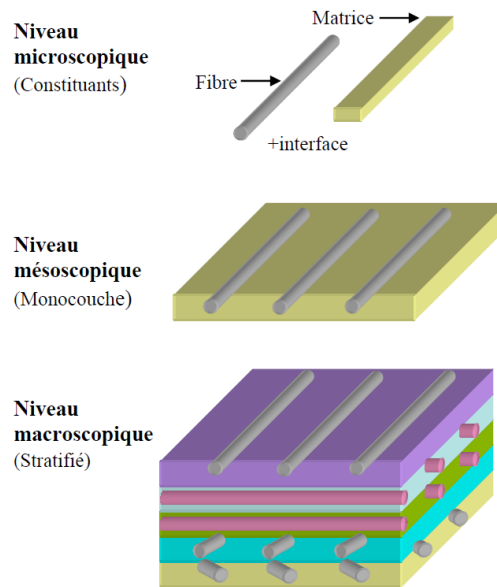


FIGURE 2.2 – Représentation schématique des échelles matérielles du stratifié [Carbillet 05].

tant de travaux de thèse au sein du département [Perreux 89, Maire 92, Le Moal 93, Muzic 95, Joseph 95, Thiébaud 94, Rousseau 97, Lazuardi 98, Richard 99, Vang 02, Carbillet 05].

Concernant la modélisation, en première approche, le comportement du stratifié a

été identifié à l'échelle macroscopique : le stratifié est considéré comme un matériau anisotrope, exprimant une symétrie plus au moins complexe. La validation expérimentale du modèle a ensuite été effectuée pour des tubes stratifiés [Thiébaud 94, Rousseau 97]. L'avantage de l'approche macro demeure dans la simplicité de mise en œuvre et de validation expérimentale. Cependant, l'incapacité du modèle à s'adapter à des conditions de stratifications différentes a rapidement fait basculer le choix vers une approche mésoscopique, l'échelle du monocouche (Figure 2.2). La méthode de prédiction du comportement du stratifié passe, dans ce cas, par deux étapes : identification du comportement du monocouche (le pli) et implémentation du modèle dans un calcul éléments finis pour déterminer la réponse du stratifié. Cette approche a été utilisée et enrichie au sein du DMA lors de plusieurs travaux de thèse sur des stratifiés utilisés dans les circuits imprimés verre/époxy-cuivre, avant d'être utilisée pour la simulation du comportement de stratifiés verre-époxy [Le Moal 93, Muzic 95, Lazuardi 98, Richard 99, Vang 02, Carbillet 05].

Le développement des aspects thermodynamiques du modèle est décrit en détails dans [Boubakar 02, Boubakar 03].

Compte tenu du niveau de développement de ce modèle, du recul acquis pendant ses années de déploiement, nous avons décidé de l'utiliser et l'adapter pour modéliser le comportement de la paroi des fibres qui, comme indiqué précédemment, peuvent être assimilées à un micro composite stratifié (à une échelle inférieure à celle adressée jusque là).

La **paroi végétale** est donc représentée comme un **matériau anisotrope**, dont les **directions matérielles sont définies par l'angle d'enroulement des microfibrilles**, comme montré en Figure 2.3.

Dans un souci de clarté et synthèse, les prochaines sections du manuscrit se limitent à résumer les grandes lignes de la formulation du modèle de comportement de la fibre.

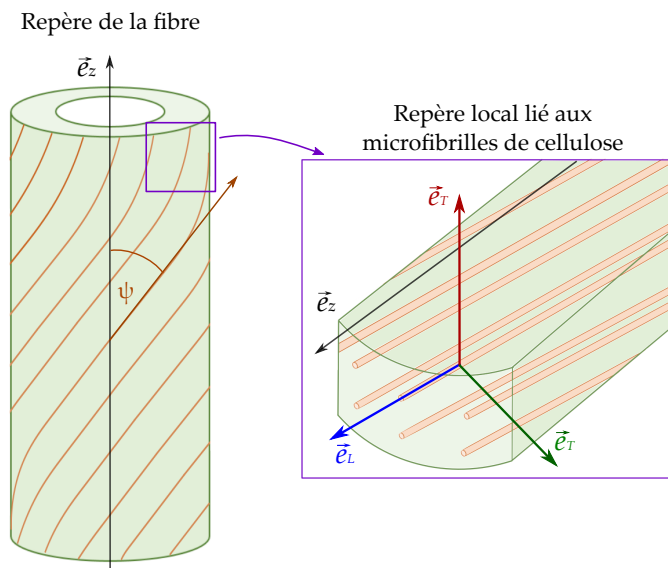


FIGURE 2.3 – Matérialisation des directions d'anisotropie de la paroi de la fibre.



### 2.3.2 COMPORTEMENT ÉLASTIQUE

#### 2.3.2.1 LOI DE COMPORTEMENT ÉLASTIQUE ANISOTROPE

La formulation thermodynamique de l'élasticité s'appuie sur le caractère instantané, réversible et non dissipatif de la déformation élastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ . Le comportement élastique peut donc être défini par un potentiel thermodynamique. Ce potentiel peut être l'énergie libre spécifique d'Helmholtz, choisi dans le cas d'un comportement linéaire :

$$\phi = \frac{1}{2\rho} {}^t\underline{\underline{\varepsilon}}^e \underline{\underline{A}} \underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad (2.1)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du matériau et  $\underline{\underline{A}}$  représente le tenseur des raideurs élastiques. Le tenseur des contraintes découle du potentiel  $\phi$ . Cela permet d'écrire la loi d'état :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \rho \frac{\partial \phi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \underline{\underline{A}} \underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad (2.2)$$

À travers la définition du tenseur des souplesses élastiques  $\underline{\underline{S}}$ , nous avons :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{S}}^{-1} \underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad \text{soit} \quad \underline{\underline{\varepsilon}}^e = \underline{\underline{S}} \underline{\underline{\sigma}} \quad (2.3)$$

Le matériau de la paroi est considéré isotrope transverse dans la base liée aux directions d'anisotropie  $(\vec{e}_L, \vec{e}_T, \vec{e}_T)$  montrées en Figure 2.3. Le tenseur  $\underline{\underline{S}}$  s'écrit alors :

$$\underline{\underline{S}} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_L} & -\frac{\nu_{TL}}{E_T} & -\frac{\nu_{TL}}{E_T} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{LT}}{E_L} & \frac{1}{E_T} & -\frac{\nu_{TT}}{E_T} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{LT}}{E_L} & -\frac{\nu_{TT}}{E_T} & \frac{1}{E_T} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{LT}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{LT}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{TT}} \end{bmatrix} \quad (2.4)$$

Où  $E_L$  et  $E_T$  représentent le module d'Young de la paroi dans les directions parallèle et perpendiculaire aux microfibrilles respectivement,  $G_{LT}$  et  $G_{TT}$  sont les modules de cisaillement dans les plans  $(\vec{e}_L, \vec{e}_T)$  et  $(\vec{e}_T, \vec{e}_T)$  et  $\nu_{TL}$ ,  $\nu_{LT}$  et  $\nu_{TT}$  sont les coefficients de Poisson.

#### 2.3.2.2 DÉTERMINATION DES PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES DE LA PAROI PAR HOMOGÉNÉISATION

Les propriétés élastiques de la paroi sont déterminées à partir de celles des ses constituants à travers une méthode d'homogénéisation impliquant trois étapes. Le choix de l'homogénéisation est déterminé par les difficultés et incertitudes existant sur les propriétés identifiées par méthode directe. En effet, la complexité de mise en œuvre des essais sur paroi de fibre, tels que la flexion sur morceau de paroi découpé au FIB (Figure 2.4 [Orso 06]) ou la nanoindentation [Arnould 17, Keryvin 15, Bourmaud 11] font que l'erreur commise sur l'identification affecte la fiabilité de la caractérisation expérimentale.

La première loi des mélanges (LdM1) est appliquée aux microfibrilles, constituées de cellulose cristalline (CC) et de cellulose amorphe (AC). La deuxième homogénéisation (LdM2) est effectuée pour calculer les propriétés de la matrice constituée d'hémicellulose (HC) et lignine (LG) dans laquelle les microfibrilles sont disposées.

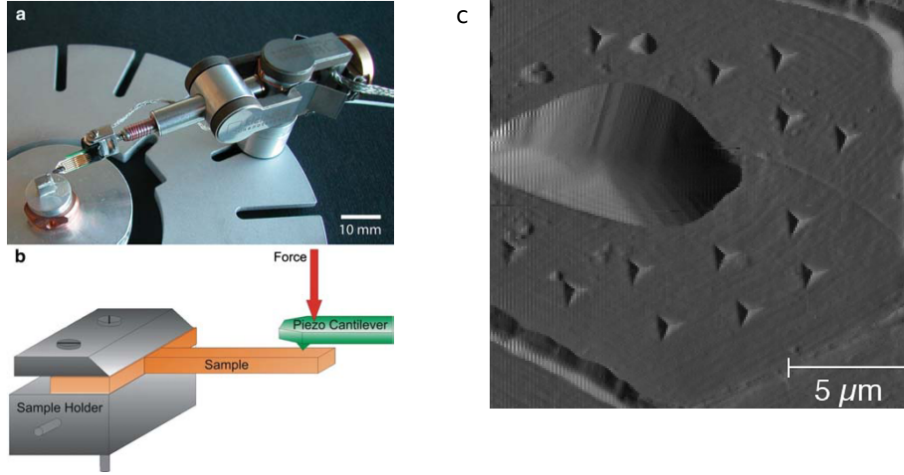


FIGURE 2.4 – Essais de caractérisation des parois des fibres : flexion de morceaux de paroi (a,b) [Orso 06] et nanoindentation (c) [Keryvin 15].

Finalement, la loi des mélanges est appliquée une troisième fois (LdM3) à partir des propriétés obtenues lors des deux premières étapes. À partir des propriétés élastiques et des fractions massiques  $v$  des polymères constituant la paroi, nous obtenons donc [Placet 12b] :

— LdM 1 : Microfibrilles (MF) = cellulose cristalline (CC) + cellulose amorphe (AC)

$$E_L^{MF} = E_{LCC}v_{CC} + E_{AC}(1 - v_{CC}) \quad (2.5)$$

$$E_T^{MF} = v'_{CC} \frac{E_{TCC} E_{AC}}{v'_{CC} E_{AC} + (1 - v'_{CC}) E_{TCC}} + (1 - v'_{CC}) E_{AC} \quad (2.6)$$

$$\frac{1}{G_{LT}^{MF}} = \frac{v'_{CC}}{G_{LTCC} v'_{CC} + G_{LTAC} (1 - v'_{CC})} + \frac{(1 - v'_{CC})}{G_{AC}} \quad (2.7)$$

$$\nu_{LT}^{MF} = \nu_{LTCC} v_{CC} + \nu_{AC} (1 - v_{CC}) \quad (2.8)$$

— LdM 2 : Matrice (MAT) = hémicellulose (HC) + lignine (LG)

$$E_L^{MAT} = E_{LHC}v_{HC} + E_{LG}(1 - v_{HC}) \quad (2.9)$$

$$E_T^{MF} = v'_{HC} \frac{E_{THC} E_{LG}}{v'_{HC} E_{LG} + (1 - v'_{HC}) E_{THC}} + (1 - v'_{HC}) E_{LG} \quad (2.10)$$

$$\frac{1}{G_{LT}^{MAT}} = \frac{v'_{HC}}{G_{LTHC} v'_{HC} + G_{LTLG} (1 - v'_{HC})} + \frac{(1 - v'_{HC})}{G_{LG}} \quad (2.11)$$

$$\nu_{LT}^{MAT} = \nu_{LTHC} v_{HC} + \nu_{LG} (1 - v_{HC}) \quad (2.12)$$

— LdM 3 : Paroi = microfibrilles (MF) + matrice (MAT)

$$E_L = E_{L_{MF}} v_{MF} + E_{L_{MAT}} (1 - v_{MF}) \quad (2.13)$$

$$E_T = v'_{MF} \frac{E_{T_{MF}} E_{T_{MAT}}}{v'_{MF} E_{T_{MAT}} + (1 - v'_{MF}) E_{T_{MF}}} + (1 - v'_{MF}) E_{T_{MAT}} \quad (2.14)$$

$$\frac{1}{G_{LT}} = \frac{v'_{MF}}{G_{LT_{MF}} v'_{MF} + G_{LT_{MAT}} (1 - v'_{MF})} + \frac{(1 - v'_{MF})}{G_{LT_{MAT}}} \quad (2.15)$$

$$\nu_{LT} = \nu_{LT_{MF}} v_{MF} + \nu_{T_{MAT}} (1 - v_{MF}) \quad (2.16)$$

avec  $v' = \sqrt{v}$ .

### 2.3.3 COMPORTEMENT VISCOÉLASTIQUE

#### 2.3.3.1 LOI DE COMPORTEMENT VISCOÉLASTIQUE ANISOTROPE

Nous avons vu que les fibres végétales expriment un comportement viscoélastique plus au moins marqué (cf. Section 1.2.5.3). En effet, la paroi étant constituée de polymères, des phénomènes dissipatifs associés à l'élasticité se manifestent, ce qui peut se traduire globalement par une viscosité. La réponse viscoélastique d'un matériau se caractérise par la dépendance au temps de la réponse (réversible) exprimée, qui se traduit en un comportement dit différé, par opposition à celui instantané.

Le comportement viscoélastique peut être complètement décrit à partir du tenseur de déformation  $\underline{\varepsilon}^e$  et d'un ensemble de tenseurs du second ordre  $\underline{\xi}_i$ , avec  $i \in \mathbb{N}$ . Les  $\underline{\xi}_i$  correspondent à des mécanismes élémentaires d'écoulement visqueux, homogènes à des déformations. L'inégalité de Clausius-Dunham permet d'obtenir la loi d'état et la dissipation intrinsèque suivante :

$$\underline{\sigma} = \frac{\partial \phi}{\partial \underline{\varepsilon}^e}, \quad In_{ve} = \underline{\dot{\varepsilon}}^{ve} \underline{\sigma} - \sum_i \underline{\dot{\xi}}_i \underline{\chi}_i \quad (2.17)$$

où les  $\underline{\chi}_i$  représentent les forces thermodynamiques associées aux  $\underline{\xi}_i$ ,  $\underline{\dot{\varepsilon}}^{ve}$  est le tenseur des taux de déformations viscoélastiques. Comme dans l'équation 2.1, la densité d'énergie libre est choisie sous la forme :

$$\phi(\underline{\varepsilon}^e, \underline{\xi}_i) = \frac{1}{2\rho} \underline{\varepsilon}^e \underline{A} \underline{\varepsilon}^e + \frac{1}{2\rho} \sum_i \frac{1}{\mu_i} \underline{\xi}_i \underline{A}^{ve} \underline{\xi}_i \quad (2.18)$$

où  $\underline{A}^{ve}$  est un tenseur de quatrième ordre servant à décrire l'anisotropie du comportement visqueux.

La déformation totale  $\underline{\varepsilon}$  est décomposée en une partie élastique  $\underline{\varepsilon}^e$  et une viscoélastique  $\underline{\varepsilon}^{ve}$  dépendante des mécanismes élémentaires  $\underline{\xi}_i$  :

$$\underline{\varepsilon} = \underline{\varepsilon}^e + \underline{\varepsilon}^{ve}(\underline{\xi}_i), \quad \text{soit} \quad \underline{\dot{\varepsilon}} = \underline{\dot{\varepsilon}}^e + \underline{\dot{\varepsilon}}^{ve} \quad (2.19)$$

En combinant l'équation 2.19 et l'équation 2.3 nous pouvons écrire :

$$\underline{S} \underline{\dot{\sigma}} = \underline{\dot{\varepsilon}} - \underline{\dot{\varepsilon}}^{ve} \quad (2.20)$$

Comme proposé par [Maire 92], une formulation spectrale est choisie pour le modèle viscoélastique. Cela implique que les vitesses de déformations viscoélastiques sont définies par la superposition des cinétiques élémentaires  $\underline{\xi}_i$ . Nous avons donc :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^{ve} = \sum_{i=1}^n \underline{\dot{\xi}}_i = \sum_{i=1}^n \frac{1}{\tau_i} (\mu_i \underline{S}^{ve} \underline{\sigma} - \underline{\xi}_i) \quad (2.21)$$

où les  $\tau_i$  sont les temps de relaxation,  $\mu_i$  sont les paramètres de pondération de chaque mécanisme élémentaire  $\underline{\xi}_i$ ,  $n$  est le nombre de mécanismes élémentaires et  $\underline{S}^{ve}$  représente le tenseur des complaisances viscoélastiques. De la formulation spectrale, les  $\tau_i$  et  $\mu_i$  sont reliés par un spectre des temps de relaxation. Différents types de spectre peuvent être utilisés et ils sont nécessaires pour décrire fidèlement le comportement différé des fibres végétales [Guicheret-Retel 15]. Dans ces travaux il a été montré que des spectres de type double Gaussienne / parabole inversée permettent de décrire toute la diversité des comportements des fibres végétales observées en fluage de traction. Des résultats satisfaisant peuvent également être obtenus avec un spectre de type triangle. Dans le cadre de cette thèse, pour des raisons de simplicité de mise en œuvre et d'implémentation des lois de comportement, un spectre triangulaire (tronqué ou non, comme montré en Figure 2.5) est choisi .

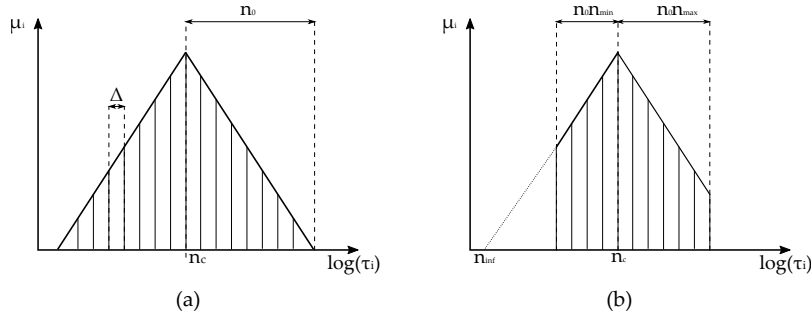


FIGURE 2.5 – Spectres des temps de relaxation de type triangle (a) et triangle tronqué (b).

Dans le cas des fibres végétales, la paroi végétale est généralement considérée parfaitement élastique dans le sens des microfibrilles. Le tenseur  $\underline{S}^{ve}$  peut donc s'écrire :

$$\underline{S}^{ve} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\beta_T}{E_T} & -\frac{\beta_{TT}\nu_{TT}}{E_T} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{\beta_{TT}\nu_{TT}}{E_T} & \frac{\beta_T}{E_T} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{\beta_{LT}}{G_{LT}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{\beta_{LT}}{G_{LT}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{\beta^*}{G_{TT}} \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad \frac{\beta^*}{G_{TT}} = 2 \left( \frac{\beta_T}{E_T} + \frac{\beta_{TT}\nu_{TT}}{E_T} \right) \quad (2.22)$$

où  $\beta_T$ ,  $\beta_{TT}$  et  $\beta_{LT}$  sont des paramètres qui caractérisent la viscosité du matériau.

### 2.3.3.2 DÉTERMINATION DES PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES DE LA PAROI PAR MÉTHODE INVERSE

**L'identification de ces paramètres est loin d'être simple pour la paroi des fibres.** Encore une fois, la taille et la fragilité des fibres rendent leur manipulation expérimentale extrêmement complexe et la mise en place d'essais qui permettent de solliciter la paroi d'une fibre élémentaire dans des directions autres que la direction longitudinale reste délicate. Dans ce sens, une voie prometteuse, bien que se limitant à une échelle très localisée de la paroi, demeure l'utilisation de la nanoindentation [Arnould 17, Bourmaud 11]. D'autres contributions sont en phase d'étude : un projet commun inter-départemental entre le DMA et le département AS2M de l'Institut Femto-st est en cours. Il vise à mettre au point un essai de compression diamétrale sur fibres végétales. Néanmoins, la détermination par méthode directe de ces paramètres viscoélastiques paraît particulièrement difficile.

La mise en œuvre d'une méthode inverse à partir d'un essai de fluage dans la direction longitudinale de la fibre a été favorisée. Elle permet d'identifier au moins le couple de paramètres  $(\beta_T, \beta_{LT})$ . Cela a fait l'objet de travaux précédemment menés au sein de l'équipe [Cisse 15, Guicheret-Retel 15, Cisse 14]. L'identification est effectuée par méthode inverse [Carbillet 17, Richard 99], en considérant une expression 1D du modèle précédent. La fonction de fluage s'exprime alors comme suit :

$$J(t) = \sum_{i=1}^n \frac{1}{E_i} (1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}) \quad (2.23)$$

La fonction de fluage dans la direction longitudinale de la fibre ( $\vec{e}_z$ ) devient, en utilisant l'équation 2.21 :

$$J_{zz}(t) = \frac{\varepsilon_{zz}^{ve}(t)}{\sigma_0} = \frac{\sum_{i=1}^n \mu_i S_{zz} (1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}})}{\sigma_0} \quad (2.24)$$

avec :

$$S_{zz} = \frac{\beta_T}{E_T} \cos^4\left(\frac{\pi}{2} - \psi\right) + \frac{\beta_{LT}}{G_{LT}} \cos^2\left(\frac{\pi}{2} - \psi\right) \sin^2\left(\frac{\pi}{2} - \psi\right) \quad (2.25)$$

où  $\psi$  représente l'angle d'enroulement des microfibrilles (AMF).

L'identification est effectuée à l'aide d'un outil développé au sein du DMA [Richard 99, Cisse 14] et basé sur un algorithme hybride, mêlant une méthode globale de recherche heuristique et les méthodes de résolution locale à convergence rapide. La fonction objectif  $f$  est à minimiser :

$$f = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n \left( \frac{J_{zzexp}^k - J_{zzmod}^k}{\max(J_{zzexp}^k)} \right)^2}}{2n} \quad (2.26)$$

où  $J_{zzexp}^k$  et  $J_{zzmod}^k$  représentent la  $k$ -ème valeur de complaisance expérimentale et issue du modèle respectivement. La valeur de  $J_{zzmod}$  qui minimise  $f$  nous permet de calculer le couple de paramètres  $(\beta_T, \beta_{LT})$  à travers l'équation 2.25. Le dernier paramètre viscoélastique nécessaire  $\beta_{TT}$  est ensuite fixé de façon empirique : il a en effet peu d'influence sur le comportement en traction.

### 2.3.4 PRISE EN COMPTE DE LA RÉORIENTATION DES MICROFIBRILLES

#### 2.3.4.1 LOI D'ÉVOLUTION DES MICROFIBRILLES ÉVALUÉE À PARTIR D'UNE FORMULATION EN RÉFÉRENTIEL MATÉRIEL TOURNANT

Concernant la réorientation des microfibrilles, la contribution majeure de l'équipe est décrite en détail dans [Trivaudey 15]. D'un point de vue expérimental, la caractérisation de l'évolution de l'AMF pendant l'essai de traction est un exercice particulièrement complexe et très peu d'équipes dans le monde y ont contribué (cf. Section 1.2.5.1). Vu le manque de données expérimentales, l'équipe a proposé un modèle théorique d'évolution de l'AMF basé sur des considérations cinématiques et matérielles. L'approche utilisée découle de l'hypothèse que, pendant la traction, la fibre soit localement soumise à des transformations finies, qui incluent des rotations importantes.

La loi théorique identifiée (cf. Figure 2.6) dérive de l'expression intrinsèque du gradient de déformation  $\underline{\underline{F}}$  dans le cas de cinématiques planes par rapport à la direction radiale. Or, en utilisant un repère lagrangien  $(\vec{e}_1^0, \vec{e}_2^0, \vec{e}_3^0)$  et un repère matériel  $(\vec{e}_1, \vec{e}_2, \vec{e}_3)$  de façon à ce que  $\vec{e}_1^0$  et  $\vec{e}_1$  définissent la même direction matérielle pendant la transformation et que  $\vec{e}_2^0$  (respectivement  $\vec{e}_2$ ) reste dans le plan perpendiculaire à la direction radiale  $\vec{e}_3^0 = \vec{e}_3$ , le gradient de déformation prend la forme :

$$\underline{\underline{F}} = \begin{bmatrix} F_{11} & F_{12} & 0 \\ 0 & F_{22} & 0 \\ 0 & 0 & F_{33} \end{bmatrix} \quad \text{dans } (\vec{e}_i^0, \vec{e}_i) \quad (2.27)$$

Soit  $\vec{\chi}_0$  la direction des microfibrilles avant transformation, et  $\psi^0 = \pi/2 - AMF$  l'angle avant déformation entre  $\vec{\chi}_0$  et  $\vec{e}_1^0$ . Si on considère une rotation  $\underline{\underline{Q}}_f$ , la direction parallèle aux microfibrilles devient :

$$\vec{\chi} = \underline{\underline{Q}}_f \vec{\chi}_0 \quad (2.28)$$

et la direction  $\vec{a}_1 = \underline{\underline{Q}}_f \vec{e}_1$  sont toujours séparés d'un angle  $\psi^0$ . Par conséquence :

$$\underline{\underline{Q}}_f = \vec{\chi}_i \otimes \vec{\chi}_0 = Q_{ij} \vec{e}_i \otimes \vec{e}_j^0 \quad (2.29)$$

avec :

$$\underline{\underline{Q}}_f = \begin{bmatrix} \cos(\psi - \psi^0) & -\sin(\psi - \psi^0) \\ \sin(\psi - \psi^0) & \cos(\psi - \psi^0) \end{bmatrix} \quad (2.30)$$

Puisque la direction des microfibrilles est une direction matérielles,  $\vec{\chi}$  peut être calculée ainsi :

$$\vec{\chi} = \frac{\underline{\underline{F}} \vec{\chi}_0}{\|\underline{\underline{F}} \vec{\chi}_0\|} \quad (2.31)$$

À partir des équations 2.28 et 2.31, l'évolution de l'AMF est enfin obtenue :

$$\tan \psi = \frac{F_{22} \sin \psi^0}{F_{11} \cos \psi^0 + F_{12} \psi^0} \quad (2.32)$$

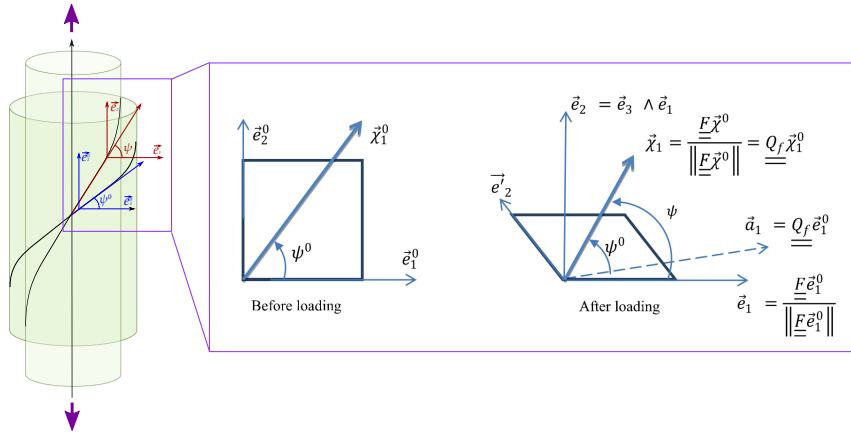


FIGURE 2.6 – Représentation de la variation de la direction des microfibrilles pendant la traction [Trivaudey 15].

#### 2.3.4.2 IDENTIFICATION DE LA LOI D'ÉVOLUTION

La loi d'évolution de l'angle des microfibrilles (équation 2.32) est définie par les composantes  $F_{22}$ ,  $F_{11}$  et  $F_{12}$  du gradient de déformation  $\underline{\underline{F}}$ . Ces composantes sont obtenue à chaque pas de calcul de la simulation par éléments finis de l'essai de traction sur fibre élémentaire. Le modèle EF et les simulations seront décrits en détails dans la suite du manuscrit.

#### 2.3.5 AUTRES PHÉNOMÈNES MODÉLISÉS

Nous avons vu dans la Section 1.2.4 que, sur la base de diverses observations expérimentales, il est possible d'affirmer que d'autres phénomènes dissipatifs peuvent se produire dans la paroi (cristallisation des zones amorphes, endommagement, plasticité). Ces comportements ont été décrits par des lois et ainsi implémentés (cf. Annexe A). Malheureusement, à ce stade, les paramètres régissant ces lois n'ont pas pu être identifiés ou approximés. Nous avons donc fait le choix de ne pas les prendre en compte lors de ces travaux de thèse.

### 2.4 LE MODÈLE ÉLÉMENTS FINIS PARAMÉTRABLE

#### 2.4.1 GÉOMÉTRIE ET MAILLAGE

La loi de comportement dont la formulation est décrite dans les sections précédentes est ensuite implémentée dans un modèle EF à travers une intégration dans des éléments 3D. Les détails de la stratégie suivie pour l'intégration du modèle dans des éléments sont donnés dans [Boubakar 03, Boubakar 02].

Les contributions de ces travaux de recherche débutent avec la mise en place d'un outil numérique capable de générer des modèles de fibre 3D paramétrables.

La géométrie 3D est issue de la discrétisation du volume occupé par la fibre. En effet,

dans l'approche choisie pour ce travail de thèse, contrairement à ce qui est la pratique commune dans la modélisation par EF, le maillage n'est pas issu de la discrétisation de la géométrie, mais inversement, la géométrie résulte du maillage. Celui-ci est à son tour généré en deux étapes :

- Discrétisation de la section droite de la fibre : création des nœuds et des connectivités des éléments surfaciques dans la section (Figure 2.7) ;
- Génération du maillage/géométrie 3D : extrusion du maillage surfacique dans la direction perpendiculaire au plan de sa section droite (Figure 2.8).

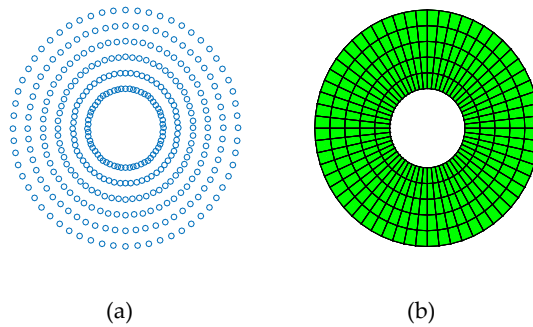


FIGURE 2.7 – Nœuds (a) et éléments (b) du maillage surfacique.

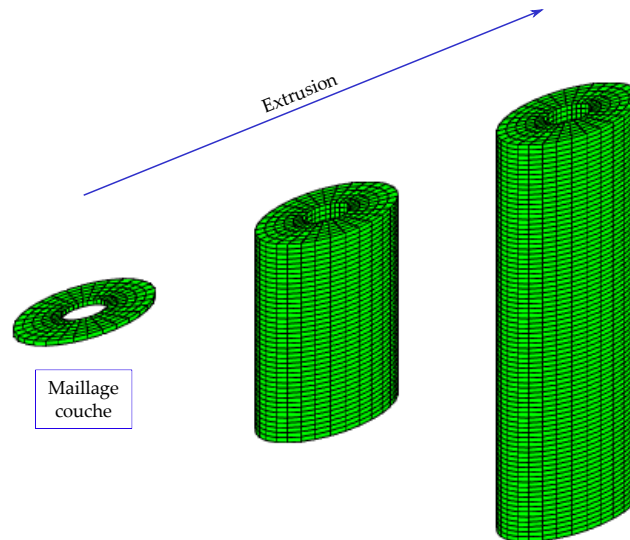


FIGURE 2.8 – Représentation de la démarche de génération du maillage et de la géométrie 3D des fibres.

L'approche choisie permet de contrôler aisément le maillage, et donc la géométrie : cela se révèle un avantage remarquable dans le cas d'analyses paramétriques, qui



prévoient la génération d'un grand nombre de modèles différents. La forme et les dimensions de la section transversale sont définies par la position des nœuds sur le contour. De même, l'éventuelle variation de section dans la longueur de la fibre est pilotée par la variation des coordonnées des nœuds de chaque couche de maillage extrudée.

#### 2.4.2 FOCUS SUR LES CONDITIONS AUX LIMITES

L'application des conditions aux limites clôture la génération du modèle EF. Dans ce travail de thèse, seul le comportement en traction est étudié. Une étude préliminaire, dédiée à l'évaluation de l'impact de différentes conditions d'encastrement sur le comportement en traction des fibres végétales, a été effectuée. Les différentes conditions d'encastrement simulées représentent les configurations d'application de la colle aux extrémités de la fibre. Elles sont notamment représentatives de deux différentes méthodes de mise en œuvre de l'essai de traction utilisées expérimentalement et illustrées en Figure 2.9.

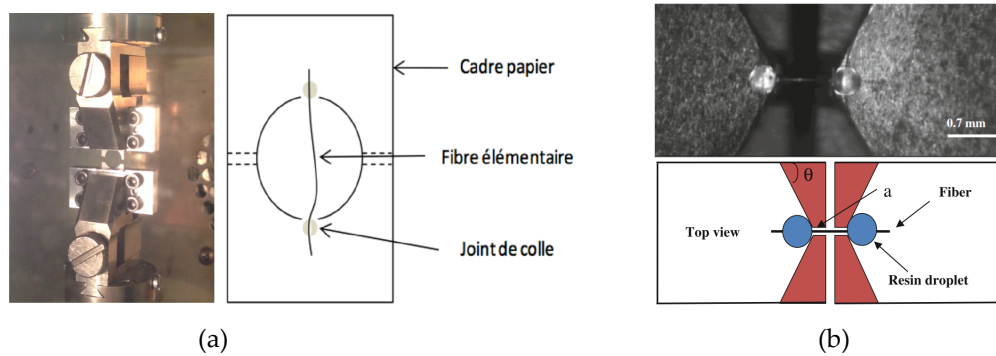


FIGURE 2.9 – Configurations expérimentales modélisées : fibre collée sur support papier [Cisse 14] (a) et goutte de résine aux extrémités [Yu 11] (b).

En effet, dans l'essai expérimental de traction, deux stratégies ont été adoptées jusqu'à ce jour. Elles consistent :

- à coller la fibre sur un cadre support et à encastrer cet ensemble dans des pinces de traction [Cisse 14, Griffith 21] ;
- à déposer une goutte de résine proche de chaque extrémité de la fibre et à positionner cet ensemble dans des mors coniques [Yu 14].

Les conditions d'encastrement sont assez différentes et pourraient ainsi influencer la réponse en traction de la fibre. La communauté scientifique n'a que très peu abordé ce sujet, bien que l'importance de ces conditions aux limites ait été montrée dès les premiers essais réalisés par Griffith en 1921 [Griffith 21] pour les fibres de verre et par Jayne [Jayne 60] et Page et al. [Page 71] pour les fibres végétales.

Trois modèles sont utilisés pour représenter les différentes méthodes d'ancrage de la fibre lors de la mise en œuvre de l'essai de traction (Figure 2.10). La méthode

des extrémités collées sur papier correspond au modèle *CL1* et celle de la goutte de colle appliquée aux extrémités, avec ou sans présence de colle dans le *lumen*, est représentée par les configurations *CL2* et *CL3*. Dans toutes les configuration, la longueur de fibre libre s'élève à  $100\ \mu m$ . Ces configurations sont retenues dans le but de créer des modèles simples, capables de représenter aux mieux les caractéristiques des méthodes mises en place dans la réalité expérimentale.

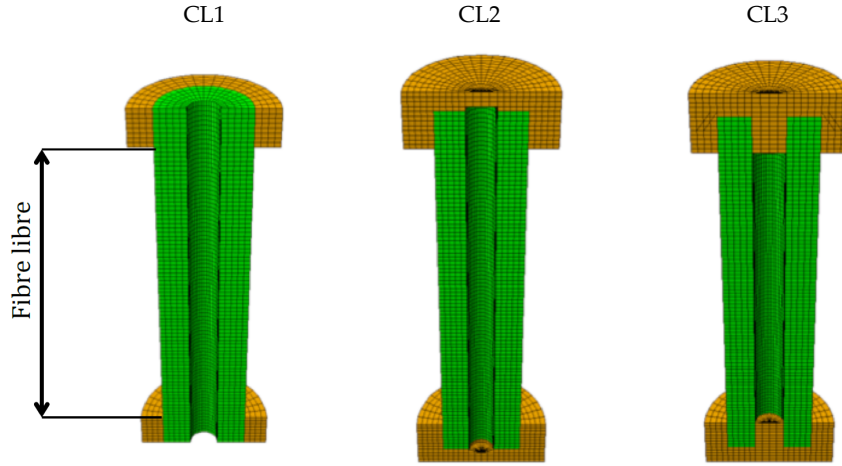


FIGURE 2.10 – Différents modèles de conditions aux limites appliquées à la fibre.

Pour reproduire numériquement l'essai de traction, dans les cas des modèles montrés en Figure 2.10, le chargement est appliqué aux nœuds qui appartiennent à la surface supérieure de la colle déposée sur l'extrémité inférieure de la fibre. L'extrémité supérieure de la fibre est ensuite libérée de la colle et encastrée, comme montrée en Figure 2.11a. Dans le cas de fibre sans colle, le chargement est appliqué directement aux nœuds de la surface inférieure de la fibre, l'autre extrémité étant encastrée comme montrée en Figure 2.11b.

Ce choix permet d'accéder aux grandeurs globales en termes de contrainte et déformation, qui sont calculées suivant les équations 2.33 et 2.34. La contrainte est calculée, dans les différents cas, comme le rapport entre la résultante des réactions  $R_i$  aux nœuds à l'encastrement et surface utile  $S$  de la fibre. La déformation en revanche est obtenue en rapportant le déplacement moyen  $\mu(u_i)$  des nœuds en sortie de colle sur la longueur de fibre libre  $L_{FL}$  dans le cas des configurations avec colle, et comme rapport entre le déplacement imposé  $\bar{U}$  et la longueur totale de la fibre  $L_F$  dans la configuration sans colle.

$$\sigma = \frac{\sum_i R_i}{S} \quad (2.33)$$

$$\begin{cases} \varepsilon = \frac{\mu(u_i)}{L_{FL}} & \text{avec colle} \\ \varepsilon = \frac{\bar{U}}{L_F} & \text{sans colle} \end{cases} \quad (2.34)$$

La rotation de la fibre dans le plan de la section droite n'est pas bloquée : ce

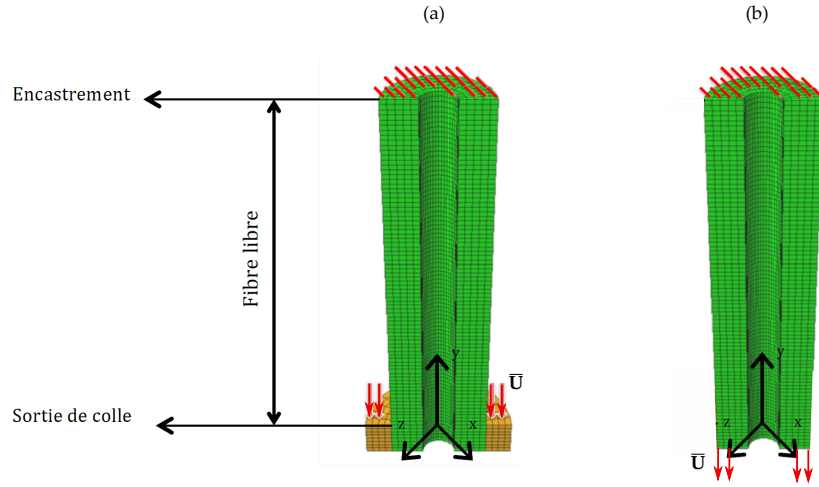


FIGURE 2.11 – Configurations d'application du chargement, avec (a) ou sans (b) colle.

choix est lié aux résultats obtenus lors de travaux antérieurs [Trivaudey 15], où la condition de rotation libre amène à un comportement plus proche de celui obtenu expérimentalement. Ce résultat est attribué à la présence de zones amorphes et de discontinuités dans la longueur des microfibrilles, qui entraîne certainement dans la réalité des rotations localisées. Ces discontinuités n'étant pas prises en compte dans le modèle, ces rotations localisées sont modélisées numériquement par une rotation globale de la fibre. Pour évaluer l'impact de la présence de la colle sur le comportement en traction de la fibre, les courbes contrainte-déformation obtenues pour chaque configuration de conditions aux limites appliquées sont analysées et comparées avec celles obtenues dans le cas d'une fibre sans colle. Le chargement est appliqué sous la forme d'un déplacement nodal, avec une vitesse qui correspond à celle expérimentale, *i.e.*  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . La colle est considérée comme étant un milieu isotrope purement élastique ( $E_{\text{colle}} = 4 \text{ GPa}$  et  $\nu_{\text{colle}} = 0.3$ ).

Les résultats en termes de courbes contrainte-déformation et module tangent apparent-déformation sont montrés en Figure 2.12.

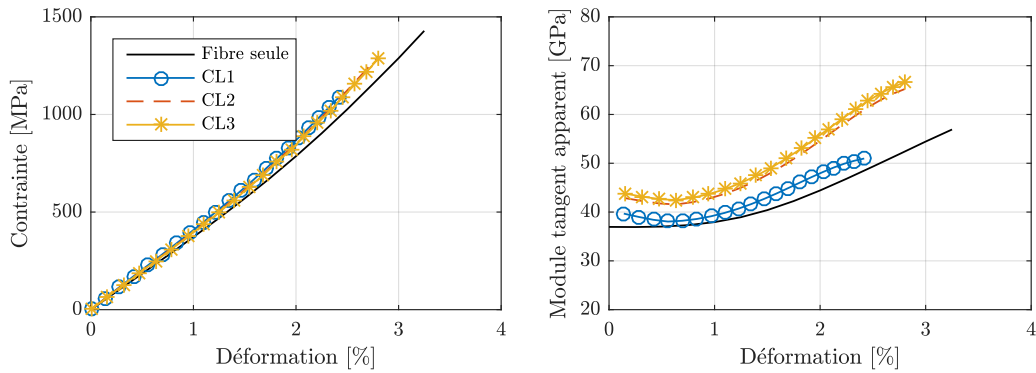


FIGURE 2.12 – Comportement en traction global obtenu avec différentes conditions aux limites appliquées.

La présence de la colle engendre un léger écart du comportement résultant par rapport à celui obtenu en appliquant le chargement directement sur la fibre (Figure 2.12). Cet écart traduit un **effet rigidifiant de la colle sur le comportement en traction**. Il est également possible de remarquer que l'application du chargement sur les nœuds de la colle entraîne un report de charge qui ne permet pas d'atteindre le même niveau de déformation obtenu dans le cas de fibre sans colle.

La Figure 2.12 montre la comparaison des allures du module tangent apparent résultant. Celui-ci est calculé pour chaque pas de temps comme le rapport entre l'incrément de la contrainte et celui de la déformation. L'allure du module tangent confirme l'effet rigidifiant de la présence de la colle : les courbes tracées en Figure 2.12 montrent que la rigidité en début de déformation est plus élevée dans toutes les configurations d'application de la colle par rapport à celle obtenue avec une fibre sans colle.

L'augmentation de la rigidité peut être expliquée numériquement par le fait que les nœuds en correspondance de l'interface colle-fibre ont un déplacement supérieur par rapport à ceux qui se trouvent en correspondance du *lumen*. Cet écart induit une diminution du déplacement global, qui est calculé comme moyenne du déplacement des nœuds de la fibre qui appartiennent à la section en sortie de colle, et affecte donc le comportement global en le rigidifiant.

Malgré l'augmentation de la rigidité apparente entraînée par la présence de la colle, les résultats montrent ainsi que, **quelle que soit la configuration choisie, la forme de la non-linéarité du comportement en traction de la fibre reste la même et que la présence de colle dans le *lumen* n'affecte pas non plus la réponse en traction**.

L'étude sur l'impact des conditions aux limites sur le comportement global de la fibre nous permet donc de conclure que **l'allure du comportement en traction simulé est indépendante de la configuration choisie pour l'application du chargement** : pour la suite, celui-ci sera donc toujours appliqué sur la fibre directement, sans prise en compte de la présence de la colle.

### 2.4.3 AUTOMATISATION DU PROCESSUS DE GÉNÉRATION DU MODÈLE ET CALCUL

La stratégie adoptée pour la génération du maillage, et donc de la géométrie de la fibre, décrite en Section 2.4.1, se prête parfaitement à une application dans le cadre d'analyses paramétriques qui demandent la génération d'un nombre élevé de modèles différents. En effet, le contrôle du maillage nous permet non seulement de paramétrer aisément les caractéristiques géométriques de la fibre, mais également d'affecter facilement les propriétés matérielles aux éléments, *i.e.* les paramètres matériaux qui alimentent la loi de comportement décrite dans les sections précédentes, aux éléments constituant la fibre. De la même façon, la définition des conditions aux limites et des résultats est facilitée. Elle est donc implémentée dans une démarche de calcul automatisée, schématisée en Figure 2.13. La démarche de calcul est pilotée par un script *batch*, chargé de la définition et du contrôle du déroulement de cinq étapes de calcul :

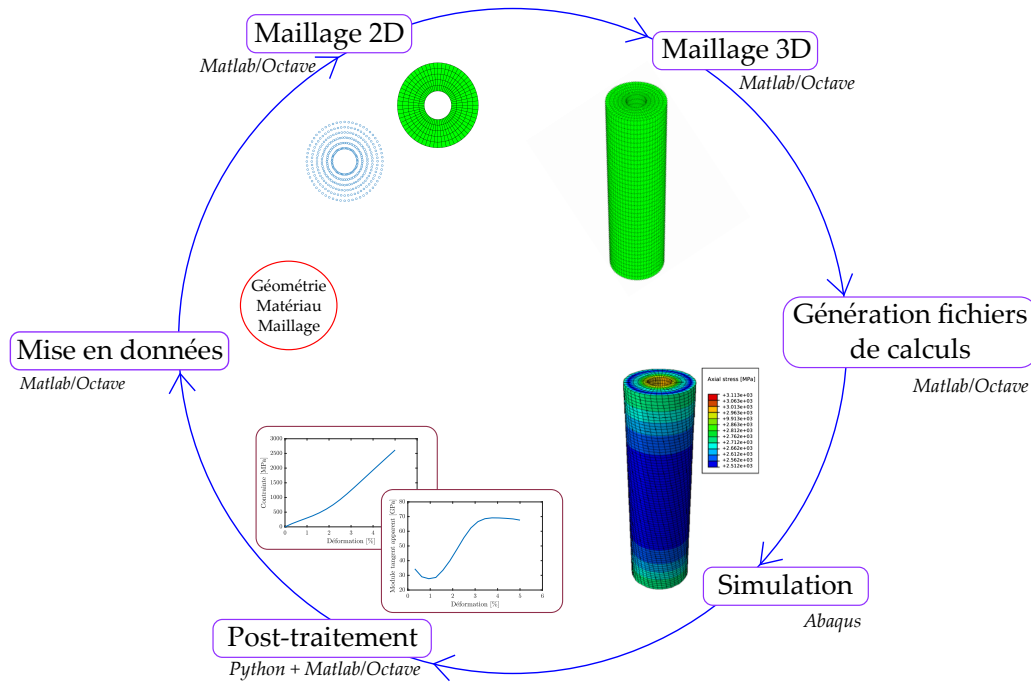


FIGURE 2.13 – Schématisation du processus de calcul automatisé.

- *Mise en données* : un script en environnement Matlab/Octave est utilisé pour définir les caractéristiques géométriques, matérielles et de maillage de la fibre ;
- *Maillage* : génération du maillage 2D de la section et extrusion dans la direction perpendiculaire pour créer le maillage 3D ;
- *Génération des fichiers de calcul* : cette étape consiste à générer les fichiers nécessaires aux calculs EF. C'est à ce stade que le matériau est affecté aux éléments constituant le modèle via l'écriture automatisée du fichier *input* du calcul.
- *Simulation* : une simulation EF dans Abaqus est effectuée en utilisant le modèle généré.
- *Post-traitement* : un script *python* extrait les variables de sortie requises des fichiers en sortie de calcul, et un script Matlab/Octave est chargé du post-traitement des résultats bruts extraits.

## 2.5 BILAN

Dans ce chapitre nous avons synthétisé la formulation utilisée dans ces travaux de thèse pour modéliser le comportement de la paroi végétale. Cette formulation, issue de l'adaptation à la fibre végétale d'un modèle développé au sein du département dans le cadre de l'étude des stratifiés, est ensuite implémentée dans un modèle éléments finis, dans le but de simuler l'essai de traction sur fibre.

Le modèle 3D utilisé est défini dans le cadre de la mécanique des milieux continus et représente la paroi de la fibre comme étant un micro composite renforcé par fibres longues (microfibrilles de cellulose). Une loi de comportement viscoélastique anisotrope est implémentée (cf. Figure 2.14). Les propriétés élastiques de la paroi sont déterminées en appliquant une méthode d'homogénéisation à partir des propriétés élastiques des constituants. Concernant le comportement différé, les paramètres viscoélastiques sont obtenus par méthode inverse à partir d'essais de fluage sur fibres élémentaires de chanvre. La réorientation des microfibrilles est également prise en compte à travers la définition d'une loi d'évolution basée sur des considérations cinématiques et matérielles. L'identification de la loi est effectuée par éléments finis.

Le modèle décrit est ensuite appliqué à une étude préliminaire, effectuée afin d'esti-

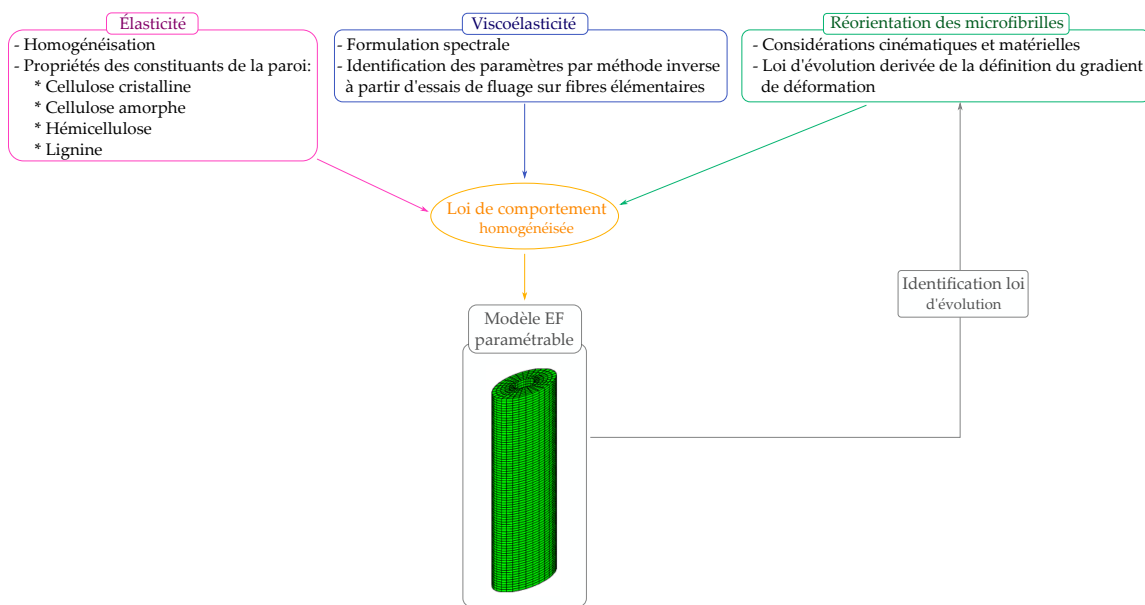


FIGURE 2.14 – Schéma de synthèse de l'approche numérique utilisée dans la thèse.

mer l'impact de différentes conditions d'encastrement sur le comportement en traction global de la fibre. Les différents types de conditions aux limites pris en compte représentent les configurations d'application de la colle aux extrémités de la fibre dans le cadre de l'essai de traction expérimental. Les résultats montrent que l'allure du comportement obtenu n'est pas affectée par la présence de la colle, qui sera donc négligée dans la suite du travail.

Dans ce travail de thèse, le modèle de paroi est enfin implémenté dans une démarche de calcul automatisé : le but est de pouvoir exploiter la formulation décrite dans le cadre d'analyses paramétriques, qui demandent la génération d'un nombre élevé de modèles différents.

Dans les chapitres qui suivent, l'approche numérique ici présentée sera appliquée à l'évaluation de l'influence des caractéristiques géométriques et matérielles sur le comportement en traction des fibres végétales.



# INFLUENCE DE LA MORPHOLOGIE SUR LE COMPORTEMENT NON-LINÉAIRE DES FIBRES VÉGÉTALES

## Sommaire

|            |                                                                                                   |           |
|------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>3.1</b> | <b>Introduction</b>                                                                               | <b>73</b> |
| <b>3.2</b> | <b>Caractérisation et modélisation de la morphologie</b>                                          | <b>76</b> |
| 3.2.1      | Identification des caractéristiques morphologiques des fibres                                     | 76        |
| 3.2.2      | Modélisation de la morphologie de la fibre                                                        | 79        |
| 3.2.3      | Modèle EF                                                                                         | 81        |
| <b>3.3</b> | <b>Investigation des relations morphologie/ comportement en traction par simulation numérique</b> | <b>82</b> |
| 3.3.1      | Morphologie réelle <i>vs</i> morphologie simplifiée                                               | 82        |
| 3.3.2      | Influence du degré d'ellipticité                                                                  | 85        |
| 3.3.3      | Investigations sur les origines du comportement non-linéaire                                      | 87        |
| 3.3.4      | Vers une explication de l'effet géométrique                                                       | 90        |
| <b>3.4</b> | <b>Bilan</b>                                                                                      | <b>94</b> |

## 3.1 INTRODUCTION

Dans le Chapitre 2 les détails et l'évolution historique de la formulation utilisée pour modéliser la paroi cellulaire de la fibre ont été décrits. Lors de travaux précédents menés au sein de l'équipe, la capacité de ce modèle à décrire le comportement non-linéaire en traction des fibres de chanvre a été démontrée [Trivaudey 15]. La géométrie de la fibre prise en compte dans ces travaux était néanmoins très simplifiée. La fibre végétale était, en effet, modélisée comme un tube à paroi épaisse et à section circulaire et constante dans la longueur.

Les observations expérimentales ont montré que les fibres végétales sont caractérisées



par une morphologie complexe (cf. Figure 1.2), ainsi que très variable d'une fibre à l'autre [Charlet 10, Blake 08, Mattrand 14]. Elles présentent généralement une section à forme polygonale arrondie, irrégulière et variable dans la longueur. Le *lumen* peut être étroit, circulaire ou elliptique, avec un diamètre qui dépend de la maturité de la plante. Il est donc possible que ces caractéristiques géométriques puissent avoir une influence sur le comportement mécanique des fibres végétales, en particulier sur les non-linéarités des réponses en traction observées expérimentalement. La relation entre le diamètre et/ou la section transversale de la fibre et ses propriétés mécaniques ont déjà été étudiées pour différentes espèces, telles que le chanvre [Duval 11, Placet 12b], le lin [Zafeiropoulos 07, Baley 02], le sisal [Silva 08] et l'ortie [Bodros 08]. La dépendance des propriétés élastiques au diamètre de la fibre est généralement attribuée à un effet structural [Placet 12b] et peut également provenir d'une mauvaise estimation de l'aire de la section transversale de la fibre [Virk 10].

En effet, la détermination de la surface de la section transversale est plus complexe pour les fibres végétales que pour les fibres synthétiques. La description et la **détermination des formes 2D et 3D** des fibres végétales représentent encore un **réel défi d'un point de vue expérimental**. La difficulté provient généralement de la taille et de la fragilité des fibres élémentaires, ce qui en rend difficile la préparation et la manipulation. Des résultats ont été obtenus par Placet et al. [Placet 14] sur des fibres de chanvre utilisant la tomographie FIB (*Focused Ion Beam*) et la tomographie par cohérence optique (OCT) ainsi que par Joffre et al. [Joffre 14] sur les fibres de bois à l'aide de la microtomographie aux rayons X. Plus récemment, Bourmaud et al. [Bourmaud 17] ont également étudié par microtomographie synchrotron aux rayons x l'architecture et les caractéristiques morphologiques de fibres secondaires de chanvre. Concernant la nanotomographie aux rayons X, des résultats préliminaires ont été obtenus dans le cadre de ce travail sur des fibres de chanvre et de lin. La Figure 3.1 montre une première reconstruction 3D effectuée sur un faisceau de lin contenant deux fibres élémentaires.

La détermination expérimentale de la corrélation comportement en traction/ morphologie 3D requiert la mise en place d'essais in situ. Des outils expérimentaux sont en cours de développement sur nanotomographe aux rayons X au sein du DMA. Par ailleurs, une étude sur les relations entre comportement en traction et morphologie 3D implique des essais sur un nombre élevé d'échantillons (entre 30 et 50) pour que des tendances statistiquement significatives puissent être établies.

Compte tenu de la difficulté de manipulation et du coût élevé en termes de temps et d'argent demandé par l'utilisation de ces techniques de caractérisation, une approche numérique a été préférée pour ces travaux.

Certains auteurs ont récemment fourni une méthodologie pour modéliser le contour extérieur des fibres et la dispersion observée dans la géométrie des sections utiles [Ntenga 11, Mattrand 14]. Gassan et son équipe [Gassan 01] ont également souligné l'influence de la forme de la section transversale des fibres sur le module d'élasticité apparent. En utilisant un modèle élastique basé sur le modèle de tube stratifié à paroi épaisse, ils ont montré que le module apparent longitudinal de la fibre est plus faible pour les fibres à section circulaire que pour les fibres dont la section présente

un degré d'ellipticité élevé.

Les relations entre la forme de la section transversale de la fibre et ses propriétés élastiques ont donc été étudiées dans la littérature. Néanmoins, à notre connaissance, aucun travail n'a étudié l'influence possible de la morphologie de la fibre sur la forme de sa réponse en traction. En effet, la géométrie complexe des sections droites des fibres peut avoir des effets sur le comportement en traction qu'elles expriment. Par exemple, les irrégularités du contour de la section peuvent engendrer l'apparition de concentrations de contraintes, et avoir, par conséquence, un effet sur le comportement non-linéaire global de la fibre élémentaire. La complexité de la morphologie peut également avoir un impact sur le couplage mécanique traction-torsion exprimé par ces fibres. Tous ces phénomènes peuvent éventuellement se répercuter, à leurs tours, sur le comportement en traction exprimé à l'échelle du composite renforcé par de telles fibres.

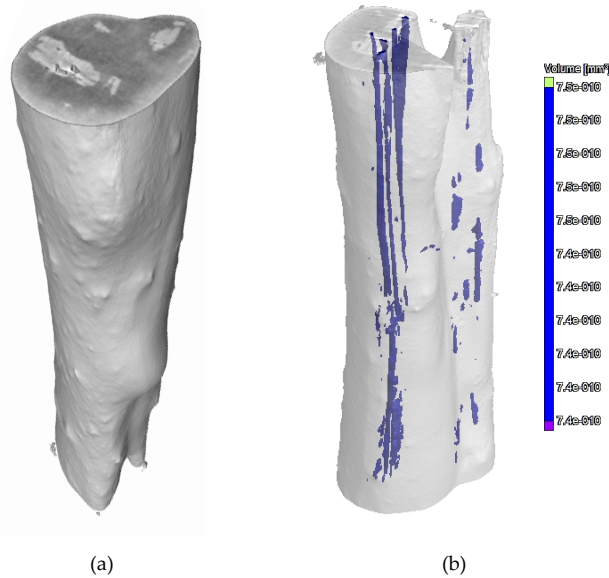


FIGURE 3.1 – Reconstruction 3D d'un faisceau de deux fibres de lin par nanotomographie aux rayons X (a). Estimation des porosités intra-fibre (b). (Tomographe : *EasyTom RX Solutions*)

Ce chapitre est donc dédié à l'étude, par approche numérique, de cette relation entre morphologie et comportement en traction des fibres végétales. Le but est d'évaluer l'impact des aspects géométriques sur le comportement des fibres. L'étude qui fait l'objet de ce chapitre se limitera aux fibres de chanvre uniquement, mais l'approche et le modèle utilisés restent adaptables à tout type de fibres végétales. L'analyse se focalise sur les fibres de chanvre car la morphologie de ses fibres est plus éloignée de celle idéale (tube parfaitement cylindrique à paroi épaisse) par rapport aux fibres de lin. En outre, les fibres de chanvre expriment un comportement en traction plus variable également (cf. Chapitre 4).

Dans un premier temps, une analyse d'images microscopiques (2D) de la coupe transversale d'une tige de chanvre est menée. Cette analyse a pour objectif la caractérisation et la reconstruction de la morphologie réelle des sections de fibres. Une fois la géométrie réelle des sections droites des fibres obtenue, le modèle 3D est construit comme décrit dans le Chapitre 2. Des simulations par éléments finis de l'essai de traction sur ces modèles 3D de fibres à morphologie complexe (réelle) et simplifiée sont ensuite effectuées pour pouvoir comparer les résultats obtenus avec les deux types de géométrie.

## 3.2 CARACTÉRISATION ET MODÉLISATION DE LA MORPHOLOGIE

### 3.2.1 IDENTIFICATION DES CARACTÉRISTIQUES MORPHOLOGIQUES DES FIBRES

La caractérisation morphologique des fibres a été réalisée in situ, dans la tige, la préparation des échantillons pour la microscopie étant plus facile qu'à l'échelle des fibres individualisées.

#### 3.2.1.1 OBSERVATIONS MICROSCOPIQUES

La préparation des échantillons et les images microscopiques qui font l'objet de cette partie ont été effectuées par Camille François dans le cadre de son stage de fin d'études au Département Mécanique Appliquée de l'Institut Femto-st [François 15]. Des sections transversales ont été découpées dans la région centrale des tiges fraîches de chanvre en utilisant une lame de rasoir.

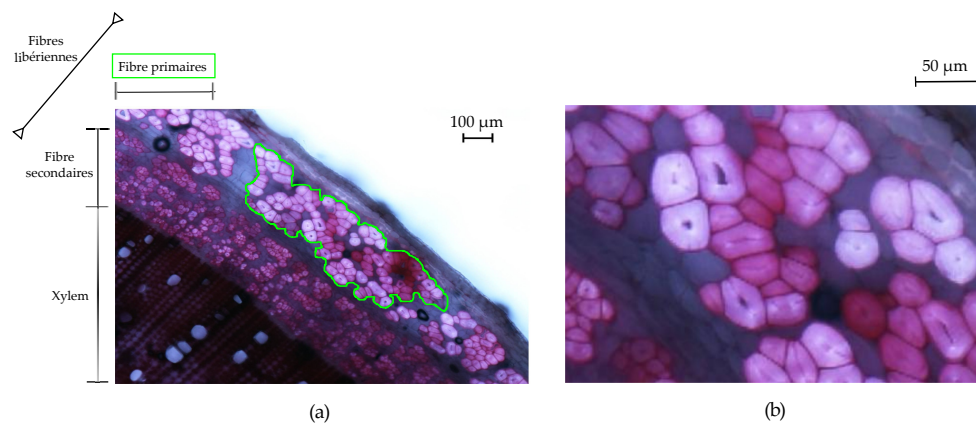


FIGURE 3.2 – Section transversale de la tige de chanvre (a). Zoom sur les fibres primaires (b).

Une variété monoïque (Futura 75) de chanvre (*Cannabis sativa*) cultivée en 2013 a été étudiée. La coloration cytochimique a été réalisée sur des coupes utilisant le réactif

de Wiesner (phloroglucinol-HCl) donnant une coloration rouge pourpre à la lignine, comme montré en Figure 3.2. Cette coloration favorise une bonne reconnaissance et définition des contours des parois de la fibre (la lamelle moyenne est généralement riche en lignine). Les observations et les mesures ont été effectuées à l'aide d'un microscope optique (Nikon Eclipse LV150).

### 3.2.1.2 TRAITEMENT D'IMAGE

Les images obtenues ont été modifiées à l'aide d'un traitement d'image automatique ou manuel (en fonction de la qualité des images : contraste, luminosité ...). Environ 30 fibres ont été étudiées. Leurs contours intérieurs et extérieurs numérisés ont été extraits sous forme de coordonnées des points de discrétisation. Ces contours ont été déterminés à l'aide des images optiques microscopiques (Figure 3.2) et des outils de reconnaissance de forme implémentés dans Matlab<sup>®</sup>, tels que la toolbox *Image Region Analyzer* et la fonction *bwboundaries*. À ce stade, certaines techniques classiques de filtrage d'image ont été utilisées, telles que l'amélioration du contraste et le seuillage via la méthode d'Otsu [Otsu 79] (Figure 3.3), afin de reconnaître facilement les lignes de contour de la section des fibres. À partir des contours réels numérisés, certains paramètres morphologiques, tels que les diamètres et les surfaces de fibre et *lumen*, ont été déterminés.

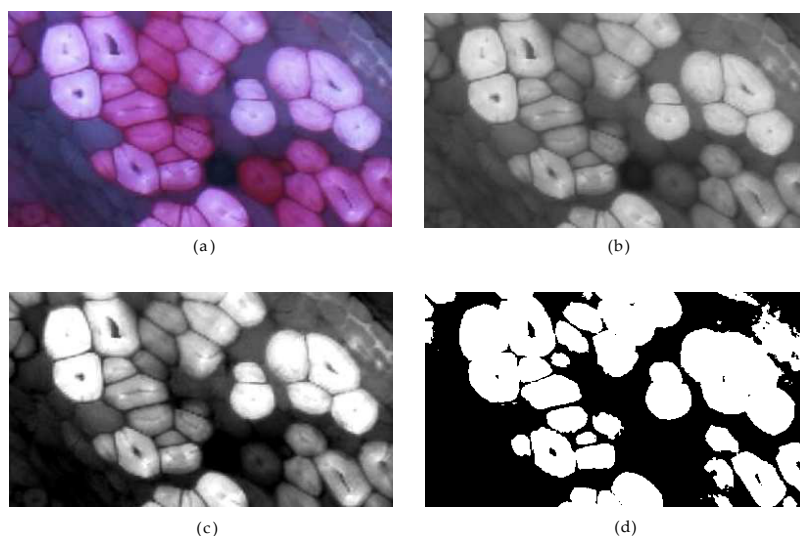


FIGURE 3.3 – Image microscopique originale de la coupe de tige (a), niveaux de gris (b), contraste amélioré (c) et seuillage obtenu via l'application de la méthode de Otsu (d).

### 3.2.1.3 RÉSULTATS

Les résultats de la caractérisation de la morphologie des fibres sont présentés en Table 3.1. Comme mentionné précédemment, ces données ont été recueillies sur 30 fibres, à partir de la Figure 3.2. Cette quantité de fibres est insuffisante pour assurer une caractérisation statistiquement fiable. Cependant, bien que la littérature soit riche en données concernant certaines caractéristiques morphologiques des fibres, telles que leurs dimensions par exemple [Sankari 00, Crônier 05, Schäfer 06, Cisse 14],

l'observation expérimentale s'avère ici nécessaire car, à notre connaissance, il n'y a pas de bases de données disponibles dans la littérature concernant la définition des lignes de contour des fibres végétales. Les résultats en termes de valeurs moyennes des diamètres et des surfaces des parois des fibres sont en accord avec ceux proposés dans la littérature. Une autre caractéristique morphologique observée est le degré d'ellipticité  $e$ , défini comme :

$$e = 1 - \frac{b}{a}$$

où  $a$  et  $b$  correspondent au plus grand et au plus petit rayons extérieurs d'une ellipse, comme montré en Figure 3.4. La valeur moyenne du degré d'ellipticité  $e$  est également cohérente avec la valeur suggérée par Gassan et al. [Gassan 01] comme valeur maximale réaliste du degré d'ellipticité des fibres végétales.

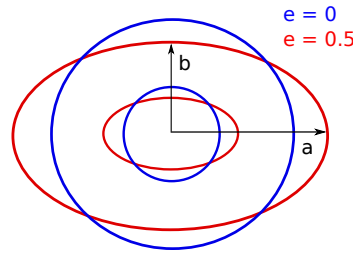


FIGURE 3.4 – Modèle de section de fibre simplifiée.

TABLE 3.1 – Paramètres géométriques déterminés à partir des morphologies réelles de fibres.

|         | Diamètre max<br>[ $\mu m$ ] | Diamètre min<br>[ $\mu m$ ] | Surface fibre<br>[ $\mu m$ ] <sup>2</sup> | Surface <i>lumen</i><br>[ $\mu m$ ] <sup>2</sup> | $e$ [-] |
|---------|-----------------------------|-----------------------------|-------------------------------------------|--------------------------------------------------|---------|
| Moyenne | 49.1                        | 32.6                        | 1260.8                                    | 83.9                                             | 0.3     |
| Max     | 72.6                        | 50.5                        | 1983.4                                    | 231.1                                            | 0.7     |
| Min     | 31.5                        | 14.1                        | 325.0                                     | 0                                                | 0.01    |

La Figure 3.5 montre trois morphologies reconstruites : pour chaque fibre, la forme elliptique approchée et l'amplitude des irrégularités sont calculées en minimisant  $\alpha$ , défini en utilisant la formulation des moindres carrés décrite en équation 3.1.

$$\alpha = \frac{\sqrt{\sum_{k=1}^N \frac{(R_r - R_s)^2}{R_r^2}}}{N} \quad (3.1)$$

Où  $R_r$  et  $R_s$  sont respectivement le rayon de chaque point de discrétisation des contours réel et simplifié.  $N$  est le nombre total de points de discrétisation du périmètre. Pour les fibres analysées, les irrégularités se situent entre  $\alpha = 0.02$  et  $\alpha = 0.17$ . Les degrés d'ellipticité  $e$  sont obtenus à partir des morphologies elliptiques approchées.

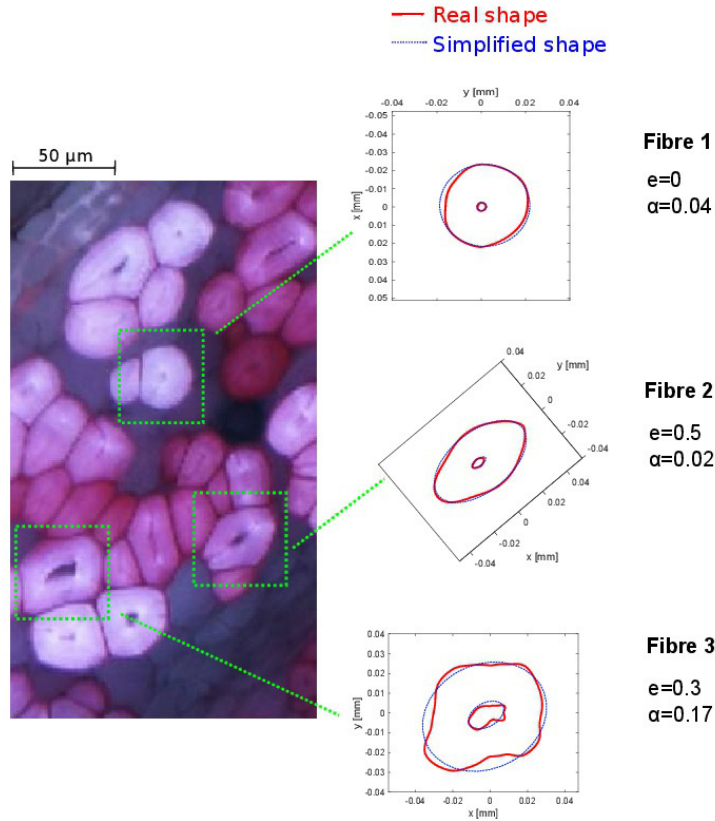


FIGURE 3.5 – Reconstruction morphologique de la section transversale de trois fibres libériennes primaires de chanvre.

### 3.2.2 MODÉLISATION DE LA MORPHOLOGIE DE LA FIBRE

#### 3.2.2.1 MORPHOLOGIE RÉELLE

Les données obtenues sous forme de coordonnées des points de discrétisation des contours sont utilisées pour alimenter l'outil de génération automatique de la géométrie 3D de la fibre. Comme décrit dans le deuxième chapitre du manuscrit, la génération de la géométrie 3D passe essentiellement par la création du maillage paramétré. Dans le cas des fibres à morphologie réelles, l'outil prend en entrée les suites de points décrivant les contours extérieurs et intérieurs. Il effectue ensuite la discrétisation de surface de la paroi comprise entre les contours (Figure 3.6). Ce maillage surfacique est ensuite extrudé dans la troisième direction (l'axe de la fibre).

#### 3.2.2.2 MORPHOLOGIE SIMPLIFIÉE

La reconstruction de la morphologie réelle est coûteuse en termes de temps de calcul. Elle est fortement dépendante de la qualité des images microscopiques de départ, ce qui oblige souvent à effectuer le traitement d'images et la reconstruction de

contours manuellement. Une méthode moins coûteuse pour modéliser la morphologie 3D de la fibre est donc proposée : elle consiste à générer automatiquement des formes simplifiées de la section, en négligeant les irrégularités des contours réels. L'outil de génération automatique de la géométrie produit alors une géométrie et un maillage 3D en utilisant seulement quelques paramètres en entrée, tels que le plus grand diamètre, la longueur de la fibre, la section transversale et le degré d'ellipticité de la section.

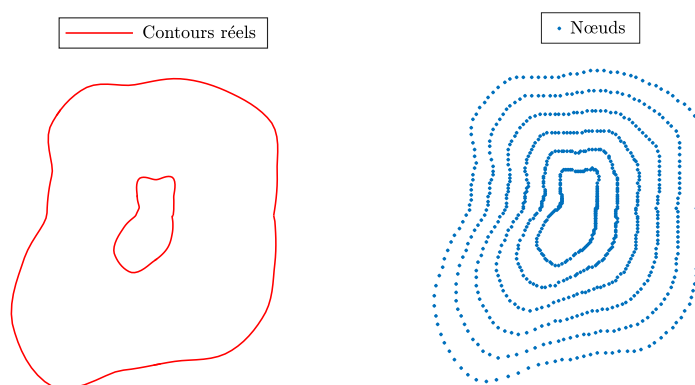


FIGURE 3.6 – Reconstruction des contours réels d'une section de fibre et discrétisation.

### 3.2.2.3 VARIATION DE SECTION DANS LA LONGUEUR DE LA FIBRE

La variation de section transversale dans la longueur des fibres rend la détermination des propriétés mécaniques particulièrement difficile sur le plan expérimental. D'un point de vue numérique, l'utilisation de la génération automatique de la géométrie des fibres par extrusion du maillage surfacique rend la prise en compte de ces variations très simple.

À défaut d'avoir des données expérimentales exhaustives issues de la caractérisation morphologique 3D des fibres (pour le moment), nous proposons pour cette étude de faire varier les sections selon la longueur de façon à suivre une allure sinusoïdale. Cela ne correspond évidemment pas aux irrégularités réelles observées (cf. Figure 3.1). Cependant, l'amplitude de variation est choisie de façon à être conforme avec les données disponibles dans la littérature [Charlet 10]. Pour chaque couche extrudée la distance entre les nœuds du contour extérieur et l'axe de la fibre est déterminée donc par une fonction sinusoïdale à amplitude paramétrée. La Figure 3.7 montre des exemples de modèles de fibres à section variable dans la longueur. Dans ces cas les sections considérées sont de forme circulaire ou elliptique, avec des variations diamétrales maximales égales à 10% et 20%.



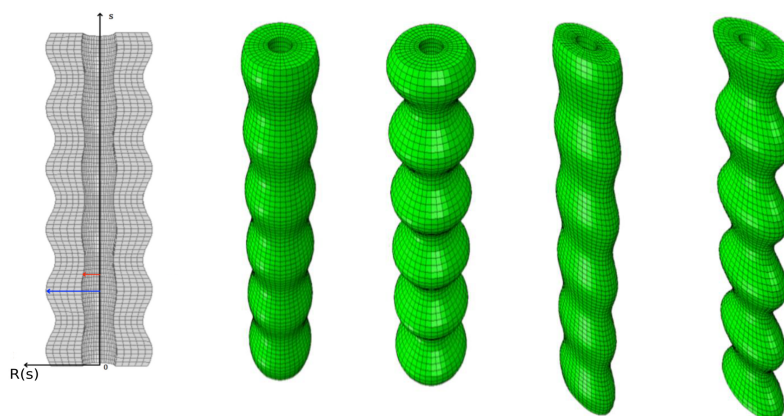


FIGURE 3.7 – Exemple de modèles de fibres à section variable dans la longueur.

### 3.2.3 MODÈLE EF

Pour les fibres cylindriques à paroi mince ou épaisse, des solutions analytiques peuvent être obtenues [Placet 12b, Gassan 01]. Pour les géométries plus complexes, le calcul par éléments finis est requis. L'outil de génération automatique de la géométrie et du maillage paramétrés est également prévu pour la génération du fichier de mise en données du calcul EF, effectué dans Abaqus<sup>®</sup>. Des éléments cubiques à 8 noeuds sont utilisés. La discrétisation est réalisée avec 40 éléments selon le contour de la section (périmètre externe et interne), de 80 éléments dans la longueur de la fibre et de 5 éléments dans l'épaisseur de la paroi. En ce qui concerne les simulations de l'essai de traction, elles sont effectuées en appliquant le chargement de deux façons différentes : sous forme d'un déplacement nodal ou bien d'une pression. Dans le premier cas le déplacement est appliqué aux noeuds qui appartiennent aux sections extrêmes de la fibre. Dans le cas de la pression, elle est appliquée à une des deux surfaces extrêmes de la fibre, l'autre étant encastree. Dans les deux cas, l'amplitude du chargement est choisi de façon à obtenir une vitesse de déformation moyenne d'environ  $5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ , proche de celle prévue par le protocole expérimental auquel ces simulations font référence.

Le niveau de déformation global maximal atteint pendant les simulations est de 4%. Cette valeur relativement élevée est néanmoins cohérente avec la borne supérieure des distributions des propriétés présentes dans la littérature. D'après Duval et al. [Duval 11] et Keller [Keller 03] par exemple, la déformation à la rupture des fibres de chanvre peut atteindre des valeurs plus élevées que les 4% mentionnés ci-dessus. Puisque les résultats expérimentaux sont toujours exprimés en termes de comportement en traction global, pour la simulation la contrainte et la déformation longitudinales globales doivent être calculées comme prévu dans le protocole expérimental. La déformation globale est obtenue comme le rapport entre le déplacement appliqué et la longueur initiale de la fibre. En ce qui concerne la contrainte globale, lorsque le déplacement nodal est appliqué, elle est calculée comme montrée dans la Section 2.4.2, équation 2.33 (fibre sans colle). Dans le cas du chargement en pression, la contrainte globale correspond directement à la charge appliquée. Dans les deux cas, les varia-



tions de la surface de la section transversale lors de la simulation sont négligeables (moins de 1%), et sont donc négligées.

Les résultats présentés dans la suite, sauf indication contraire, sont obtenus en appliquant le chargement sous forme de déplacement nodal aux extrémités de la fibre. Une fois la courbe contrainte-déformation globale obtenue, le module apparent est calculé comme la tangente de la courbe contrainte-déformation en chaque point et exprimé en fonction de la déformation globale. Les simulations sont réalisées à l'aide d'un système quad-core bi-processeurs, avec 36 Go de RAM (2 minutes environ en temps CPU par simulation).

### 3.3 INVESTIGATION DES RELATIONS MORPHOLOGIE/ COMPORTEMENT EN TRACTION PAR SIMULATION NUMÉRIQUE

#### 3.3.0.1 PARAMÈTRES MATÉRIAUX

Le modèle de paroi cellulaire utilisé dans cette étude a été décrit dans le Chapitre 2. Les paramètres matériaux utilisés dans ce chapitre sont résumés en Table 3.2. Le spectre utilisé pour la définition de la réponse viscoélastique est de type triangle complet. L'AMF initial est supposé constant dans la longueur de la fibre, ainsi que dans l'épaisseur de la paroi. La réorientation des microfibrilles est également prise en compte.

TABLE 3.2 – Paramètres élastiques et viscoélastiques utilisés pour les simulations EF.

| Paramètres élastiques |          | Paramètres viscoélastiques |       |
|-----------------------|----------|----------------------------|-------|
| $E_L$                 | 75 GPa   | $\beta_{LT}$               | 12.25 |
| $E_T$                 | 11 GPa   | $\beta_T$                  | 1.5   |
| $\nu_{LT}$            | 0.153    | $zn_c$                     | 2.45  |
| $G_{LT}$              | 2.52 GPa | $zn_0$                     | 1.9   |
| $\nu_{TT}$            | 0.2      |                            |       |
| AMF (initial)         | 11°      |                            |       |

#### 3.3.1 MORPHOLOGIE RÉELLE *vs* MORPHOLOGIE SIMPLIFIÉE

Une comparaison entre le comportement en traction obtenu par simulation pour les fibres à morphologie réelle et celles à morphologie simplifiée est montrée en Figure 3.8. Pour ces fibres, et pour ces valeurs de  $\alpha$  (défini dans l'équation 3.1 et montrés dans la Figure 3.5), les résultats de la simulation numérique (Figure 3.8) suggèrent que les irrégularités du contour n'ont qu'une influence très limitée sur le

comportement global de la fibre. Rappelons que pour ces simulations la section est considérée constante selon de la longueur de la fibre. La forme de la réponse en traction (Figure 3.8) est similaire dans les deux cas considérés (morphologie réelle et morphologie simplifiée).

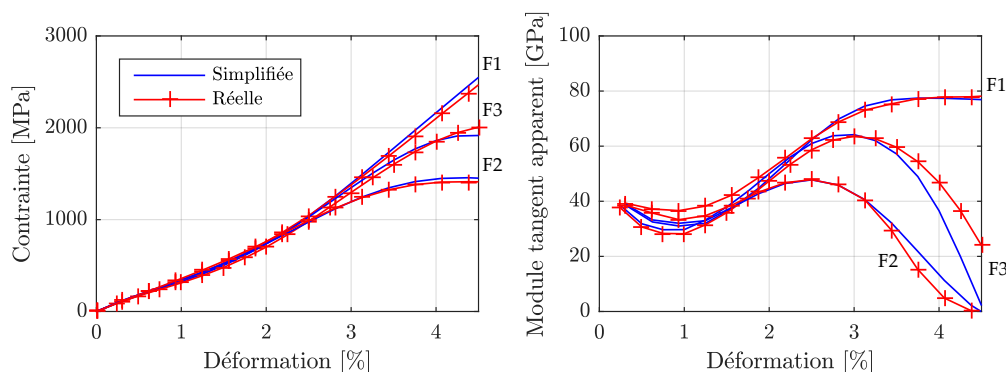


FIGURE 3.8 – Comportement en traction pour des fibres à morphologie complexe et simplifiée.

Néanmoins, à partir de 3% de déformation globale, un écart apparaît dans la réponse module tangent apparent-déformation pour les fibres F2 et F3.

La Fibre 3 est la fibre modélisée avec la plus grande valeur d'irrégularité ( $\alpha = 0.17$ , Figure 3.5). Cet écart suggère qu'une valeur plus élevée de  $\alpha$  peut entraîner des effets plus importants sur l'allure de la réponse en traction de la fibre. En outre, **un contour irrégulier de la section transversale influence les champs de contraintes, avec apparition de concentrations**, comme le montre la Figure 3.9. La présence de ces concentrations de contraintes peut affecter le comportement à rupture de la fibre : l'hétérogénéité des champs de contraintes dans la paroi de la fibre peut avoir un impact sur la propagation des micro-fissures dans la paroi et par conséquent sur le comportement à rupture de la fibre elle-même. L'endommagement et la rupture de la fibre n'étant pas pris en compte dans cette étude, celle-ci reste une hypothèse qu'il serait intéressant de vérifier dans un travail futur, compte-tenu des difficultés de caractérisation expérimentale des fibres liées principalement à leur fragilité.

Des résultats similaires sont obtenus dans le cas de modèles de fibres à section variable selon la longueur. La Figure 3.10 montre les réponses en traction obtenues pour quatre géométries modélisées : section parfaitement circulaire ( $e = 0$ ), constante (I) ou variable (II) dans la longueur de la fibre et section elliptique ( $e = 0.5$ ), constante (III) ou variable (IV) dans la longueur de la fibre. La variation maximale de la surface transversale pour les cas (II) et (IV) est fixée à 20%.

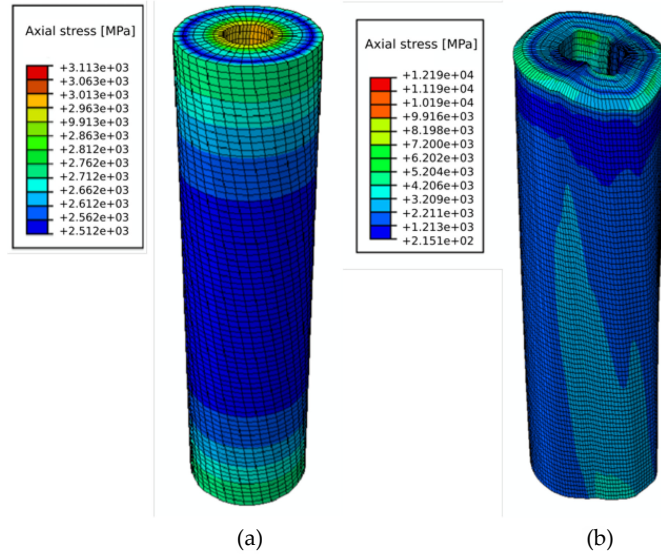


FIGURE 3.9 – Champs de contraintes (von Mises) dans une fibre à morphologie simplifiée (a) et réelle (b), avec  $\alpha = 0.3$ .

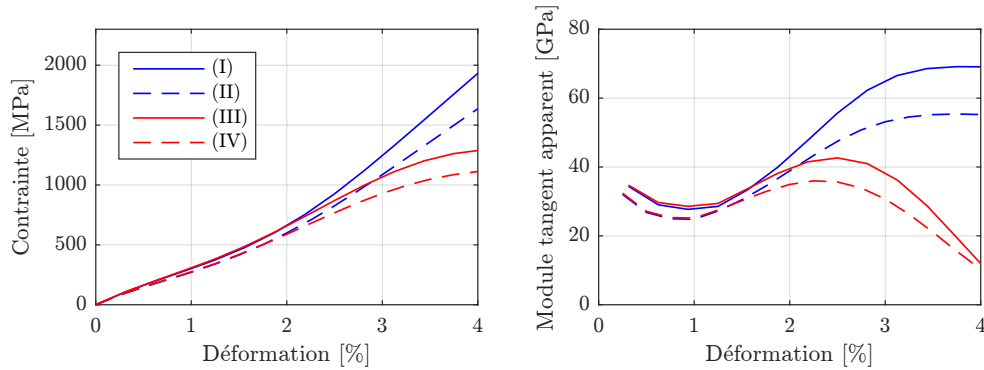


FIGURE 3.10 – Comportement en traction de fibres à section constante ou variable dans la longueur.

Dans ce cas aussi, la variation de section dans la longueur des fibres n'affecte pas la forme du comportement en traction. L'écart observé entre les cas (I) et (II) et entre les cas (III) et (IV) est certainement une conséquence d'une diminution de la rigidité globale en raison de la diminution locale de la section transversale. Il induit de fortes concentrations de contraintes, comme le montre la Figure 3.11, ce qui peut influencer le comportement à rupture de la fibre, exactement comme dans le cas de morphologies complexes.

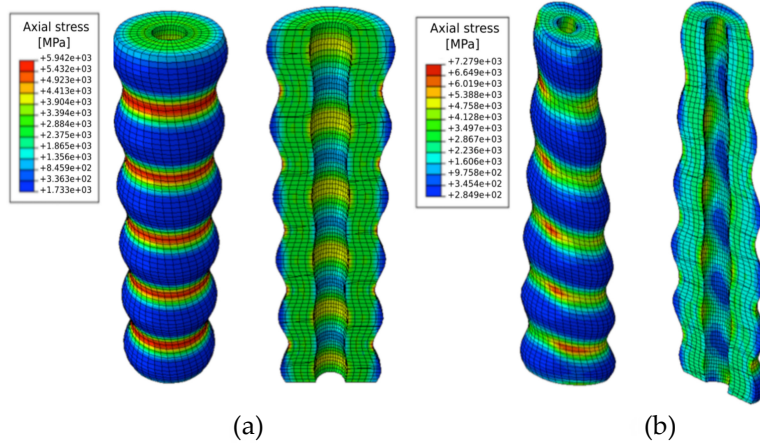


FIGURE 3.11 – Champs de contraintes (von Mises) obtenus dans une fibre à section circulaire (a) et elliptique (b) avec section variable dans la longueur ( $\Delta S_{Max} = 20\%$ ).

À nouveau, l'analyse des phénomènes de rupture dépasse le cadre de ces travaux de thèse et ce n'est pas l'objectif de l'étude à laquelle ce chapitre est dédié. En revanche, les résultats présentés jusqu'ici suggèrent que le paramètre morphologique qui semble affecter le plus la forme des non-linéarités de comportement exprimées par les fibres végétales soit le degré d'ellipticité. Pour la suite du chapitre l'intérêt se concentrera donc sur l'étude de l'influence de ce paramètre définissant les morphologies à section simplifiée sur le comportement en traction global de la fibre élémentaire, en négligeant les variations de section dans la longueur de la fibre, ainsi que les irrégularités de contour.

### 3.3.2 INFLUENCE DU DEGRÉ D'ELLIPTICITÉ

Afin d'évaluer l'influence du degré d'ellipticité de la section transversale de la fibre sur sa réponse en traction, les résultats obtenus pour les géométries elliptiques sont comparés. Les sections elliptiques sont modélisées avec  $e$  compris entre 0 et 0,7. Cet intervalle est choisi en accord avec les données expérimentales issues de la caractérisation de la morphologie des fibres. Pour chaque géométrie modélisée, la section est constante dans la longueur de la fibre. Par ailleurs, pour éviter tout effet dû à des différences de l'aire de la section transversale, la surface est maintenue constante pour chaque fibre testée, comme le montre la Table 3.3.

Les dimensions des diamètres et, par conséquent, de la surface sont néanmoins choisies dans la plage d'amplitude reportée dans la littérature. Les simulations sont effectuées en utilisant les valeurs de paramètres synthétisées dans la Table 3.2. Comme montré en Figure 3.12, le comportement en traction est fortement influencé par le paramètre  $e$ . Lorsque les fibres sont modélisées comme des cylindres à section parfaitement circulaire, les résultats montrent un comportement en trois phases : (1) une réponse quasi-linéaire pour les petites déformations (à peine visible), suivie (2) d'une diminution de la rigidité apparente puis (3) d'une augmentation de la rigidité

TABLE 3.3 – Paramètres géométriques des sections avec différentes valeurs de  $e$  et pour une surface utile de fibre constante et égale à  $493 \mu m^2$ .

| $e$ | $a [\mu m]$ | $b [\mu m]$ | $a' [\mu m]$ | $b' [\mu m]$ |
|-----|-------------|-------------|--------------|--------------|
| 0   | 13.3        | 13.3        | 4.46         | 4.46         |
| 0.3 | 18.2        | 10.8        | 5.47         | 3.3          |
| 0.5 | 18.8        | 9.4         | 6.2          | 3.1          |
| 0.7 | 24.3        | 7.3         | 8            | 2.4          |

selon une tendance parabolique et finalement (4) d'une stabilisation de la rigidité. Pour les sections elliptiques, la diminution de la rigidité est d'autant plus importante que la déformation globale est élevée. Ce changement est encore plus significatif pour des valeurs élevées de  $e$ . Des valeurs non nulles du degré d'ellipticité de la section transversale entraînent, en particulier, une forte diminution de la rigidité apparente. Cette diminution intervient à partir d'un niveau de déformation d'autant plus faible que le degré d'ellipticité est élevé.

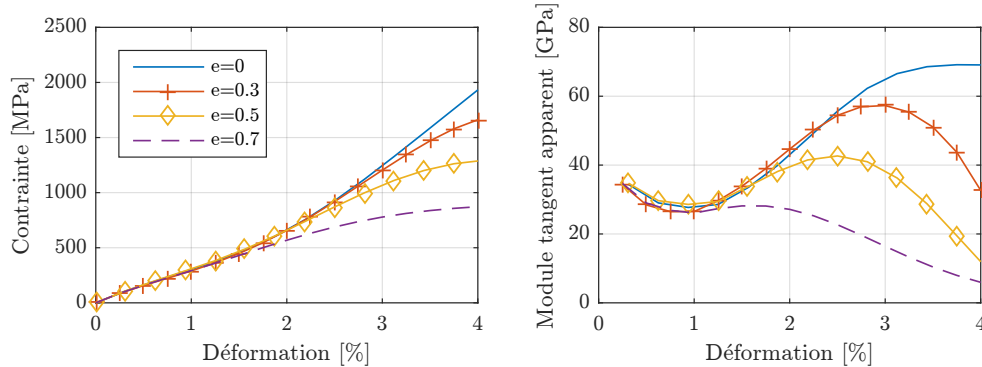


FIGURE 3.12 – Courbes contrainte-déformation et module tangent apparent-déformation obtenues avec différentes valeurs de  $e$ .

Ce type de comportement est similaire au second type de réponse observée expérimentalement par Placet et al. [Placet 14] et montré en Figure 1.6. Le comportement *Type II*, avec une forte diminution de la rigidité apparente semble être proche de celui obtenu par simulation pour des fibres elliptiques. Selon Gassan [Gassan 01], une valeur réaliste pour le paramètre  $e$  ne doit pas être supérieur à 0.4. Néanmoins, même pour une fibre elliptique avec  $e = 0.3$ , les résultats de simulation montrent une perte de rigidité apparente d'environ 15% par rapport à celle d'une fibre à section parfaitement circulaire à 3% de déformation globale et une perte d'environ 50% de rigidité au niveau de déformation maximale calculée. Les résultats obtenus suggèrent qu'il pourrait donc exister une relation entre le comportement non-linéaire observé expérimentalement pour les fibres de chanvre et leurs caractéristiques morphologiques, telles que la valeur du paramètre  $e$ , notamment.

Cette conclusion resterait à être validée expérimentalement. Les travaux futurs en nanotomographie aux rayons X permettront d'apporter des éléments de réponse.

### 3.3.3 INVESTIGATIONS SUR LES ORIGINES DU COMPORTEMENT NON-LINÉAIRE

Afin de mieux comprendre la relation entre le comportement en traction et la morphologie de la fibre, des simulations numériques des essais de traction ont également été effectuées en utilisant différentes lois de comportement pour la paroi de la fibre. Effectivement, le comportement non-linéaire peut résulter d'un couplage ou d'une combinaison entre des paramètres morphologiques et d'autres mécanismes physiques, tels que l'anisotropie de la paroi, les paramètres ultrastructuraux (AMF) et la viscoélasticité.

L'objectif ici est de mieux discriminer les origines du comportement non-linéaire en dissociant les paramètres morphologiques, microstructuraux et de la loi de comportement.

#### 3.3.3.1 L'ANISOTROPIE DE LA PAROI

Dans la Table 3.4 sont résumés les paramètres matériaux utilisés pour étudier l'influence de l'anisotropie de la paroi de la fibre sur sa réponse en traction.

TABLE 3.4 – Paramètres matériaux utilisés pour les simulations avec loi de comportement de la paroi purement élastique.

|       | Type       | Paramètres élastiques                                                                                                     | AMF        | Réorientation MF |
|-------|------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|------------------|
| SIM 1 | Isotrope   | $E = 40 \text{ GPa}$<br>$\nu = 0.2$                                                                                       | $0^\circ$  | Non              |
| SIM 2 | Anisotrope | $E_L = 75 \text{ GPa}$<br>$E_T = 11 \text{ GPa}$<br>$\nu_{LT} = 0.153$<br>$G_{LT} = 2.52 \text{ GPa}$<br>$\nu_{TT} = 0.2$ | $11^\circ$ | Non              |
| SIM 3 | Anisotrope | $E_L = 75 \text{ GPa}$<br>$E_T = 11 \text{ GPa}$<br>$\nu_{LT} = 0.153$<br>$G_{LT} = 2.52 \text{ GPa}$<br>$\nu_{TT} = 0.2$ | $11^\circ$ | Oui              |

Le premier type de comportement est isotrope (SIM 1) : dans ce cas, les propriétés élastiques ( $E$  et  $\nu$ ) utilisées pour alimenter le modèle correspondent à celle obtenues par homogénéisation, en considérant les microfibrilles parallèles à l'axe de la fibre. Le comportement global obtenu dans ce cas est montré en Figure 3.13 a et b.

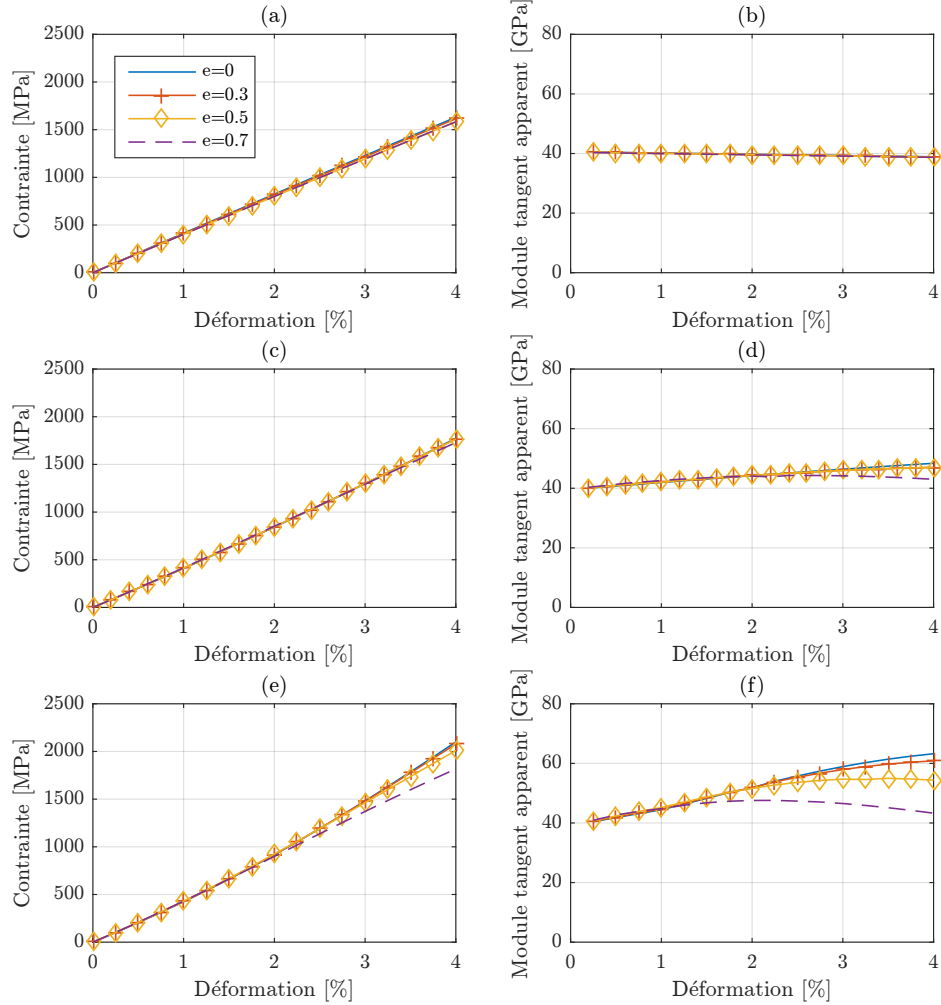


FIGURE 3.13 – Comparaison de comportements en traction obtenus avec différentes lois de comportement élastiques.

Dans ce cas, les courbes contrainte-déformation et de module tangent apparent-déformation sont parfaitement superposées pour chaque valeur du paramètre  $e$ . La non-linéarité observée en Figure 3.12 n'est donc pas liée à un effet purement géométrique.

Les résultats représentés en Figure 3.13 c et d sont obtenus en utilisant une loi de comportement élastique et en considérant la paroi de la fibre comme un matériau anisotrope (SIM2) : dans ce cas un angle de microfibrilles (AMF) initial de  $11^\circ$  est considéré et la réorientation des microfibrilles de cellulose sous chargement de traction n'est pas prise en compte. Le comportement global montré en Figure 3.13 c ne montre pas un effet remarquable du paramètre  $e$ , mais les allures du module tangent apparent en Figure 3.13d montrent une légère diminution de la rigidité apparente pour la fibre ayant le degré d'ellipticité le plus élevé (diminution d'environ 10% par rapport à celle de la fibre à section circulaire à 4% de déformation globale).

En prenant en compte la réorientation possible des microfibrilles de cellulose (SIM 3), on observe une perte de rigidité supplémentaire (Figure 3.13f), même pour des valeurs plus faibles du degré d'ellipticité. La diminution de la rigidité apparente est également observée sur le comportement en traction global de la Figure 3.13e. Ces simulations, réalisées en considérant un comportement élastique du matériau de la paroi cellulaire suggèrent que **l'effet géométrique ne s'exprime que lorsque ce matériau est anisotrope et qu'il devient important lorsque la réorientation des microfibrilles de cellulose en cours de chargement est prise en compte.**

### 3.3.3.2 L'ANGLE DES MICROFIBRILLES

Puisque l'effet géométrique semble être fortement lié à l'ultrastructure de la paroi de la fibre, il est intéressant d'évaluer l'influence de l'angle initial des microfibrilles sur la forme de la réponse en traction. Des simulations ont été effectuées en utilisant une fibre à section circulaire et l'autre à section elliptique avec différentes valeurs d'AMF initial. Comme montré en Figure 3.14 a et b, pour certains AMF considérés, en particulier pour  $AMF = 0^\circ$  et  $AMF \geq 17^\circ$ , les courbes obtenues dans le cas d'une fibre à section elliptique ( $e = 0,5$ ) ou à section circulaire ( $e = 0$ ) se superposent parfaitement. Mais pour des angles d'enroulement des microfibrilles initiaux compris entre  $5^\circ$  et  $16^\circ$ , il est possible d'observer un changement de la forme de la courbe contrainte-déformation et une diminution de la rigidité apparente lorsque la fibre a une section elliptique. Ce résultat confirme que l'effet géométrique dépend du rapport d'anisotropie du matériau constituant la paroi de la fibre, piloté par l'amplitude de l'AMF initial.

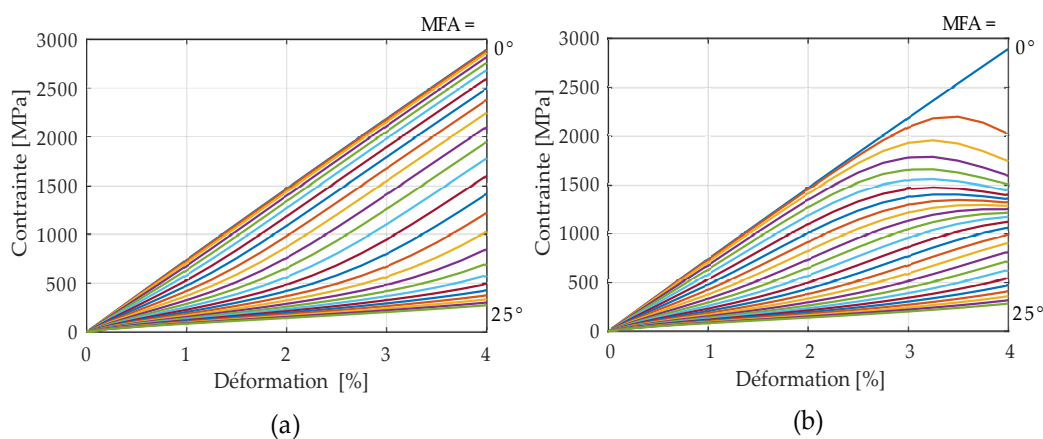


FIGURE 3.14 – Courbes contrainte-déformation obtenues pour des fibres à section circulaire (a) ou elliptique (b) avec différents AMF initiaux.



### 3.3.3.3 VISCOÉLASTICITÉ

L'effet géométrique observé est activé et accentué par la viscoélasticité. En effet, la Figure 3.15 montre la comparaison entre les comportements en traction obtenus en utilisant une loi de comportement purement élastique (voir Table 3.4, SIM 3) et viscoélastique (Table 3.2). Les courbes sont obtenues pour les deux morphologies de fibre considérées (section circulaire et elliptique, avec  $e = 0.5$ ). Dans les deux cas, la réorientation des microfibrilles en cours de chargement est prise en compte (l'AMF initial est de  $11^\circ$ ). Dans le cas du comportement élastique, lorsque la déformation globale est à son maximum ( $\varepsilon = 4\%$ ), la diminution de rigidité apparente se produisant pour une fibre à section elliptique est d'environ 22% par rapport à celle obtenue dans le cas d'une section circulaire (Figure 3.15c). En revanche, lorsque la dépendance au temps du matériau de la paroi est prise en compte, la diminution de rigidité apparente pour  $e = 0.5$  atteint une valeur de 85% (Figure 3.15d). Ainsi, les réponses en traction reportées en Figure 3.15 montrent que **l'effet géométrique semble être fortement accentué par la viscosité du matériau de la paroi**.

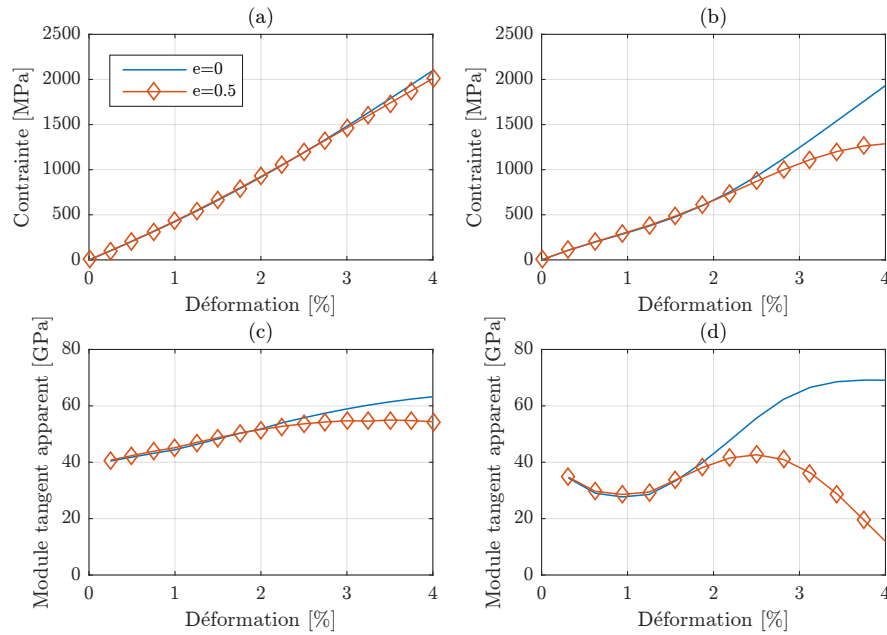


FIGURE 3.15 – Comparaison de courbes contrainte-déformation (a-b) et module tangent apparent-déformation (c-d) obtenues pour des fibre à paroi élastique (a-c) et viscoélastique (b-d) : résultats pour deux différentes valeurs de  $e$ .

### 3.3.4 VERS UNE EXPLICATION DE L'EFFET GÉOMÉTRIQUE

Afin de proposer une interprétation correcte des résultats obtenus, les résultats des simulations ont été étudiés plus en détails.

La Figure 3.16 montre les champs de contrainte-déformation locaux dans la section

transversale de la fibre à section elliptique, avec  $e = 0.5$ , pour un niveau de déformation axiale égale à 4%. La section choisie est située loin des extrémités de la fibre, à une distance d'environ un quart de la longueur totale de la fibre. La contrainte et la déformation de cisaillement sont respectivement  $\tau_{\theta z}$  et  $\varepsilon_{\theta z}$  dans le système de coordonnées cylindriques classique.

Les champs de contraintes normales ( $\sigma_{zz}$ ) et de cisaillement montrent de fortes zones de concentration de contraintes, en particulier en fonction de la position sur le périmètre extérieur de la fibre. Comme le montre la Figure 3.16, **les champs de contraintes dans la section de la fibre elliptique sont fortement hétérogènes dans l'épaisseur de la paroi**. En particulier, la contrainte et la déformation de cisaillement présentent des zones de transition de valeurs négatives à positives pendant la simulation d'essai de traction. La contrainte et la déformation en cisaillement sont tracées en fonction de la position sur le périmètre en Figure 3.17.

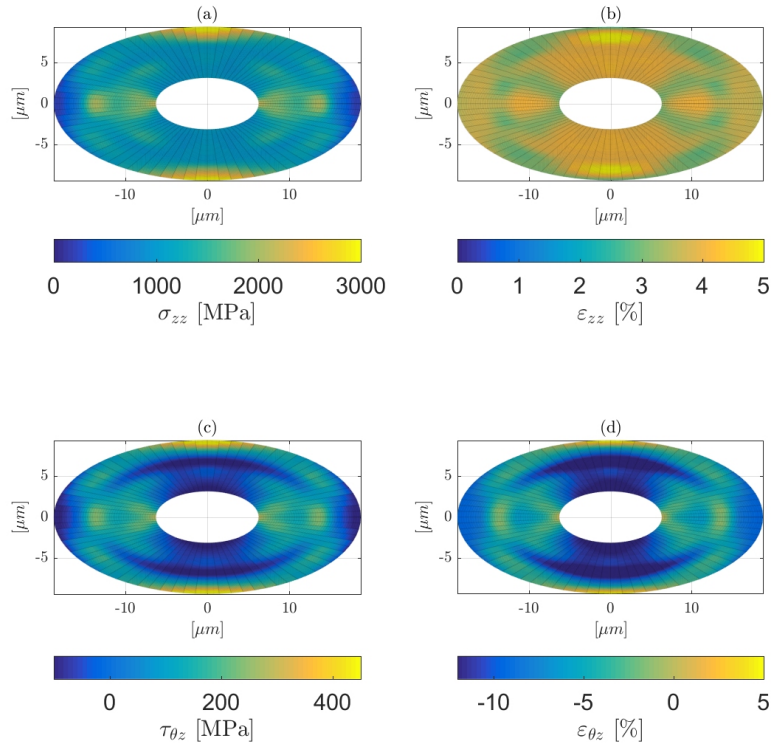


FIGURE 3.16 – Champs de contraintes et déformations dans la section elliptique à 4% de déformation globale : contraintes (a-c) et déformations (b-d) normales (a-b) et de cisaillement (c-d).

Ce genre de comportement mécanique a déjà été observé pour des cylindres anisotropes à parois minces constituées de matériaux anisotropes [Weaver 03, Pagano 68] et des fibres de bois [Page 83], où la non-linéarité de la courbe contrainte-déformation

est attribuée à l'apparition des phénomènes locaux de flambage de la paroi lorsque la fibre est soumise à traction. Dans le cas des fibres de bois, Page [Page 83] a observé que l'apparition de flambage de la paroi sous tension entraîne une perte de contrainte normale, ce qui conduit par conséquent à une diminution de la rigidité apparente. Cependant, il suggère ainsi que, dans le cas de paroi épaisse, celle-ci résiste au flambage. Les résultats de nos simulations suggèrent que même si le flambage sous tension est inexistant en raison de l'épaisseur de la paroi de la fibre, les champs de contraintes et de déformations de cisaillement fortement hétérogènes conduisent à une perte globale de la rigidité apparente de la fibre.

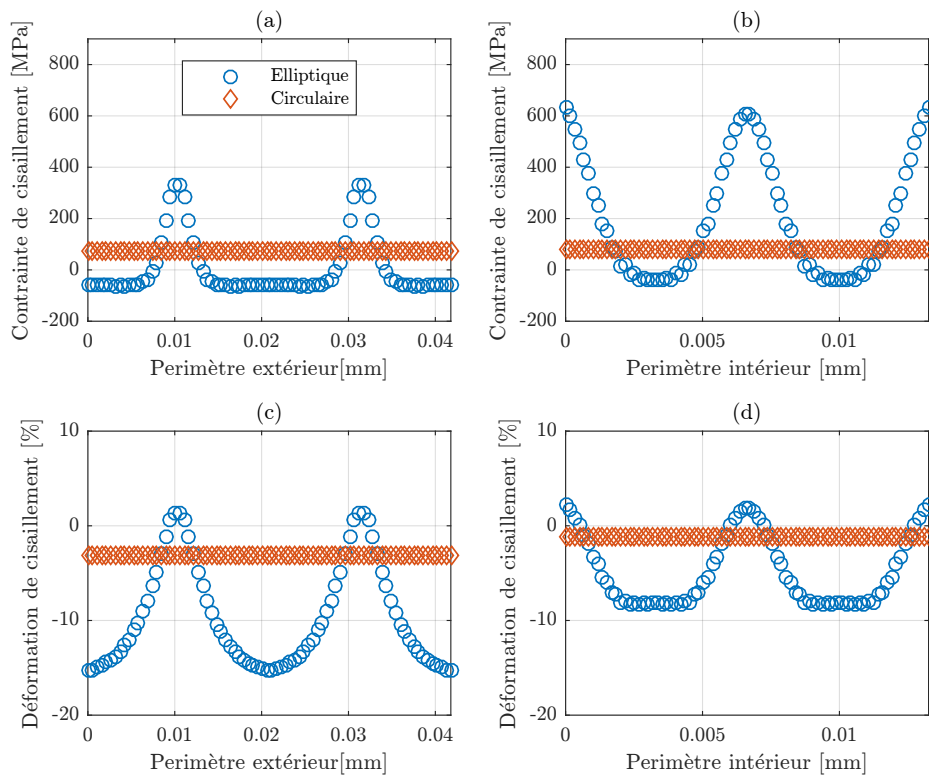


FIGURE 3.17 – Contraintes (a-b) et déformations (c-d) de cisaillement le long du périmètre extérieur (a-c) et intérieur (b-d) de la section de la fibre à 4% de déformation : comparaison entre section circulaire et elliptique.

La Figure 3.18 montre une fibre pendant une simulation de l'essai de traction lorsque le chargement est appliqué sous forme de pression. La valeur de l'AMF initial est égale à  $11^\circ$  et la réorientation des microfibrilles en cours de chargement est prise en compte, ainsi que la viscoélasticité. La Figure 3.18 montre que l'extrémité supérieure de la fibre, sur laquelle la pression est appliquée, présente une forme très complexe, typique des matériaux anisotropes. Le déplacement hors-plan de la section extrême supérieure est fortement hétérogène, certaines régions semblant plus

difficiles à déformer et, au contraire, d'autres qui semblent s'effondrer. Ces résultats suggèrent que, lorsque un déplacement nodal est appliqué, les champs de contraintes dans la paroi ne sont pas homogènes. L'apparition des concentrations de contraintes de cisaillement peut donc impliquer une perte de rigidité apparente car elles contribuent à la déformation hors du plan de la section extrême de la paroi de la fibre.

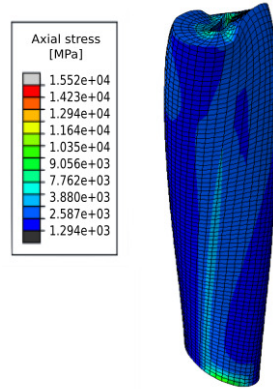


FIGURE 3.18 – Fibre à section elliptique pendant une simulation de l'essai de traction piloté en pression.

Cette interprétation est confirmée par les résultats montrant les champs locaux de contrainte de cisaillement et de déformation pour les fibres elliptiques avec différentes valeurs d'AMF initial. Comme montré en Figure 3.14, pour des valeurs d'AMF comprises entre  $1^\circ$  et  $16^\circ$  le comportement global en traction montre un changement dans la forme de la non-linéarité, avec une diminution significative de la rigidité apparente à partir d'un niveau de déformation globale égale à 2%. Afin de relier le comportement global au comportement local, la Figure 3.19 montre l'évolution de la contrainte et la déformation local de cisaillement le long des périmètres extérieurs et intérieurs de la section de trois fibres avec des valeurs différentes de l'AMF initial : une à l'intérieur de la plage  $1^\circ \leq AMF \leq 17^\circ$  et les autres à l'extérieur ( $AMF \geq 17^\circ$ ). Les résultats en Figure 3.19 montrent que les champs de contraintes et de déformation de cisaillement ont des évolutions très différentes le long des lignes de contour selon l'AMF initial choisi. Dans le cas d'un AMF égal à  $11^\circ$ , les contraintes et les déformations de cisaillement présentent des gradients remarquables, augmentant significativement en particulier lorsque l'on se rapproche du petit diamètre de l'ellipse. Au contraire, dans les cas où l'AMF est égal à  $0^\circ$  et  $25^\circ$  cette variation est beaucoup moins prononcée. **Ce résultat est cohérent avec l'interprétation décrite ci-dessus, dans laquelle il est indiqué que la non-linéarité du comportement observé pour les fibres elliptiques, impliquant une diminution de la rigidité apparente à partir d'un certain niveau de déformation globale, est fortement liée au cisaillement local dans l'épaisseur de la paroi de la fibre elle même.**

La Figure 3.16 montre également des valeurs de contrainte très élevées à la fois pour les contraintes normales et les contraintes de cisaillement. Ces valeurs extrêmes

ne sont manifestement pas réalistes et ne sont pas observables expérimentalement puisqu'elles dépassent la résistance du matériau de la paroi de la fibre. Ainsi, une modélisation correcte du comportement non-linéaire des fibres végétales nécessite sans doute de la prise en compte des phénomènes de rupture et d'endommagement. Ceci constitue une perspective au travail effectué dans cette thèse à l'échelle de la fibre élémentaire.

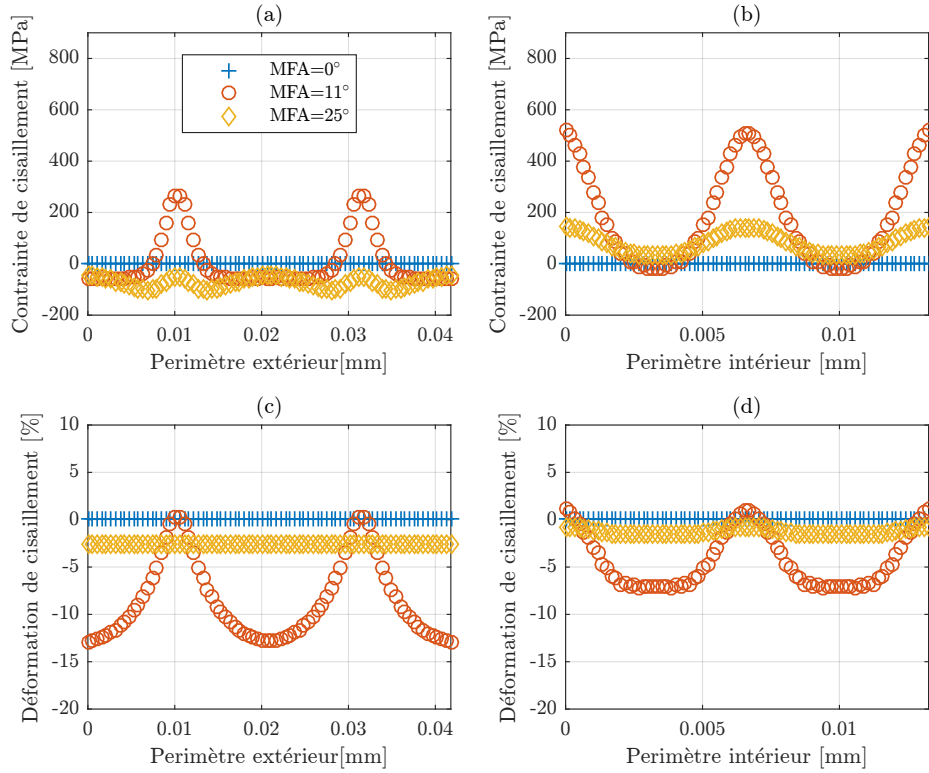


FIGURE 3.19 – Contraintes (a-b) et déformations (c-d) de cisaillement le long du périmètre extérieur (a-c) et intérieur (b-d) de la section de la fibre : comparaison entre résultats obtenus avec différents AMF.

### 3.4 BILAN

Les résultats présentés dans ce chapitre et obtenus à l'aide de simulations numériques montrent que la non-linéarité du comportement en traction des fibres de chanvre est affectée par leur morphologie. Des fibres à sections réelles et simplifiées ont été modélisées, et les résultats numériques obtenus montrent que le degré d'ellipticité a une influence dominante sur la non-linéarité du comportement en traction de la fibre. Néanmoins, cet effet géométrique dépend du rapport d'anisotropie élastique du matériau constituant la paroi de la fibre et il est accentué par la prise en compte

de la viscoélasticité. L'anisotropie du matériau est pilotée par l'AMF et cette étude souligne en particulier l'influence remarquable de l'angle initial d'enroulement des microfibrilles sur la non-linéarité du comportement en traction de la fibre, en particulier lorsqu'une géométrie à section elliptique est considérée. La non-linéarité de la courbe contrainte-déformation est notamment caractérisée par une diminution de la rigidité apparente de la fibre à partir d'un niveau de déformation globale d'environ 2%. Une interprétation possible de cette relation entre la morphologie/anisotropie et le comportement en traction global des fibres de chanvre est la génération de champs de contraintes et déformations (normales et de cisaillement) locaux très hétérogènes dans la section elliptique.

Les résultats collectés dans ce chapitre à l'aide d'une approche numérique montrent clairement **l'effet du couplage des paramètres matériaux et géométriques caractérisant la paroi végétale sur le comportement non-linéaire des fibres**. L'étude de cette relation entre les aspects matériaux/morphologiques et le comportement en traction exprimé fait l'objet du chapitre suivant, le dernier de cette première partie du manuscrit dédiée à l'échelle de la fibre végétale élémentaire.



# EXPLORATION DES LIENS MORPHOLOGIE-MATÉRIAUX-COMPORTEMENT EN TRACTION DES FIBRES PAR ANALYSE DE SENSIBILITÉ

## Sommaire

---

|            |                                                                                                     |            |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>4.1</b> | <b>Introduction</b>                                                                                 | <b>97</b>  |
| 4.1.1      | Fibres de lin et de chanvre : les principales différences                                           | 99         |
| <b>4.2</b> | <b>Stratégie adoptée</b>                                                                            | <b>100</b> |
| 4.2.1      | L'espace des paramètres                                                                             | 100        |
| 4.2.2      | Méthodes d'analyse de sensibilité                                                                   | 102        |
| 4.2.3      | Sorties observées                                                                                   | 108        |
| <b>4.3</b> | <b>Résultats de l'analyse de sensibilité</b>                                                        | <b>112</b> |
| 4.3.1      | Criblage : évolution des indices de Morris                                                          | 112        |
| 4.3.2      | Analyse globale : évolution des indices totaux et du premier ordre relatifs à la rigidité apparente | 114        |
| 4.3.3      | Analyse globale : contrainte à rupture                                                              | 117        |
| 4.3.4      | Analyse globale : ratio $\eta$                                                                      | 118        |
| <b>4.4</b> | <b>Comparaison entre fibre de lin et chanvre : comportement et propriétés</b>                       | <b>119</b> |
| 4.4.1      | Enveloppes de comportement                                                                          | 119        |
| 4.4.2      | Propriétés mécaniques                                                                               | 121        |
| <b>4.5</b> | <b>Bilan</b>                                                                                        | <b>125</b> |

---

## 4.1 INTRODUCTION

À ce point du manuscrit, un premier aperçu de la relation entre les caractéristiques morphologiques et le comportement non-linéaire en traction des fibres végétales a été



donné pour les fibres de chanvre. L'étude présentée dans le chapitre précédant suggère que l'effet géométrique lié à la forme de la section droite de la fibre sur son comportement en traction présente des interactions avec les propriétés du matériau constitutif de la paroi végétale, tels que la viscoélasticité et le ratio d'anisotropie (directement lié à l'AMF) par exemple. Le caractère multi-échelle de la paroi des fibres végétales rend difficile l'identification des mécanismes physiques à l'origine de ces interactions, ainsi que des protagonistes des couplages entre caractéristiques matérielles/morphologiques et comportement. Ce sujet reste à ce jour ouvert à discussion dans la communauté.

Comme indiqué dans l'introduction du chapitre précédant, plusieurs auteurs se sont concentrés sur le lien entre les caractéristiques morphologiques et les propriétés mécaniques des fibres végétales. D'autres études dédiées à la caractérisation du lien entre comportement mécanique, composition biochimique et ultrastructure de la paroi des fibres existent. Lefeuvre et al. [Lefeuvre 14a] ont proposé une étude de la relation entre propriétés mécaniques et composition de la paroi des fibres de lin. En particulier, les auteurs mettent en évidence l'importance de l'hémicellulose dans la paroi cellulaire, ainsi que du rapport hémicellulose/pectine.

Bourmaud et al. [Bourmaud 13b] ont également étudié les relations entre l'AMF, les propriétés mécaniques et la composition biochimique de différentes variétés de lin à l'aide de différentes techniques expérimentales et ont montré pour la première fois que le module d'Young est inversement proportionnel à l'AMF.

Placet et al. [Placet 12b] ont pris en compte en même temps les caractéristiques morphologiques, telles que les diamètres de fibre et *lumen*, et la composition biochimique de la paroi végétale pour étudier la dépendance du module d'Young du diamètre de fibre, cette fois-ci dans le cas de fibres de chanvre. Ils ont montré via un modèle analytique à comportement purement élastique que l'effet structural du aux caractéristiques morphologiques n'explique qu'en partie la dépendance de la rigidité des fibres vis-à-vis du diamètre. Ils suggèrent que les facteurs prépondérants dans cette corrélation diamètre-module d'Young seraient ultrastructuraux, et en particulier lié au taux de cristallinité de la cellulose et à l'AMF.

Les conclusions de l'étude proposée par Charlet et al. [Charlet 10] sur les origines de la variabilité des propriétés mécaniques des fibres de lin vont dans ce même sens. La conclusion majeure proposée par les auteurs de cette étude est que la variabilité observée ne semble pas être liée à celle de leurs caractéristiques géométriques. Ils suggèrent ainsi que cette dispersion des performances mécaniques pourrait être due aux propriétés s'exprimant aux échelles ultramicroscopiques, telles que la fraction massique de cellulose cristalline, par exemple.

Les résultats présentés dans le chapitre précédent suggèrent également qu'une voie prometteuse pour la compréhension des mécanismes qui sont à la base du comportement non-linéaire, variable d'une fibre à l'autre, des fibres végétales repose sur l'étude de la sensibilité de la réponse mécanique aux paramètres matériaux et morphologiques à différentes échelles matérielles, ainsi qu'à leurs possibles interactions. Malgré la richesse de travaux disponibles dans la littérature concernant les facteurs influençant le comportement non-linéaire des fibres végétales et la variabilité de leurs

propriétés mécaniques, à notre connaissance aucune étude ne prend en compte en même temps une morphologie de fibre différente de celle à section parfaitement circulaire et la composition biochimique de la paroi pour expliquer les réponses observées expérimentalement. La prise en compte des propriétés matérielles à toutes les échelles, ainsi que de la morphologie engendre rapidement un coût de calcul élevé.

Pour ce qui est des approches numériques, dans la littérature des solutions existent pour pallier les difficultés liées aux analyses très gourmandes en termes de calculs. Un des outils les plus utilisés est l'**analyse de sensibilité**. Née principalement dans le but d'identifier les paramètres ayant le plus d'influence dans la modélisation d'un système physique, elle se révèle également un outil puissant pour la compréhension et l'identification des mécanismes qui déterminent une certaine réponse de la part du système que l'on souhaite modéliser [Saltelli 00]. Dans cette perspective, ce chapitre est dédié à l'**étude comparée des liens entre morphologie, paramètres matériaux et ultrastructuraux et comportement en traction de deux types de fibres, le lin et le chanvre. Le but est de donner une piste de l'influence des échelles matérielles des fibres sur son comportement en traction.**

Pour ce faire, une description des principales différences observées entre fibres de lin et de chanvre sera suivie de la présentation de la stratégie adoptée et des méthodes utilisées pour mener à bien l'analyse de sensibilité. Les résultats en termes d'indices de sensibilité et d'enveloppes de comportement obtenus pour le lin et le chanvre seront enfin montrés et discutés pour en tirer les conclusions principales.

#### 4.1.1 FIBRES DE LIN ET DE CHANVRE : LES PRINCIPALES DIFFÉRENCES

Les fibres de lin et de chanvre figurent parmi les fibres naturelles le plus étudiées d'un point de vue mécanique. Ce sont deux types de fibres extra-xylémiennes très similaires, que ce soit d'un point de vue morphologique, structural ou biochimique [Nishino 04, Wiener 03, Cook 01]. Cependant, elles présentent également des différences remarquables en ce qui concerne leurs propriétés mécaniques, et leur comportement en traction.

En effet, malgré une structure et une composition biochimique relativement similaires, les fibres de lin présentent généralement de meilleures propriétés mécaniques que les fibres de chanvre [Marrot 14], notamment en termes de résistance et de module d'élasticité. En revanche, elles atteignent une elongation à rupture moins importante que le chanvre [Charlet 08].

D'un point de vue morphologique, les fibres de lin ont tendance à avoir un diamètre généralement plus petit que celui des fibres de chanvre. La forme de la section transversale du lin présente souvent un degré d'ellipticité moins élevé que celui du chanvre Table 4.1. La proportion entre la surface du *lumen* et celle de la fibre est légèrement supérieure pour les fibres de chanvre. L'AMF initial présente pratiquement la même variabilité pour les deux types de fibre, mais avec un intervalle plus important dans le cas du chanvre. Concernant la composition biochimique, le lin se caractérise par un pourcentage élevé de cellulose cristalline, tandis que la fraction massique de cellulose le constituant est en moyenne inférieure par rapport au chanvre.

Un aspect important concerne la variabilité des caractéristiques morphologiques et des propriétés mécaniques observées pour ces deux fibres. La Table 4.1 montre que ces deux fibres présentent une variabilité identique pour quasiment tous les paramètres, sauf pour le diamètre et la fraction de cellulose cristalline : dans ce cas la variabilité observée pour le chanvre est au moins deux fois plus importante que celle mesurée pour le lin.

Finalement, le coefficient de variation des propriétés mécaniques mesurées sur les fibres de chanvre est généralement plus élevé que celui observé dans le cas des fibres de lin [Cisse 14, Grishanov 06].

Nous proposons donc ici d'utiliser les outils numériques développés préalablement associés à une approche variabiliste pour tenter de mieux comprendre les origines des différences de comportement mécanique entre fibres de lin et de chanvre.

## 4.2 STRATÉGIE ADOPTÉE

### 4.2.1 L'ESPACE DES PARAMÈTRES

#### 4.2.1.1 PARAMÈTRES MORPHOLOGIQUES

Dans le chapitre précédant trois façons de modéliser la morphologie des fibres ont été présentées : *i*) section droite réelle complexe constante dans la longueur, *ii*) simplifiée constante dans la longueur et *iii*) section droite simplifiée variable dans la longueur de la fibre. Les résultats ont montré que l'impact de la morphologie sur les non-linéarités du comportement en traction est directement lié au paramètre  $e$ , qui définit le degré d'ellipticité de la section droite simplifiée de la fibre. Les irrégularités du contour de la section, ainsi que la variation de section dans la longueur de la fibre n'affectent pas la forme de la réponse en traction mais elles ont néanmoins une influence sur l'hétérogénéité des champs des contraintes, et donc vraisemblablement sur le comportement à rupture de la fibre, comportement qui n'avait pas été considéré dans le chapitre précédent.

Dans ce chapitre, nous considérons uniquement des géométries simplifiées, en prenant en compte cette fois la contrainte à rupture, définie via le critère de Hashin décrit plus loin. Les raisons de la simplification géométrique sont principalement liées à la complexité de la reconstruction des formes réelles des sections des fibres, ainsi qu'au nombre de paramètres nécessaires pour une modélisation fidèle des morphologies et de leur variabilité. Mattrand et al. [Mattrand 14] proposent une méthode très élégante pour à la fois modéliser et caractériser statistiquement la forme des sections des fibres et des faisceaux de lin. Cette méthode est basée sur l'utilisation des descripteurs de Fourier pour modéliser des courbes fermées complexes [Zahn 72]. Bien que très intéressante, la démarche utilisée lors de ces travaux nécessite entre 8 et 12 paramètres (les descripteurs de Fourier précisément) pour une représentation acceptable des morphologies irrégulières qui caractérisent les fibres de lin. Étant donné qu'un modèle à section elliptique simple s'est révélé largement suffisant pour une reproduction

fidèle de la réponse en traction des fibres, dans cette étude, le choix s'est porté sur l'utilisation exclusive des **morphologies simplifiées**. Le nombre de paramètres qui définit les caractéristiques morphologiques est donc très limité : **le diamètre de fibre  $D$ , le diamètre de lumen  $d$  et le degré d'ellipticité  $e$**  (voir Table 4.1).

#### 4.2.1.2 PARAMÈTRES ULTRASTRUCTURAUX ET MATÉRIAUX

Pour ce qui concerne la structure de la paroi  $S_2$ , les paramètres retenus pour l'analyse sont l'angle d'enroulement des microfibrilles AMF, indiqué  $\psi$ , la fraction massique de cellulose  $m_c$  et son taux de cristallinité  $m_{cr}$ . Dans le cas du comportement viscoélastique, les paramètres utilisés dans l'étude de sensibilité correspondent aux **paramètres du spectre qui définit les couples  $\mu_i - \tau_i$  reproduisant la réponse viscoélastique** due à chaque mécanisme physique  $i$ . Dans ce cas, le type de spectre choisi est celui défini par le **triangle tronqué** (cf. Section 2.3.3). Concernant les propriétés élastiques du matériau de la paroi végétale, le choix s'est porté sur une démarche multi-échelle pour la définition des paramètres d'intérêt. Ce choix est justifié d'une part par souci de cohérence vis-à-vis du caractère multi-échelle de la structure des fibres naturelles, mais également par les études décrites plus haut qui montrent systématiquement que les réponses mécaniques des fibres végétales, ainsi que leur variabilité, sont très fortement liées aux propriétés des composantes aux différentes échelles. L'avantage de l'approche numérique ici choisie est la possibilité de prendre en compte aisément ce caractère multi-échelle des fibres végétales. Comme décrit dans le Chapitre 2, les **propriétés élastiques** du matériau de la paroi des fibres sont obtenues par **homogénéisation**, en utilisant une loi des mélanges considérant la paroi elle-même comme un matériau composite. Les paramètres considérés dans cette étude sont donc les modules élastiques de tous les constituants polymériques de la paroi cellulaire, ainsi que leur proportion massique (voir Table 4.1). À défaut de données expérimentales, les valeurs de certains paramètres sont fixées de manière empirique : c'est le cas notamment de la proportion hemicellulose/lignine, fixée à 80/20% dans la matrice constituant la paroi de la fibre (cf. Chapitre 2), et des masses volumiques des polymères. Ces paramètres seront donc pris à leurs valeurs nominales.

La Table 4.1 résume tous les paramètres utilisés pour cette étude, ainsi que leurs moyennes, écarts types et plages de valeurs caractéristiques dans le cas des fibres de lin et de chanvre. Les valeurs nominales et les plages des paramètres sont issus de travaux de la littérature : les références utilisées sont listées en Table 4.2. Une attention particulière doit être portée aux paramètres définissant le comportement viscoélastique : rappelons ici que, comme décrit dans le Chapitre 2, les paramètres visqueux de la loi de comportement du matériau homogénéisé constituant la paroi des fibres ont été identifiés par méthode inverse à partir d'essais de fluage en traction longitudinale sur fibres de chanvre. Les erreurs d'identification et la large gamme de réponses viscoélastiques exprimées par les fibres font que la variance de ces paramètres est surement surestimée, ce qui peut affecter les résultats d'une analyse de sensibilité par décomposition de la variance (cf. Section 4.3.2).

TABLE 4.1 – Tableau récapitulatif des paramètres utilisés pour l'analyse de sensibilité

|                 |                     | Lin                         |           |            | Chanvre            |           |            |            |         |
|-----------------|---------------------|-----------------------------|-----------|------------|--------------------|-----------|------------|------------|---------|
|                 | Paramètres          | $\mu$                       | $\sigma$  | Intervalle | $\mu$              | $\sigma$  | Intervalle | Réf.       |         |
| Morphologie     | D [ $\mu m$ ]       | 19.9                        | 5         | [13-26]    | 25                 | 10        | [10-50]    | (1-4)      |         |
|                 | d [ $\mu m$ ]       | 5                           | 2         | [3-8]      | 4                  | 1.5       | [1-10]     | (9-12)     |         |
|                 | e [/]               | 0.2                         | 0.1       | [0-0.3]    | 0.3                | 0.1       | [0.05-0.4] |            |         |
| Paroi $S_2$     | $\psi$ [°]          | 10                          | 3         | [6-11]     | 8                  | 3         | [1-15]     | (5-8)      |         |
|                 | $m_c$ [%]           | 60                          | 15        | [45-76]    | 75                 | 15        | [50-100]   | (13-16)    |         |
|                 | $m_{cr}$ [%]        | 95                          | 5         | [90-100]   | 65                 | 13        | [40-90]    |            |         |
| Paramètres      |                     | $\mu$                       | $\sigma$  |            | Intervalle         |           |            |            |         |
| Viscoélasticité | $n_{inf}$           | 0.406                       | 0.0464    |            | [0.3735-0.4392]    |           |            | [Cisse 14] |         |
|                 | $n_0$               | 2.544                       | 2.423     |            | [0.8305-4.2575]    |           |            |            |         |
|                 | $\beta_T/E_T$       | 0.0372                      | 0.0188    |            | [0.0239-0.0506]    |           |            |            |         |
|                 | $\beta_{LT}/G_{LT}$ | 0.0015                      | 9.602e-04 |            | [8.32e-04-0.00219] |           |            |            |         |
|                 | $n_{min}$           | 0.919                       | 0.077     |            | [8.65e-01-0.974]   |           |            |            |         |
|                 | $n_{max}$           | 0.742                       | 0.0835    |            | [0.683-0.8011]     |           |            |            |         |
| Élasticité      | Cellulose           | $E_L$ [GPa]                 | 135       | 27         |                    | [70-170]  |            |            | (17-24) |
|                 | Cristalline         | $E_T$ [GPa]                 | 27        | 5.4        |                    | [20-34]   |            |            |         |
|                 | (CC)                | $\nu_{LT}$                  | 0.15      | 0.05       |                    | [0.1-0.2] |            |            |         |
|                 |                     | $G_{LT}$ [GPa]              | 4.5       | 0.9        |                    | [3-6]     |            |            |         |
|                 |                     | $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 1.6       | /          |                    | /         |            |            |         |
|                 | Cellulose           | $E$ [GPa]                   | 8.5       | 1.7        |                    | [5-15]    |            |            |         |
|                 | Amorphe             | $G$ [GPa]                   | 4         | 0.8        |                    | [1-7]     |            |            |         |
|                 | (AC)                | $\nu$                       | 0.2       | 0.05       |                    | [0.1-0.3] |            |            |         |
|                 |                     | $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 1.42      | /          |                    | /         |            |            |         |
|                 | Hémicellulose       | $E_L$ [GPa]                 | 7         | 1.4        |                    | [5-9]     |            |            |         |
|                 | (HC)                | $E_T$ [GPa]                 | 3.5       | 0.7        |                    | [2-5]     |            |            |         |
|                 |                     | $\nu_{LT}$                  | 0.2       | 0.05       |                    | [0.1-0.3] |            |            |         |
|                 |                     | $G_{LT}$ [GPa]              | 1.5       | 0.3        |                    | [1-3]     |            |            |         |
|                 |                     | $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 1.4       | /          |                    | /         |            |            |         |
|                 | Lignine             | $E$ [GPa]                   | 3         | 0.6        |                    | [2-4]     |            |            |         |
|                 | (LG)                | $G$ [GPa]                   | 0.7       | 0.14       |                    | [0.4-1]   |            |            |         |
|                 |                     | $\nu$                       | 0.3       | 0.06       |                    | [0.2-0.4] |            |            |         |
|                 |                     | $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 1.4       | /          |                    | /         |            |            |         |

#### 4.2.1.3 SIMULATION DE L'ESSAI DE TRACTION

L'analyse de sensibilité est effectuée à partir des résultats des simulations par EF de l'essai de traction sur les modèles de fibres générés en utilisant l'approche décrite en Section 2.4.3. Chaque simulation correspond à un point du plan d'expérience préalablement construit selon la méthode d'analyse choisie. Le modèle EF est le même que celui décrit en Section 3.2.3 : le chargement est appliqué sous forme de déplacement nodal aux deux extrémités de la fibre. Ainsi, la contrainte et la déformation globale sont calculées via les équations 2.33 et 2.34 (fibre sans colle). Le niveau de déformation maximal atteint s'élève à 4% et la vitesse de chargement est égale à  $5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ . La réorientation est également prise en compte.

#### 4.2.2 MÉTHODES D'ANALYSE DE SENSIBILITÉ

Historiquement, l'analyse de sensibilité d'un modèle a longtemps été limitée à l'évaluation des variations de la valeur de sortie d'un modèle, engendrées par des petites perturbations des valeurs des paramètres d'entrée autour d'une valeur nominale. Cette approche, essentiellement déterministe, consiste à estimer des indices de sensibilité basés sur les dérivées partielles du modèle en un point précis, d'où l'appellation de méthodes "locales".

TABLE 4.2 – Tableau récapitulatif des références utilisées pour la détermination des plages de paramètres.

|         | Id.  | Réf.           | Id.  | Réf.           | Id.  | Réf.          |
|---------|------|----------------|------|----------------|------|---------------|
| Lin     | (1)  | [Grishanov 06] | (5)  | [Hearle 63]    | (17) | [Sakurada 66] |
|         | (2)  | [Bunsell 09]   | (6)  | [Wang 01]      | (18) | [Gassan 01]   |
|         | (3)  | [Charlet 10]   | (7)  | [Bos 04]       | (19) | [Baley 02]    |
|         | (4)  | [Mattrand 14]  | (8)  | [Baley 05]     | (20) | [Hamad 02]    |
| Chanvre | (9)  | [Crônier 05]   | (13) | [Bergander 02] | (21) | [Nishino 04]  |
|         | (10) | [Schäfer 06]   | (14) | [Mohanty 05]   | (22) | [Madsen 04]   |
|         | (11) | [Thygesen 07b] | (15) | [Placet 11a]   | (23) | [Chen 04]     |
|         | (12) | [Bergfjord 10] | (16) | [Placet 12b]   | (24) | [Dufresne 12] |

Pour surmonter les limites de ce type de méthodes dites locales, des nouvelles méthodes ont été développées dans un cadre stochastique. Par opposition aux méthodes locales, elles ont été dénommées “globales” car elles s’intéressent à l’ensemble du domaine de variation possible des variables d’entrée [Saltelli 08b]. **L’objectif principal de l’analyse de sensibilité globale est de répartir l’incertitude sur la réponse d’un modèle entre toutes les variables d’entrée.** Parmi les différentes méthodes globales existantes, les plus connues sont celles basées sur la **décomposition de la variance** [Saltelli 08a]. Ces méthodes étudient l’impact de la variabilité des entrées sur celle de la sortie, en déterminant la part de variance de la sortie due à telles entrées ou tel ensemble d’entrées (cf. méthode de Sobol, Annexe B). Leurs efficacité est bien connue [Saltelli 06]. Cependant, le nombre d’appels au modèle augmente de façon exponentielle avec le nombre de variables prises en compte : cela peut rendre l’analyse tout simplement irréalisable si le temps de calcul nécessaire pour chaque simulation est supérieur à une minute [de Rocquigny 08]. Une solution possible demeure la **réduction des variables** à prendre en compte : pour cela, une étape préalable de **criblage** (*screening*) des paramètres est requise. Les techniques de criblage analysent de façon qualitative l’importance des variables d’entrée sur la variabilité de la réponse du modèle et ce avec un nombre de simulations limité. Elles permettent donc d’établir une hiérarchie au sein des paramètres d’intérêt en fonction de leur influence sur la variabilité de la réponse. Le classement établi peut être utilisé pour trier les paramètres et identifier les variables négligeables. Ce tri des entrées a pour conséquent la réduction, parfois drastique, du nombre de facteurs influents et ouvre donc la voie à l’analyse globale. En effet, bien que très performantes en termes de temps de calcul, les techniques de criblage restent des méthodes de type qualitatif : elles ne donnent que des indications concernant la hiérarchie au sein des variables d’entrée en fonction de leur influence sur la variabilité de la réponse. En outre, elles ne discriminent pas le type de loi de probabilité qui caractérise un paramètre : l’impact d’une variable est évalué sur tout son intervalle d’existence, de la plus petite à la plus grande valeur de son espace de définition. Une analyse qui se veut exhaustive, nécessite donc d’être complétée par des techniques plus raffinées et coûteuses certes, mais plus précises en termes de résultats. Les méthodes basées sur la décomposition de la variance rentrent dans cette catégorie. Comme déjà abordé dans la Section 4.2.1, en prenant en compte les caractéristiques

morphologiques, l'ultrastructure, les propriétés élastiques et les proportions des composants de la paroi végétale, ainsi que les paramètres du modèle viscoélastique, le nombre total de facteurs qui peuvent affecter le comportement en traction des fibres s'élève à 26 (Table 4.1). L'application directe à un problème de cette taille des méthodes basées sur la décomposition de la variance n'étant pas envisageable, nous avons choisi d'articuler cette étude en deux étapes : une première étape de criblage pour l'identification des paramètres dont la variabilité peut être négligée et une deuxième, dédiée à une analyse de sensibilité "basée variance" sur les facteurs les plus influents.

Deux méthodes sont privilégiées pour ces deux étapes : la **méthode de Morris** et la **méthode EFAST** (*Extended FAST*). Le choix de ces deux méthodes est dû à leur efficacité, prouvée par d'innombrables études proposées dans la littérature, et à la richesse de la documentation disponible.

La Figure 4.1 montre un diagramme d'aide au choix de la méthode d'analyse de sensibilité en fonction de trois caractéristiques du modèle :

- *Hypothèses sur le modèle* : cela correspond au niveau d'appréciation des mécanismes qui déterminent les contributions des paramètres d'entrée du modèle à la sortie observée. Dans notre cas, la littérature donne des pistes pour fixer des hypothèses sur les paramètres les plus influents, mais aucune concernant les interactions entre leurs effets. Nous considérons donc de ne pas avoir d'hypothèses sur le modèle.
- *Nombre de paramètres* : le nombre de paramètres listés dans la Table 4.1 est, comme annoncé dans l'introduction de ce chapitre, très élevé. En prenant en compte les caractéristiques morphologiques, l'ultrastructure, les propriétés élastiques et les proportions des composants de la paroi végétale, ainsi que les paramètres du modèle viscoélastique, le nombre total de facteurs qui peuvent affecter le comportement en traction des fibres s'élève à 26. Néanmoins, malgré le nombre important de paramètres pris en compte, suivant les consignes proposées par de Rocquigny et al. [de Rocquigny 08] nous restons dans le cas de nombre de variables faible.
- *Coût CPU* : cette caractéristique traduit le coût en termes de temps de calcul nécessaire pour une évaluation du modèle. Dans notre cas, malgré l'utilisation d'un système quad-core bi-processeurs qui nous permet d'effectuer une évaluation du modèle en 2 minutes en moyenne, nous restons donc dans le cadre de coût CPU élevé.

Suivant le chemin défini par les caractéristiques du modèle sur le diagramme en Figure 4.1, la méthode d'analyse de sensibilité la plus adaptée passe par une étape de criblage, nécessaire pour identifier les paramètres les moins influents sur la/les sorties et qui seront donc fixés à leurs valeurs nominales par la suite.

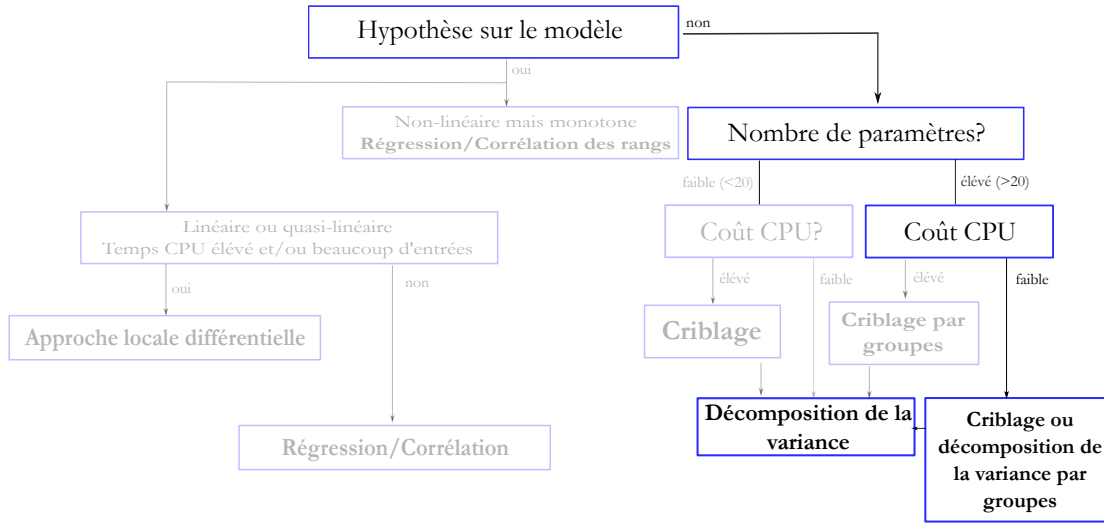


FIGURE 4.1 – Diagramme d’aide au choix de la méthode d’analyse de sensibilité [de Rocquigny 08].

#### 4.2.2.1 CRIBLAGE : LA MÉTHODE DE MORRIS

La technique de criblage (ou *screening*) la plus utilisée est la méthode dite des **effets élémentaires (EE)**, dont la version originale a été proposée par Morris il y a maintenant plus d’un quart de siècle [Morris 91]. Le but de la méthode est de déterminer les facteurs d’entrée qui peuvent être considérés comme ayant un effet (a) négligeable, (b) linéaire, (c) non-linéaire ou impliqué dans des interactions sur la sortie. La méthode de Morris fait partie de la famille de techniques dites OAT (*One At a Time*), ce qui se traduit par le fait que l’espace des paramètres est exploré de façon à faire varier un seul paramètre à la fois. Considérons le modèle :

$$Y = f(X_1, \dots, X_k) \quad (4.1)$$

Chaque variable du modèle  $X_i$ ,  $i = 1 \dots k$ , est supposée varier entre  $p$  niveaux sélectionnés dans l’espace des paramètres d’entrée. La région d’expérimentation  $U$  est donc une grille  $k$ -dimensionnelle à  $p$  niveaux. La méthode est basée sur la construction de  $r$  trajectoires dans l’espace d’entrée, typiquement entre 10 et 50. Pour chaque trajectoire, un point de départ aléatoire est généré. Le plan est alors basé sur la réalisation de chaque trajectoire en déplaçant un paramètre à la fois dans un ordre aléatoire. Le nombre total d’évaluations du modèle nécessaire pour explorer toute la grille est donc égal à  $n = (k + 1) \times r$ . Pour chaque trajectoire  $j$  ( $j = 1 \dots r$ ) complétée il est possible de calculer un effet élémentaire  $d_j^{(i)}$  par entrée  $x_i$  via l’équation 4.2 :

$$d_j^{(i)} = \frac{Y(X_1, \dots, X_{i-1}, X_i + \Delta, X_{i+1}, \dots, X_k) - Y(X^*)}{\Delta} \quad (4.2)$$

où  $Y(X^*)$  représente la sortie de référence, i.e. celle en début de trajectoire. Les effets élémentaires ainsi définis représentent la variation de la sortie observée  $Y$  engendrée



par la variation  $\Delta$  appliquée au paramètre d'entrée  $X_i$ , normalisée par rapport à cette même variation  $\Delta$ . Pour chaque paramètre, il est possible de calculer deux mesures de sensibilité : la moyenne  $\mu_i$  et l'écart type  $\sigma_i$  des effets élémentaires, qui estiment respectivement l'influence directe du paramètre  $i$  sur la sortie observée (effet linéaire) et la non-linéarité de l'effet sur le modèle et/ou la sensibilité du modèle aux interactions de la variables  $i$  avec d'autres paramètres. Dans ces travaux, le calcul des moyennes des effets élémentaires est effectué à partir de la valeur absolue des  $d_j^{(i)}$ , pour que les résultats ne soient pas biaisés par des effets de compensation éventuels entre les effets dus aux différentes variables d'entrée [Campolongo 07].

#### 4.2.2.2 ANALYSE DE SENSIBILITÉ PAR DÉCOMPOSITION DE LA VARIANCE : LA MÉTHODE *Extended FAST*

La plus connue parmi les méthodes basées sur la décomposition de la variance est certainement celle proposée par Sobol [Sobol 93] (cf. Annexe B). Cette méthode a pour but le calcul des indices de sensibilité du premier ordre, ceux d'ordres supérieurs et les indices totaux, tels qu'il sont définis en Annexe B. Outre que l'approche de Sobol, très coûteuse en termes de nombre d'appels au modèle nécessaire pour l'estimation des indices, diverses méthodes existent pour estimer ces indices de sensibilité lorsque ceux-ci ne peuvent pas être calculés de façon analytique. L'ouvrage qui représente le repère pour s'orienter dans l'univers de l'analyse de sensibilité est proposé par Saltelli et al. [Saltelli 08a], qui présentent une revue exhaustive des techniques existantes et des critères de choix des approches qui s'adaptent le mieux à une application donnée. Parmi les méthodes proposées dans la littérature, nous avons choisi ici d'utiliser celle proposée par Saltelli et al. [Saltelli 99]. Cette approche est une **extension de la méthode FAST** (*Fourier Amplitude Sensitivity Test*), développée à son tour par Cukier et al. [Cukier 73, Cukier 75].

Cukier et al. montrent qu'il est possible d'obtenir une décomposition de la variance de  $Y$  (équation 4.1) équivalente à celle formulée par Sobol dans l'équation B.3 à travers la transformée de Fourier multi-dimensionnelle de la fonction  $f$  :

$$f(\mathbf{x}) = f(x_1, \dots, x_k) \quad (4.3)$$

où  $\mathbf{x} = [0, 1]^k$  et  $k$  est le nombre de variables d'intérêt. L'idée de la méthode FAST est de remplacer les décompositions multi-dimensionnelles par des décompositions unidimensionnelles le long d'une courbe parcourant l'espace  $[0, 1]^k$ <sup>†</sup>. Cette courbe est définie par  $k$  équations paramétriques :

$$x_i(s) = g_i(\sin(\omega_i s)) \quad i = 1, \dots, k \quad (4.4)$$

où  $g_i$  sont des fonctions à déterminer, permettant un recouvrement uniforme de l'espace  $[0, 1]^k$ ,  $(\omega_1, \dots, \omega_k) \in \mathbb{N}^k$  est un ensemble de fréquences entières linéairement

---

<sup>†</sup>. L'échantillonnage dans la méthode FAST est donc défini de façon uniforme sur le cube unité. Si les variables d'intérêt ne sont pas uniformes, il est nécessaire d'effectuer une transformation par inversion de la fonction de répartition pour prendre en compte leurs lois de distribution.

indépendantes et  $s \in [-\pi, \pi]$ . Ainsi, lorsque  $s$  varie dans  $\mathbb{R}$ , le vecteur  $(x_1(s), \dots, x_k(s))$  décrit une courbe qui parcourt  $[0, 1]^k$ . Cukier et al. montrent alors que :

$$f_0 = E[Y] = \int_{[0,1]^k} f(\mathbf{x}) dx = \frac{1}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} f(\mathbf{x}(s)) ds \quad (4.5)$$

En utilisant les propriétés des séries de Fourier, la variance de  $Y$  peut être estimée via l'équation 4.6

$$\begin{aligned} V(Y) &= \frac{1}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} f^2(\mathbf{x}(s)) ds - (E[Y])^2 \\ &\approx \sum_{j=-\infty}^{\infty} (A_j^2 + B_j^2) - (A_0^2 + B_0^2) \\ &\approx 2 \sum_{j=-\infty}^{\infty} (A_j^2 + B_j^2) \end{aligned} \quad (4.6)$$

où  $A_j$  et  $B_j$  sont les coefficients de Fourier définis comme :

$$A_j = \frac{1}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} f(\mathbf{x}(s)) \cos(js) ds \quad (4.7)$$

$$B_j = \frac{1}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} f(\mathbf{x}(s)) \sin(js) ds \quad (4.8)$$

Cukier et al. expliquent que la part de la variance définie par l'équation 4.6 due à une variable  $Y_i$  est la somme des carrés des coefficients de Fourier  $A_j$  et  $B_j$  attribués à la fréquence  $\omega_i$  relative à  $X_i$  et à ses harmoniques d'ordre  $p$  :

$$V_i = 2 \sum_{p=1}^{\infty} (A_{p\omega_i}^2 + B_{p\omega_i}^2) \quad (4.9)$$

L'indice de sensibilité du premier ordre est alors calculé par :

$$S_i = \frac{\sum_{p=1}^{\infty} (A_{p\omega_i}^2 + B_{p\omega_i}^2)}{\sum_{j=-\infty}^{\infty} (A_j^2 + B_j^2)} \quad (4.10)$$

À partir de l'approche proposée par Cukier, Saltelli et al. [Saltelli 99] ont introduit la méthode Extended FAST, qui est une extension de cette méthode aux indices de sensibilité totaux, en évaluant la part de variance due à toutes les variables sauf  $X_i$  comme la somme des carrés des coefficients de Fourier  $A_j$  et  $B_j$  attribués à toutes les fréquences  $\omega_{\sim i}$  autre que  $\omega_i$  et ses harmoniques :

$$V_{\sim i} = 2 \sum_{p=1}^{\infty} (A_{p\omega_{\sim i}}^2 + B_{p\omega_{\sim i}}^2) \quad (4.11)$$

L'indice de sensibilité total est donc calculé comme pour la méthode de Sobol :

$$S_{T_i} = 1 - \frac{\sum_{p=1}^{\infty} (A_{p\omega_{\sim i}}^2 + B_{p\omega_{\sim i}}^2)}{\sum_{j=-\infty}^{\infty} (A_j^2 + B_j^2)} \quad (4.12)$$

Le calcul des deux indices  $S_i$  et  $S_{T_i}$  prévoit des sommes infinies : cela étant numériquement impossible, il est nécessaire de "borner" le calcul. Cukier et al. suggèrent donc de limiter les harmoniques prises en compte à l'ordre  $M$  égal à 4 ou 6. L'avantage de la méthode FAST (et de son extension) par rapport à celle de Sobol demeure dans l'exploration efficace de l'espace des variables via un choix correct des fonctions  $g_i$  et des fréquences  $\omega_i$  et  $\omega_{\sim i}$ , ce qui rend l'approche de Cukier et al. plus rapide. Concernant les fonctions  $g_i$ , nous utilisons dans ce travaux la forme proposée par Saltelli et al. [Saltelli 99], qui amène à la définition des variables  $x_i(s)$  montrée en équation 4.13 :

$$x_i(s) = \frac{1}{2} + \frac{1}{\pi} \arcsin(\sin(\omega_i(s))) \quad (4.13)$$

Les fréquences  $\omega_i$  et  $\omega_{\sim i}$  sont également choisies en utilisant l'algorithme proposé par Saltelli et al. [Saltelli 99]. Dans la pratique, le choix plus simple est d'assigner une  $\omega_i$  élevée à la  $i$ -ème variable et des  $\omega_{\sim i}$  plus petites pour les autres, et ce pour chaque variable à son tour. Saltelli et al. [Saltelli 99] proposent un algorithme automatique pour choisir ces fréquences :

- choix d'une fréquence  $\omega_i$
- calcul de la valeur maximale de fréquence à assigner aux autres variables :

$$\max(\omega_{\sim i}) = \frac{\omega_i}{2M}$$

où  $M$  correspond à l'ordre de l'harmonique la plus élevée

- assigner aux autres variable une fréquence comprise entre  $\omega_i$  et  $\max(\omega_{\sim i})$

Saltelli et al. proposent également une formule pour calculer la taille minimale de l'échantillon nécessaire pour l'estimation des deux indices :

$$N = 2M \times \max_i(\omega_i) + 1 \quad (4.14)$$

Pour augmenter la précision, les auteurs proposent également de rééchantillonner aléatoirement  $N_r$  fois le plan d'expérience de taille  $N$ , et ce pour chaque variable d'intérêt. La méthode demande donc finalement un nombre d'appels au modèle égal à :

$$W = N \times N_r \times k \quad (4.15)$$

### 4.2.3 SORTIES OBSERVÉES

#### 4.2.3.1 MODULE TANGENT APPARENT

Pour estimer l'influence des paramètres sur la réponse numérique d'un modèle il faut préalablement définir une ou plusieurs sorties à observer, en fonction de la (ou

les) propriétés d'intérêt du modèle. Depuis le début du manuscrit nous nous intéressons au comportement non-linéaire en traction des fibres végétales. Comme déjà vu le Chapitre 3, l'évolution du module tangent apparent pendant l'essai de traction est un excellent indicateur de la présence de non-linéarités. La rigidité apparente à chaque pas de chargement est donc choisie comme principale réponse à observer. Ce choix nous permet également d'estimer l'éventuelle évolution des indices de sensibilité pendant l'essai de traction. Autrement dit, cela nous permet par exemple d'observer si l'effet d'un paramètre qui se révèle très influent au début du chargement le reste tout au long de l'essai.

#### 4.2.3.2 LA CONTRAINTE À RUPTURE

La contrainte à rupture est une propriété intéressante des fibres végétales. Comme le module d'Young, elle présente une dispersion très importante, dont les origines ne sont pas totalement comprises. Généralement la résistance de la fibre est considérée comme directement liée à la présence de défauts (ou dislocations) dans la paroi végétale [Fan 10]. Par conséquent, une relation en rapport inverse entre diamètre et contrainte à rupture est généralement observée pour différents types de fibres naturelles [Duval 11, Charlet 10, Baley 02] : pour une longueur donnée, plus le diamètre est grand, plus la probabilité d'apparition de défauts est élevée, et donc la résistance est faible.

D'un point de vue numérique, une façon très répandue et relativement facile à mettre en œuvre pour prédire la résistance d'un matériau passe par la définition d'un critère de rupture. La paroi de la fibre étant modélisée comme un matériau anisotrope assimilé à un composite unidirectionnel à fibres longues, c'est sur la base de la connaissance théorique très riche de cette classe de composites que nous orientons le choix du critère à implémenter.

Il est bien connu que ces matériaux se caractérisent par un ratio d'anisotropie élevé. Les nombreux critères existants pour l'étude des composites à fibres longues peuvent se répartir en deux macro-familles :

- Les critères qui ne distinguent pas si la ruine est due aux fibres ou à la matrice. Les deux formulations les plus utilisées dans la pratique figurent dans cette catégorie : le critère de Hill-Tsai ([Hill 50, Azzi 65]) et celui de Tsai-Wu ([Tsai 71]).
- Les critères qui différencient les deux modes de ruine. Une des formulations les plus connues et fiables faisant partie de cette famille est celle d'Hashin [Hashin 80].

Bien que la formulation simple qui fait la popularité des critères appartenant à la première catégorie a un intérêt indéniable dans les applications courantes, le manque de distinction entre modes de rupture représente une approximation forte et souvent peu ou non fidèle à la réalité. En outre, les formulations de Hill-Tsai et Tsai-Wu s'adaptent mal aux matériaux ayant un ratio d'anisotropie élevé [Christensen 13]. Le critère de Hashin, en revanche, non seulement distingue la ruine due aux fibres ou à la matrice, mais il prend en compte également le mode de sollicitation du matériau

en différenciant l'état de traction de celui de compression. Cette caractéristique le rend bien adapté aux degrés d'anisotropie élevés.

La distinction entre modes de rupture et l'applicabilité aux ratios d'anisotropie élevés nous font pencher pour cette dernière formulation dans le cadre de cette étude. Dans le cas de la traction simple, son écriture se réduit aux équations 4.16 et 4.17 dans les deux cas de rupture due aux fibres et à la matrice respectivement :

$$\left(\frac{\sigma_L}{T_L}\right)^2 + \frac{1}{S_{LT}^2}(\tau_{LT}^2 + \tau_{LT'}^2) \leq 1 \quad (4.16)$$

$$\frac{1}{T_T^2}(\sigma_T + \sigma_{T'})^2 + \frac{1}{S_{TT'}^2}(\tau_{TT'}^2 + \sigma_T \tau_{TT'}) + \frac{1}{S_{LT}^2}(\tau_{LT}^2 + \tau_{LT'}^2) \leq 1 \quad (4.17)$$

Les indices  $L$  et  $T, T'$  correspondent aux directions longitudinale et transversales aux fibres (microfibrilles de cellulose pour nous) respectivement. Nous considérons que la rupture survient lorsque le premier des deux seuils définis par les équations 4.16 et 4.17 est atteint. La sortie observée sera donc le niveau de contrainte globale au moment de la ruine. Cette formulation nécessite la détermination préalable des termes  $T_L, T_T$  et  $S_{LT}, S_{TT'}$ , qui représentent respectivement la résistance en traction ( $T_{ii}$ ) et en cisaillement ( $S_{ij}$ ), dans les directions  $i, j = L, T, T'$ . Compte tenu de la difficulté de l'identification expérimentale de ces termes, on adoptera une loi des mélanges à l'échelle de la paroi. Le choix s'oriente donc, encore une fois, vers une détermination via une méthode multi-échelle.

La loi des mélanges permet en effet de calculer ces valeurs de résistance à rupture en partant de celles des composants de la paroi végétale (cf. Chapitre 2). Ainsi, le calcul du terme  $T_L$  se fait exactement comme pour les propriétés élastiques de la paroi et il se réduit à l'application de la loi des mélanges, avec les mêmes notations utilisée dans le Chapitre 2 :

— LdM 1 : Microfibrilles (MF) = cellulose cristalline (CC) + cellulose amorphe (AC)

$$\sigma_{r_{MF}} = \sigma_{r_{CC}} v_{CC} + \sigma'_{r_{AC}} (1 - v_{CC}) \quad (4.18)$$

$$\sigma'_{r_{AC}} = \varepsilon_{r_{CC}} E_{AC} \quad (4.19)$$

— LdM 2 : Matrice (MAT) = hemicellulose (HC) + lignine (LG)

$$\sigma_{r_{MAT}} = \sigma_{r_{HC}} v_{HC} + \sigma_{r_{LG}} (1 - v_{HC}) \quad (4.20)$$

— LdM 3 : Paroi = microfibrilles (MF) + matrice (MAT)

$$T_L = \sigma_{r_{MF}} v_{MF} + \sigma_{r_{MAT}} v_{MAT} \quad (4.21)$$

Ces relations permettent donc de calculer la résistance en traction du matériau homogénéisé de la paroi dans la direction des microfibrilles à partir de celles des différents composants de la paroi, à savoir  $\sigma_{r_{CC}}, \sigma_{r_{AC}}, \sigma_{r_{HC}}$  et  $\sigma_{r_{LG}}$ , et de leurs fractions volumiques. Dans la littérature il n'y a qu'un nombre très limité d'études sur l'identification des propriétés de ces polymères biologiques [Sakurada 66, Ishikawa 97,

Dufresne 12, Kulasinski 14]. La contrainte à rupture de la cellulose cristalline est généralement comprise entre 5 et 10 GPa [Dufresne 12]. Dans le cas de la cellulose amorphe, sa résistance est calculée via l'équation 4.19 selon une méthode classiquement utilisée dans le cas de composites unidirectionnels. Concernant les autres composants en revanche, le manque de données expérimentales oblige à s'appuyer sur des hypothèses, détaillées ci-dessous. L'hémicellulose et la cellulose amorphe ont des propriétés très similaires : nous considérons donc que  $\sigma_{r_{HC}} = \sigma_{r_{AC}}$ . Pour la lignine, nous considérons que sa contrainte à rupture est égale à  $\sigma_{r_{HC}}/2$ . Cette valeur est justifiée par le fait que le ratio entre les propriétés élastiques de l'hémicellulose et celles de la lignine est généralement égal à 2.

Les termes  $T_T$ ,  $S_{LT}$  et  $S_{TT'}$  sont également obtenus en moyennant des hypothèses. Concernant la résistance en traction de la fibre dans la direction perpendiculaire aux microfibrilles, nous nous servons du ratio d'anisotropie de la paroi végétale  $\alpha$ , défini comme le rapport entre les modules d'Young de la fibre dans les directions perpendiculaire et longitudinale aux microfibrilles. La contrainte à rupture dans la direction perpendiculaire aux fibres sera donc :

$$T_T = \alpha T_L \quad (4.22)$$

La difficulté demeure néanmoins grande en ce qui concerne la détermination des résistances en cisaillement  $S_{LT}$  et  $S_{TT'}$ . Encore une fois, faute de manque de données expérimentales, le choix s'oriente vers des valeurs fixées arbitrairement, mais prenant néanmoins en considérations la nature et l'organisation moléculaire des constituants. En particulier, nous fixons  $S_{LT} = 100 \text{ MPa}$  et  $S_{TT'} = 50 \text{ MPa}$ .

#### 4.2.3.3 L'ESTIMATEUR DE NON-LINÉARITÉ $\eta$

À partir de la courbe module tangent apparent-déformation, Lefeuvre et al. [Lefeuvre 14a] ont proposé un autre estimateur de la non-linéarité du comportement en traction des fibres de lin. Cet indicateur est défini comme montré en Figure 4.2 et en équation 4.23.

$$\eta = \frac{\sigma_1}{(\sigma_1 + \sigma_2)} \quad (4.23)$$

La contrainte  $\sigma_1 = f(\varepsilon_1)$  est définie à partir du niveau de déformation  $\varepsilon_1$  : dans la première partie du chargement le module apparent diminue jusqu'à atteindre un minimum local en correspondance de  $\varepsilon = \varepsilon_1$ . Le niveau de déformation défini par  $\varepsilon_1$  identifie l'étendue de la première zone non-linéaire de la réponse en traction des fibres. Lefeuvre et al. suggèrent que la taille de cette zone traduit la capacité de la fibre, en traction, à absorber l'énergie avant la réorientation des microfibrilles. Ce minimum a été observé entre 0.2% et 1.3% de déformation.

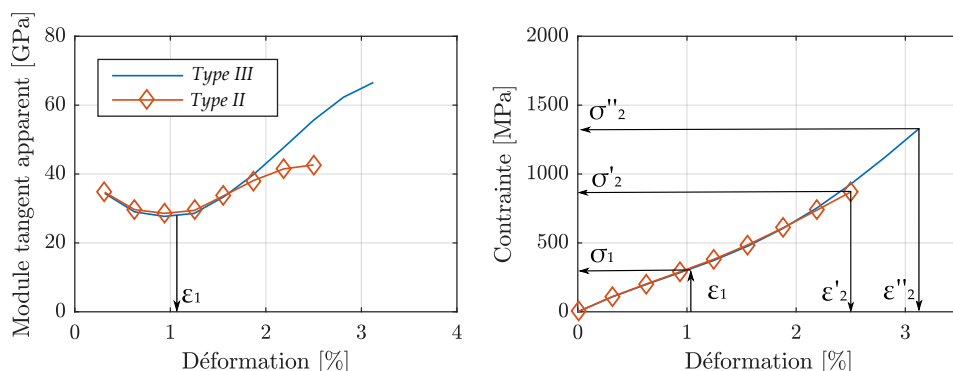


FIGURE 4.2 – Comportements *Type II* et *Type III* : mise en évidence des zones de non-linéarité.

Bien que les auteurs limitent l'analyse de cet indicateur aux cas de fibres présentant un comportement de *Type III* ([Placet 14]), il est possible d'étendre sa définition aux fibres dont le comportement est de *Type II*, présentant lui aussi un minimum local de rigidité avant 1.3% de déformation. Les points  $(\epsilon'_2, \sigma'_2)$  et  $(\epsilon''_2, \sigma''_2)$  correspondent à la rupture de la fibre.

## 4.3 RÉSULTATS DE L'ANALYSE DE SENSIBILITÉ

### 4.3.1 CRIBLAGE : ÉVOLUTION DES INDICES DE MORRIS

Pour ce travail, un total de **26 paramètres** ont été impliqués dans l'étape de *screening* au sens de Morris (cf. Table 4.1). L'espace des paramètres, discrétisé en  **$p = 10$  niveaux**, est balayé à l'aide de **15 trajectoires**. Le coût en termes de **nombre d'appels au modèle** s'élève donc à  **$n = (k + 1) \times r = 405$** , pour les deux types de fibres. Le nœud de calcul (système quad-core bi-processeurs avec 36 Go de RAM) utilisé sur le cluster de calcul du DMA nous a permis de mener l'analyse en moins de deux jours. Comme déjà mentionné dans la partie introductive de ce chapitre, l'objectif principal de cette étape est l'identification des facteurs qui n'ont pas, ou très peu d'effet sur le comportement en traction. Une fois identifiés, les paramètres négligeables seront fixés à leur valeur nominale pour la suite. Pour cette étape de criblage nous n'observerons que l'impact des paramètres résumés en Table 4.1 sur le module tangent apparent à chaque niveau de chargement.

Les résultats pour le lin et le chanvre sont montrés sur les diagrammes moyenne-écart type des Effets Élémentaires (EEs) en Figure 4.3. Pour chaque variable, les points du diagramme correspondent aux indices de sensibilité à un pas de chargement jusqu'à 1.5% de déformation environ. La lecture d'un diagramme de Morris est très intuitive : un paramètre est d'autant plus influent que l'indice le concernant est loin de l'origine du repère [Morris 91]. Une valeur élevée de la moyenne des EEs concernant le paramètre  $i$  indique un effet linéaire important.





sur la sortie des interactions avec les autres variables). Concernant le **chanvre** en revanche, le résultat est quelque peu différent. Dans ce cas, les trois paramètres  $E_{L_{cc}}$ ,  $\psi$  et  $m_c$  figurent également parmi ceux ayant un impact important sur la rigidité apparente. D'autres paramètres influents se rajoutent : la **fraction massique de cellulose cristalline**  $m_{cr}$ , ainsi que le paramètre  $n_0$  et le **degré d'ellipticité**  $e$ . En outre les **écarts types atteignent des valeurs qui sont presque comparables à celles des moyennes, ce qui indique un rôle non négligeable des interactions et des effets non-linéaires**. Dans la version numérique du manuscrit la Figure 4.3 animée montre l'évolution des indices de Morris pendant l'essai de traction. Celle-ci nous permet de constater que pour les deux types de fibres l'influence de l'AMF a tendance à diminuer au cours de l'essai, autrement dit le paramètre  $\psi$  semble être plus influent en début de chargement qu'à la fin. Cela semble justifié par le fait que vers la fin de l'essai les microfibrilles sont de plus en plus redressées, ce qui affaiblit l'effet de l'angle initial d'enroulement. La même diminution est obtenue pour la fibre de chanvre concernant le paramètre  $n_0$ . Tous les autres facteurs ont, inversement, tendance à être plus influents pour des valeurs de déformation globale élevées plutôt qu'en début d'essai.

Ces résultats sont partiellement en accord avec ceux d'un travail précédemment mené au sein de l'équipe [Placet 12b]. Dans cette étude les auteurs ont utilisé un modèle de fibre à section parfaitement circulaire et un comportement purement élastique pour étudier le lien entre diamètre de fibre et module tangent apparent dans le cas du chanvre. Ici aussi la fraction massique de cellulose, ainsi que le module d'Young longitudinal de la cellulose cristalline et de l'AMF s'avèrent les paramètres qui affectent le plus la rigidité apparente. Cependant dans le travail cité la fraction massique de cellulose ne semble pas affecter remarquablement le module tangent apparent de la fibre. En outre le module de cisaillement  $G$  de la cellulose amorphe qui se révèle peu influent dans ces travaux de thèse figure au contraire parmi les facteurs les plus importants dans [Placet 12b].

Les résultats de l'étape de criblage sont intéressants, mais restent des résultats qualitatifs, notamment à cause de la non prise en compte des distributions de probabilité des paramètres d'entrée. Elle permet cependant d'estimer un **classement des variables par ordre d'importance** : la légende de la Figure 4.3 montre les paramètres utilisés classés par ordre décroissant d'importance. Ce classement est ensuite utilisé pour trier les paramètres qui feront l'objet d'une analyse de sensibilité via l'extension de la méthode FAST.

#### 4.3.2 ANALYSE GLOBALE : ÉVOLUTION DES INDICES TOTAUX ET DU PREMIER ORDRE RELATIFS À LA RIGIDITÉ APPARENTE

Pour l'analyse globale via l'extension de la méthode FAST, les **sept premiers paramètres du classement issu de l'étape de criblage sont retenus** : l'angle d'enroulement des microfibrilles  $\psi$ , la fraction de cellulose cristalline  $m_{cr}$ , la fraction de cellulose  $m_c$ , le degré d'ellipticité  $e$ , le paramètre  $n_0$  et le diamètre extérieur des fibres  $D$ . Nous avons donc  $k = 7$ . Dans cette étude, les distri-

butions affectées à ces paramètres sont des distributions normales. Les moyennes et les écarts-types les définissant sont ceux listés en Table 4.1. Pour le calcul des indices totaux et du premier ordre, une fréquence maximale  $\max(\omega_i)$  égale à **8** est choisie et la somme pour le calcul des variances est borné à  $\mathbf{M} = 4$ . Suivant l'équation 4.14, le plan d'expérience de base est donc constitué de **65 k-uplets** de paramètres d'entrée. Concernant le rééchantillonnage, nous avons choisi  $\mathbf{N}_r = 5$ . Le **nombre total d'appels au modèle** s'élève donc à  $\mathbf{W} = \mathbf{N} \times \mathbf{N}_r \times \mathbf{k} = \mathbf{2275}$ , et ce pour les deux cas du chanvre et du lin. L'analyse pour chaque type de fibres nécessite donc deux semaines environ. Les résultats obtenus en observant le module tangent apparent sont montrés en Figure 4.4. Comme pour l'étape de criblage, l'évaluation des indices à chaque pas de chargement permet d'estimer l'évolution de l'importance des paramètres pendant la simulation de l'essai de traction.

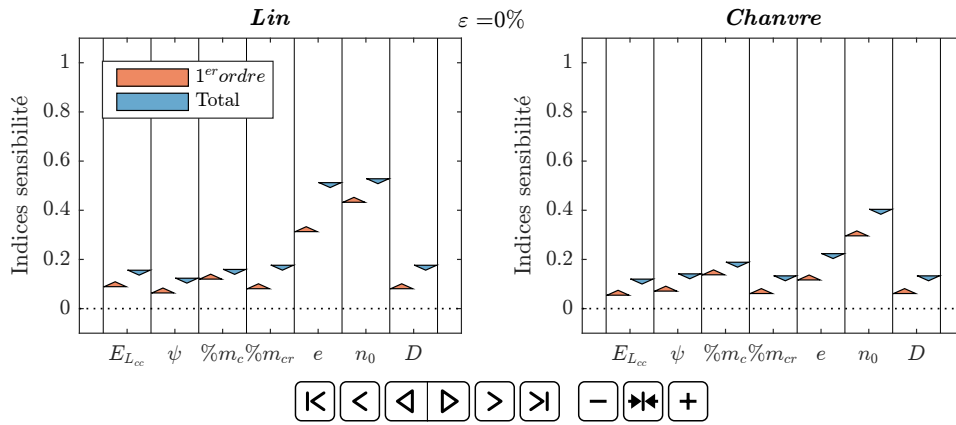


FIGURE 4.4 – Évolution des indices de sensibilité obtenus avec la méthode Ex FAST pendant l'essai de traction : comparaison fibres de lin et chanvre. Sortie observée : module tangent apparent.

Comme mentionné dans l'Annexe B, les indices totaux permettent de quantifier l'effet global d'une variable sur la réponse du modèle, tandis que les indices du premier ordre ne quantifient que la part de variabilité de la sortie observée due à la variance de cette même variable. Cela se traduit par le fait qu'un écart éventuel entre ces deux indices pour une même variable est la preuve que le modèle est sensible aux interactions de ce paramètre avec les autres.

La Figure 4.4 animée de la version numérique du manuscrit montre que d'un point de vue du classement des variables par ordre décroissant d'importance globale (indices totaux), pour le lin comme pour le chanvre, la variable dont l'effet semble prépondérant tout au long de l'essai est le paramètre  $n_0$ , qui définit l'étendue du spectre de relaxation (cf. Chapitre 2). Le spectre pilote à son tour le comportement viscoélastique de la paroi végétale. Ce résultat s'avère en contradiction avec celui de l'étape de criblage montré en Figure 4.3 : l'écart entre les résultats des deux méthodes d'analyse utilisées est probablement dû à la surestimation de la variance qui concerne les paramètres viscoélastiques déjà abordée en Section 4.2.1.2. En effet, la méthode de Morris ne prend pas en compte la variabilité des paramètres, tandis que dans

la méthode FAST les indices de sensibilité sont calculés en fonction de la variance des paramètres. Une variance surestimée peut donc engendrer une surestimation de l'effet d'une variable sur la réponse du modèle. La surestimation de la variance du paramètre  $n_0$  est probablement liée à des erreurs d'identification de ce paramètre, conséquence de la large gamme de réponses en fluage observées.

Concernant les autres paramètres, l'animation de la Figure 4.4 montre qu'il est possible d'identifier deux types d'évolution des indices :

- Dans le cas du **lin**, les trois paramètres les plus influentes, mis à part  $n_0$ , s'avèrent être le degré d'ellipticité  $e$ , la fraction massique de cellulose cristalline  $m_{cr}$  et le diamètre de la fibre  $D$ . Les autres paramètres suivent avec des valeurs d'indices très proches. En observant les écarts entre les indices totaux et ceux du premier ordre, les résultats montrent qu'ils restent limités tout au long de l'essai, exception faite pour le degré d'ellipticité et la fraction massique de cellulose cristalline : les indices relatifs à ces deux paramètres présentent en effet un écart non négligeable, correspondant notamment à un niveau de déformation inférieur à 0.7%. Cela indique que dans la première phase du chargement la rigidité apparente est sensible aux interactions entre  $m_{cr}$  et  $e$ . L'évolution des indices s'exprime, quant à elle, à travers une diminution des deux indices dans la première phase du chargement (jusqu'à un niveau de déformation égal à 0.6-0.7 % environ), suivie par une stabilisation qui se maintient jusqu'à un niveau de déformation égal à 2% à partir du quel tous les indices expriment des fluctuations très importantes ;
- Concernant les fibres de **chanvre**, le **classement des variables est quasiment identique à celui obtenu dans le cas du lin**. En début de chargement, la seule différence remarquable par rapport au lin concerne les indices de la fraction de cellulose cristalline et du degré d'ellipticité : effectivement, l'écart entre leurs indices totaux et du premier ordre est ici négligeable. Concernant l'évolution des indices, elle est similaire à celle observée pour le lin jusqu'à un niveau de déformation égal à 1.2% environ. C'est à partir de cette valeur de déformation globale que les impacts des paramètres sur la rigidité des deux types de fibres s'écartent. Si dans le cas du lin la valeur des indices a tendance à se stabiliser à partir d'un certain niveau de déformation, ce plateau s'avère absent dans le cas du chanvre : pour  $\varepsilon > 1.2\%$  et jusqu'à environ 2%, les indices totaux augmentent rapidement, exception faite pour celui relatif du paramètre  $e$ . Cette hausse ne concerne pas, ou de façon très limitée, ceux du premier ordre : cela implique une amplification de l'écart entre les deux indices et une conséquente majeure sensibilité de la rigidité aux interactions entre les variables. En fin d'essai, le classement des paramètres a changé : pour un niveau de déformation égal à 3% environ, la variable la plus influente s'avère être le module longitudinal de la cellulose cristalline  $E_{Lcc}$ , suivi par le paramètre  $n_0$  et l'angle initial d'enroulement des microfibrilles  $\psi$ . La fraction de cellulose cristalline  $m_{cr}$ , le diamètre  $D$  et le degré d'ellipticité  $e$  sont, pour ces niveaux de déformation, les paramètres les moins influents sur la rigidité apparente.

Les résultats issus de l'application de l'extension de la méthode FAST se révèlent

en désaccord avec ceux obtenus dans l'étape de criblage. Cette différence peut être expliquée par la prise en compte de la variance des paramètres dans le cadre de l'analyse de sensibilité globale. Cela confirme une fois de plus l'importance du type de loi de probabilité des variables dans l'estimation de son impact sur la réponse d'un modèle.

*REMARQUE* : Les résultats montrés jusqu'ici concernant la rigidité apparente et les conclusions qui en découlent sont issus de l'observation du module tangent pendant la simulation de l'essai de traction sans prise en compte de la rupture éventuelle de la fibre. Cette analyse nous permet néanmoins d'accéder à une meilleure compréhension des liens entre paramètres matériaux/morphologiques et le comportement en traction de deux types de fibres.

#### 4.3.3 ANALYSE GLOBALE : CONTRAINTE À RUPTURE

Les indices de sensibilité obtenus en observant la contrainte à rupture sont montrés en Figure 4.5. Encore une fois, le paramètre  $n_0$ , un des paramètres viscoélastiques, s'avère être de loin le paramètre le plus influent sur la contrainte à rupture pour le lin et le chanvre. Les remarques faites précédemment à propos de ce paramètre sont valables ici également. Pour ce qui concerne les autres paramètres en revanche, une différence remarquable entre les deux fibres peut être observée :

- La fraction massique de cellulose cristalline et le diamètre de fibre sont les variables qui affectent le plus la contrainte à rupture du lin, avec des indicateurs de sensibilité quasiment identiques. Les quatre paramètres restants suivent avec des écarts très faibles entre leurs indices. Un aspect intéressant est l'écart non négligeable entre les indices totaux et du premier ordre, et ce pour toutes les variables : cela signifie que la contrainte à rupture du lin semble être affectée par les interactions entre les paramètres pris en compte.
- Dans le cas du chanvre le seul paramètre qui se démarque des autres est le module longitudinal de la cellulose cristalline, les autres paramètres ayant des valeurs des deux indices très faibles.

**Ces résultats montrent pour la première fois une vraie différence entre ces deux types de fibres du point de vue de l'impact des paramètres sur leurs propriétés mécaniques. Cette différence prouve que, bien que le lin et le chanvre soient deux types de fibres très similaires, leur résistance, définie ici via un critère de rupture, n'est pas influencée de la même façon par les paramètres matériaux et morphologiques qui les caractérisent.**

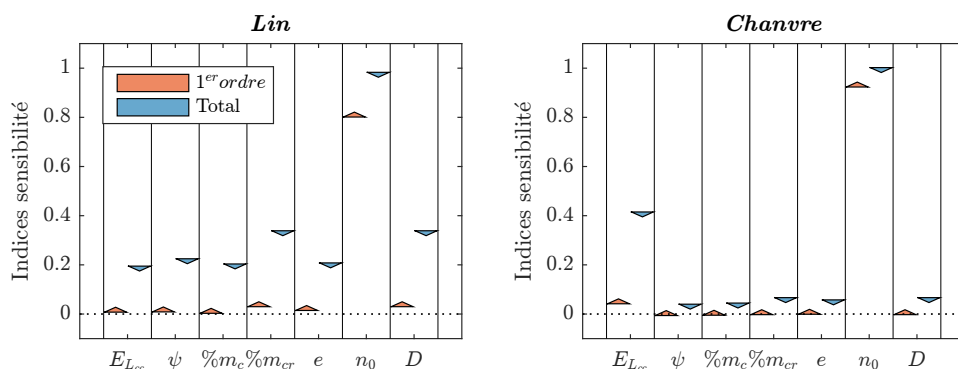


FIGURE 4.5 – Indices de sensibilité obtenus avec la méthode Ex FAST : comparaison fibres de lin et chanvre. Sortie observée : contrainte à rupture

#### 4.3.4 ANALYSE GLOBALE : RATIO $\eta$

Concernant le ratio  $\eta$ , l'interprétation des résultats s'avère légèrement plus délicate. La Figure 4.6 montre encore une fois un effet prépondérant du paramètre  $n_0$ , même s'il s'avère affaibli par rapport à celui exprimé sur la rigidité apparente et la contrainte à rupture. En ce qui concerne les autres paramètres, les deux types de fibres se caractérisent par des valeurs des indices de sensibilité différentes :

- Le **degré d'ellipticité** et la **fraction de cellulose** sont les **paramètres les plus influents** sur le ratio  $\eta$  dans le cas du **lin**. Le module  $E_{Lcc}$ , le diamètre de fibre et la fraction de cellulose cristalline suivent les deux premiers, avec un écart négligeable entre leurs indices totaux. Étonnamment, l'AMF s'avère le paramètre ayant l'effet le plus faible sur l'étendue de la zone non-linéaire de la courbe contrainte-déformation du lin. En outre, l'écart entre ses indices est très faible, indiquant que le ratio  $\eta$  ne semble pas être affecté par les interactions qui concernent l'angle  $\psi$ . Cet écart entre les indices totaux et du premier ordre s'avère en revanche limité mais non négligeable pour les autres paramètres.
- L'étendue de la zone non-linéaire du comportement du **chanvre** se montre, quant à elle, bien affectée par tous les paramètres analysés : les écarts entre les deux types d'indices sont en effet importants pour toutes les paramètres. En ce qui concerne le classement par ordre d'importance, la **fraction de cellulose** est le paramètre le plus influent, suivi de près par l'**angle initial d'enroulement des microfibrilles** et le **diamètre**. Les trois variables restantes clôturent le classement avec des indices très proches.

La **différence la plus remarquable** entre les résultats obtenus pour les deux fibres concerne sans doute les **indices relatifs à l'AMF**. Dans les deux cas, la variance de  $\psi$ , témoignée par les indices du premier ordre, affecte très peu la variance de  $\eta$ . Cependant, sa sensibilité aux interactions entre l'AMF et les autres variables dans le cas du chanvre fait en sorte que  $\psi$  se révèle être le deuxième paramètre le plus influent pour ce type de fibre, tandis que dans le cas du lin celui-ci a un impact négligeable sur  $\eta$ .

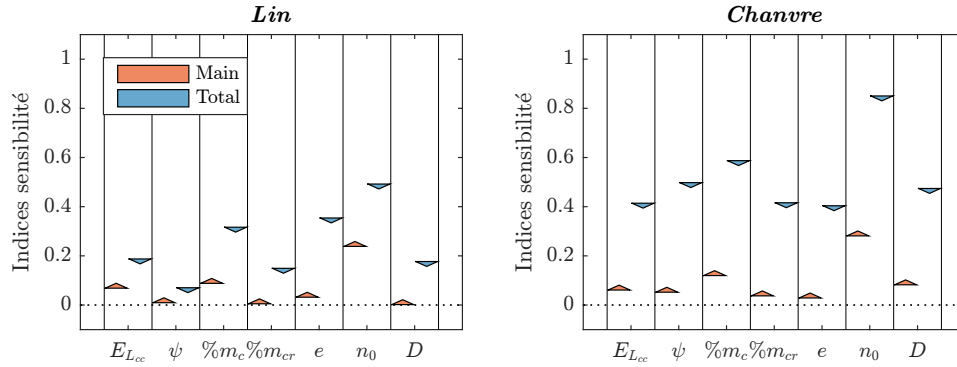


FIGURE 4.6 – Indices de sensibilité obtenus avec la méthode Ex FAST : comparaison fibres de lin et chanvre. Sortie observée : ratio  $\eta$

## 4.4 COMPARAISON ENTRE FIBRE DE LIN ET CHANVRE : COMPORTEMENT ET PROPRIÉTÉS

### 4.4.1 ENVELOPPES DE COMPORTEMENT

La Figure 4.7 montre les différentes courbes contrainte - déformation obtenues des simulations réalisées pour l'analyse de sensibilité globale (**2275 courbes**). Les courbes contrainte-déformation et module tangent apparent-déformation s'arrêtent au niveau de déformation qui correspond au dépassement du critère de rupture implémenté (cf. Section 4.2.3.2). Ces enveloppes sont issues directement de la prise en compte des paramètres matériaux à l'échelle nano et morphologiques à l'échelle micro des deux types de fibres, ainsi que de leur variabilité (cf. Table 4.1). En examinant les courbes obtenues, il est possible d'observer trois différences majeures entre les deux types de fibres :

- **Le niveau de déformation atteint avant le dépassement du critère de rupture est généralement supérieur pour le chanvre que pour le lin** (Figures 4.7a et b). Cela est notamment vrai dans le cas de fibres à rigidité initiale modeste, comme il est possible de le constater dans les zones à faible niveau de contrainte.
- Les Figures 4.7c et d montrent que du point de vue du type de comportement exprimé, **les deux fibres présentent une corrélation entre une rigidité initiale apparente élevée et un comportement exprimé de *Type II*, avec une chute de la rigidité apparente à partir d'un certain niveau de déformation bien visible sur les courbes module tangent apparent-déformation**. Cette réponse semble se produire plus fréquemment dans le cas du chanvre.
- La **variabilité exprimée par les deux fibres concernant la rigidité apparente semble comparable**, comme montré en Figure 4.8. Ici l'allure du coefficient de variation est affiché en fonction de la déformation globale. Le coefficient de variation est calculé à chaque  $i$ -ème niveau de déformation comme

le rapport entre l'écart type et la moyenne des valeurs du module tangent apparent exprimé à le  $i$ -ème pas de chargement. Les courbes s'arrêtent au niveau de la déformation à rupture moyenne calculée pour les deux types de fibres. Ce résultat révèle que **le lin et le chanvre expriment une variabilité qui augmente avec le niveau de déformation considéré jusqu'à atteindre un coefficient de variation de 0.48**. Ce maximum est atteint à une déformation égale à 0.6% par le chanvre et à 1% par le lin. Une fois le maximum atteint, dans le cas du chanvre la variabilité décroît jusqu'à la déformation à rupture moyenne, tandis que pour le lin le coefficient de variation se maintient constant.

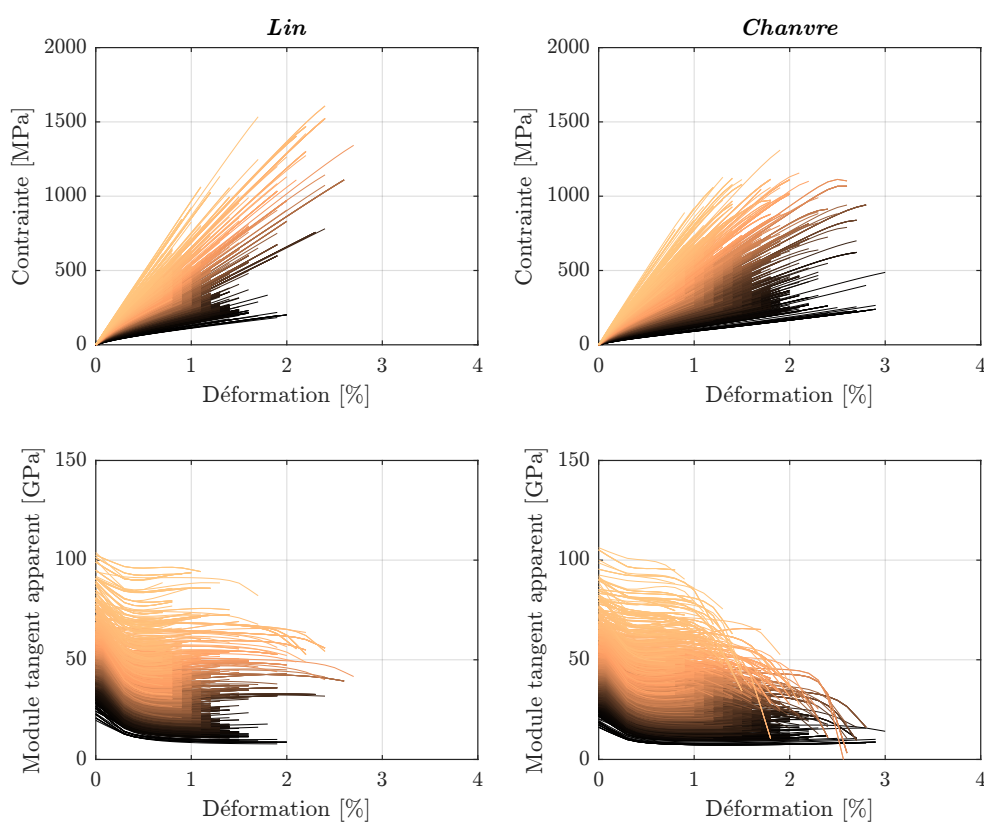


FIGURE 4.7 – Comparaison entre les comportements en traction obtenus pour les fibres de lin et de chanvre : prise en compte de la rupture. Courbes contrainte-déformation (a et b) et module tangent apparent-déformation (c et d) obtenues pour les lin (a et c) et le chanvre (b et d).

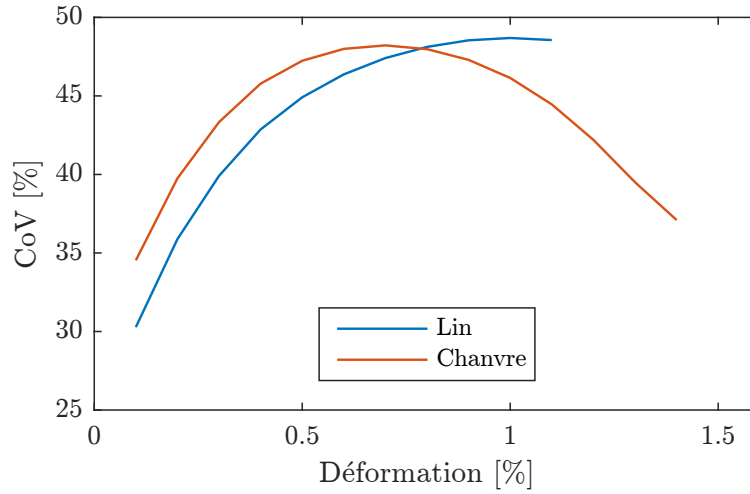


FIGURE 4.8 – Allures du coefficient de variation (CoV) du module apparent pour lin et chanvre tracée en fonction du niveau de déformation.

#### 4.4.2 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

La Table 4.3 propose une comparaison entre les propriétés mécaniques de deux espèces de fibres de lin et de chanvre issues de travaux expérimentaux publiés dans la littérature et celles obtenues par simulation lors de ce travail. Il est possible de constater que **les résultats obtenus en termes de rigidité apparente initiale sont cohérents par rapport aux données de la littérature**. En revanche, **des écarts importants sont observés en ce qui concerne la contrainte et la déformation à rupture**, ainsi que le ratio  $\eta$ . Dans ce travail la rupture, supposée intervenir lorsque le niveau de contrainte dans un élément du modèle vérifie le critère de Hashin défini en Section 4.2.3.2, se produit pour de valeurs de déformation inférieures par rapport à ce qui est observé expérimentalement. Il en découle de l'équation 4.23 que le ratio  $\eta$  est, pour sa part, surestimé. Ces écarts entre les propriétés observées expérimentalement et celles obtenues numériquement peuvent être dus à plusieurs facteurs :

- dans ce travail la rupture est supposée intervenir dès que le critère implémenté est dépassé. Ce critère peut s'avérer mal adapté et avoir pour conséquence une sous estimation de la contrainte à rupture ;
- la déformation à rupture peut être surestimée expérimentalement, car elle est généralement calculée à partir du déplacement de la machine d'essais. En effet, Fuentes et al. [Fuentes 17] ont montré, à l'aide d'une méthode de corrélation d'images digitales (DIC, *Digital Image Correlation*), que la déformation globale calculée à partir du déplacement est surestimée par rapport à la déformation moyenne obtenue par DIC.

En ce qui concerne la variabilité des propriétés, il est possible de remarquer que la dispersion observée expérimentalement sur le module d'Young initial est proche de celle obtenue numériquement, et ce pour les deux types de fibres analysés. Dans le



cas de la contrainte et de la déformation à rupture, les écarts types obtenus dans cette étude sont proches de l'expérimental pour les fibres de chanvre. Dans le cas des fibres de lin en revanche, la variabilité de la contrainte et de la déformation à rupture résultant des simulations est inférieure à celle expérimentale.

TABLE 4.3 – Comparaison entre propriétés mécaniques de lin et chanvre issues de la littérature et des simulations de ces travaux de thèse. Les données de la littérature sont issues de [Lefeuvre 14a] sur *M1 (2009)* pour le lin et [Marrot 14] sur *Fedora 17 (2007)* pour le chanvre.

|                            | Lin             |                 | Chanvre         |                   |
|----------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-------------------|
|                            | Littérature     | Ce travail      | Littérature     | Ce travail        |
| Module initial [GPa]       | $56.2 \pm 11.9$ | $52.3 \pm 15.8$ | $33.8 \pm 12.2$ | $37.9 \pm 13.0$   |
| Contrainte à rupture [MPa] | $1197 \pm 452$  | $479 \pm 225.3$ | $489 \pm 233$   | $393.5 \pm 194.6$ |
| Déformation à rupture [%]  | $2.2 \pm 0.7$   | $1.11 \pm 0.32$ | $2.5 \pm 1.3$   | $1.44 \pm 0.40$   |
| $\eta$ [/]                 | 0.27            | $0.43 \pm 0.11$ | [/]             | $0.36 \pm 0.12$   |

À l'issue des simulations effectuées, il est possible de vérifier l'existence éventuelle de relations entre les propriétés estimées numériquement. La Figure 4.9 montre les résultats en termes de contrainte à rupture en fonction du module tangent apparent initial pour le lin et le chanvre. **Il existe une relation de proportionnalité directe entre la rigidité apparente et la résistance des fibres.** Cette relation, **observée expérimentalement pour différentes espèces de fibres** dans plusieurs études de la littérature [Marrot 14, Duval 11, Charlet 08, Bodros 08], est confirmée par un coefficient de détermination  $r^2$  égal à 0.673 pour le lin et à 0.65 pour le chanvre. Lefeuvre et al. [Lefeuvre 14a] montrent qu'il existe également une **relation inverse entre l'étendue de la zone non-linéaire de la courbe contrainte-déformation, estimée par le ratio  $\eta$ , et les propriétés mécaniques des fibres.**

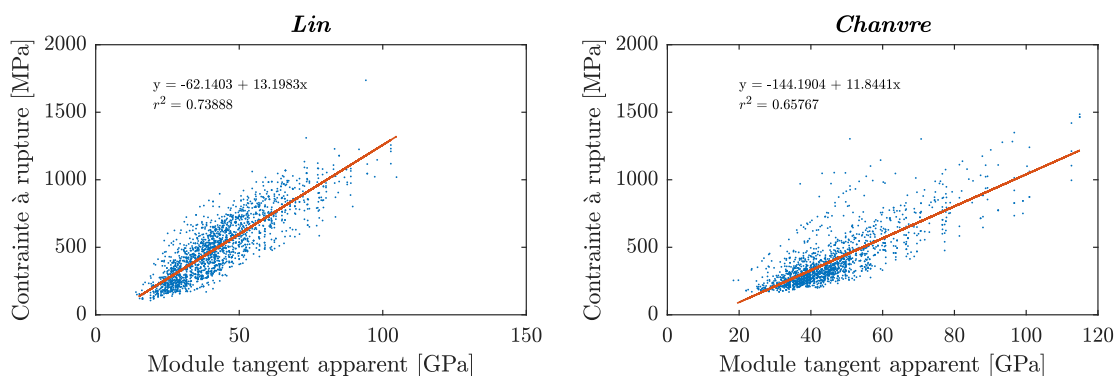


FIGURE 4.9 – Relation entre module tangent apparent initial et contrainte à rupture pour lin et chanvre.

La Figure 4.10 et la Figure 4.11 montrent les valeurs de contraintes à rupture et de rigidité apparentes respectivement obtenues en fonction du ratio  $\eta$  pour le lin et le chanvre. Des courbes puissance, dont les paramètres sont résumés en Table 4.4, sont

superposées aux résultats obtenus. Il est possible de remarquer que les observations de Lefeuvre et al. sont ici confirmées : **que ce soit pour le lin ou le chanvre, des valeurs élevées de  $\eta$  engendrent une détérioration de la résistance et de la rigidité de la fibre.**

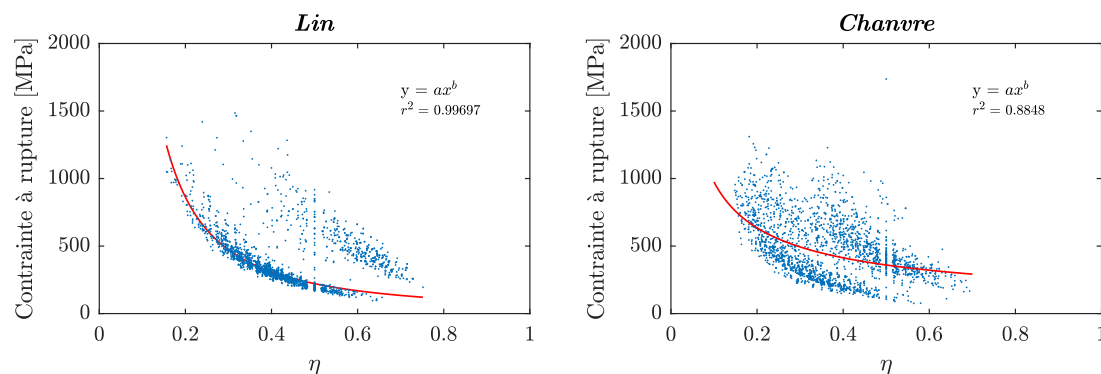


FIGURE 4.10 – Relation entre le ratio  $\eta$  et la contrainte à rupture pour lin et chanvre.

Cette relation est valable en particulier pour la contrainte à rupture dans le cas du lin, où l'ajustement de la courbe puissance a un coefficient de détermination égale à 0.99, malgré la présence de points hors tendance. Ce résultat est dû à la différence entre le nombre de points hors tendance et ceux qui se superposent à la courbe approchée (113 contre 2162). Dans le cas du chanvre, cette relation est moins évidente mais toujours visible ( $r^2 = 0.88$ ).

Concernant le module tangent en revanche, la dispersion des résultats ne permet pas d'estimer une relation satisfaisante entre la rigidité et le ratio  $\eta$  ( $r^2 = 0.37$  et  $r^2 = 0.11$  pour le lin et le chanvre respectivement).

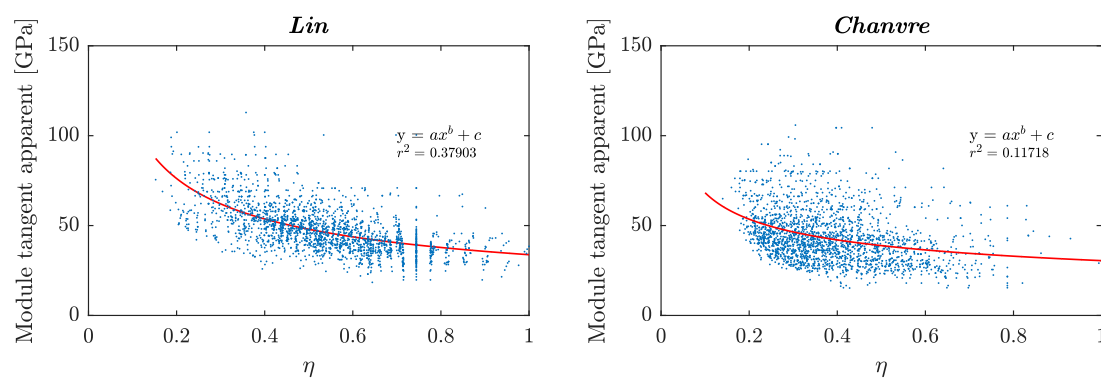


FIGURE 4.11 – Relation entre le ratio  $\eta$  et le module tangent initial pour lin et chanvre.

TABLE 4.4 – Paramètres de la loi puissance  $y = ax^b$  utilisée pour ajuster les relations entre propriétés mécaniques des fibres de lin et de chanvre

|         | Contrainte à rupture |        | Module initial |        |
|---------|----------------------|--------|----------------|--------|
|         | a                    | b      | a              | b      |
| Lin     | 158.9                | -1.195 | 33.78          | -0.505 |
| Chanvre | 161.9                | -1.006 | 30.48          | -0.35  |

Une autre relation classiquement identifiée dans les travaux expérimentaux est celle entre le diamètre de fibre et la contrainte à rupture [Marrot 14, Duval 11, Charlet 10, Fan 10, Baley 02]. Comme déjà abordé en Section 4.2.3.2, une relation inverse est observée entre le diamètre des fibres et leur résistance. Cela est supposé être une conséquence directe de la majeure probabilité d'apparition de défauts lorsque les dimensions de la fibre augmentent [Weibull 39]. La Figure 4.12a montre les valeurs de contraintes à rupture obtenues numériquement en fonction des diamètres des fibres modélisées.

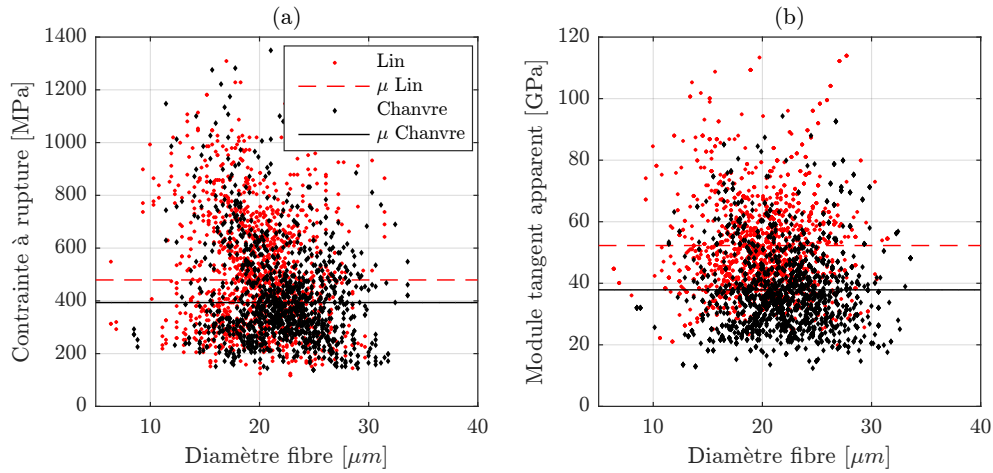


FIGURE 4.12 – Représentation de la contrainte à rupture (a) et du module tangent apparent initial (b) en fonction du diamètre de fibre pour lin et chanvre.

Il est évident qu'aucune relation entre le diamètre et la résistance n'est observable : en effet, dans le travail mené, l'éventuelle présence de défauts est négligée. Les mêmes conclusions sont valables en ce qui concerne la relation entre diamètre et rigidité apparente. Dans ce cas également, plusieurs auteurs ont observé une relation inverse entre le diamètre et la rigidité des fibres [Bodros 08, Charlet 08] dont l'origine physique est plus difficile à comprendre. Cependant, les résultats des simulations montrent ici que la rigidité apparente de la fibre n'est pas liée à son diamètre.

## 4.5 BILAN

Une étude comparée des liens entre morphologie, paramètres matériaux et ultrastructuraux et comportement en traction des fibres de lin et de chanvre a fait l'objet de ce chapitre. Le travail est mené en utilisant l'approche de génération et paramétrage multi-échelle automatique du modèle de fibre proposée dans le Chapitre 2, couplée à une démarche d'analyse de sensibilité articulée en deux étapes : une première phase de criblage pour trier les paramètres par ordre d'importance, suivie d'une étape d'analyse par décomposition de la variance en prenant en compte les sept paramètres les plus influents.

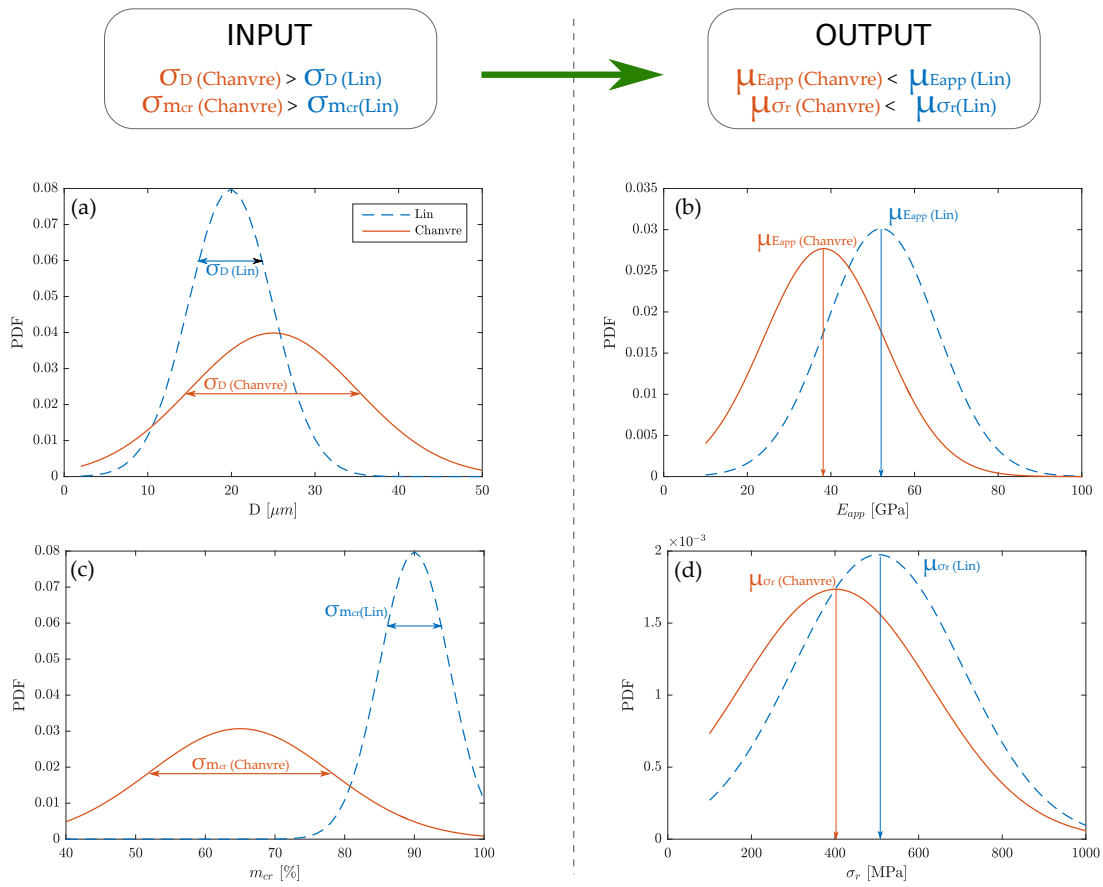


FIGURE 4.13 – Lien entre les distributions de probabilité de certains paramètres morphologiques et ultrastructuraux (diamètre de fibre (a) et fraction massique de cellulose cristalline (c)) et propriétés mécaniques (rigidité apparente initiale (b) et résistance (d)) pour le lin et le chanvre.

Les simulations effectuées pour l'analyse de sensibilité ont permis de tracer des enveloppes de comportement, caractéristiques des deux types de fibres, en fonction des paramètres matériaux et morphologiques à deux différentes échelles matérielles, ainsi que de leur variabilité. Nous avons également pu vérifier que le modèle de fibre

utilisé tout le long de ces travaux de thèse est capable de reproduire non seulement les allures du comportement en traction des fibres végétales, mais aussi les relations entre les propriétés mécaniques qui ont été observées expérimentalement par plusieurs auteurs dans le cas de différentes espèces de fibres végétales.

L'analyse de sensibilité a permis, pour sa part, d'observer que les paramètres matériaux et morphologiques pris en compte n'affectent pas le comportement et les propriétés mécaniques du lin et du chanvre de la même façon. Cela peut expliquer en partie les différences observées entre ces deux types de fibres extra-xylémiennes très similaires, telles que la rigidité, la contrainte et déformation à rupture, ou encore la variabilité de ces propriétés. En effet, **la plus grande variabilité de certains paramètres géométriques et ultrastructuraux du chanvre, bien que présentant des valeurs moyennes similaires à celles du lin, peuvent conduire à une valeur moyenne des propriétés des rigidités initiales et de la résistance en traction à l'échelle des fibres plus faibles.** Comme montré en Figure 4.13, dans le cas du chanvre les écarts types observés pour le diamètres des fibres et la fraction de cellulose cristalline sont plus élevés par rapport au lin. L'outil numérique développé permet de penser que la différence de rigidité apparente observée expérimentalement entre lin et chanvre pourrait effectivement être dû à une plus grande variabilité de ces paramètres en particulier.

Cette étude conclut la partie du manuscrit dédiée à l'échelle de la fibre élémentaire. Les résultats des analyses décrites jusqu'ici ont permis d'évaluer la transition entre l'échelle des constituants de la paroi végétale et la fibre élémentaire à partir du modèle de comportement de la paroi végétale développé au sein du DMA. Les résultats montrent également que la fibre est une structure et que ses aspects morphologiques et ultrastructuraux doivent être pris en compte lors de la caractérisation de leur comportement mécanique.

Dans la deuxième partie du manuscrit l'étude sera dédiée à l'échelle matérielle supérieure, celle du renfort/pli de composite UD.

## PARTIE 2 : LE PLI

La Partie 1 de ce manuscrit a été dédiée à la transition d'échelle entre l'ultrastructure de la paroi végétale et la fibre élémentaire elle-même. Nous avons pu ainsi évaluer l'influence des paramètres matériaux et morphologiques caractéristiques de ces deux échelles sur le comportement global et sur les propriétés mécaniques de la fibre. Dans cette deuxième partie nous allons traiter une échelle supérieure : celle du pli de composite UD. L'idée est donc d'étudier la propagation de comportement à travers trois différentes échelles caractéristiques du composite : l'ultrastructure de la paroi (échelle nanoscopique), les fibres (échelle microscopique) et le pli UD (échelle mésoscopique).

Pour ce faire, une approche multi-échelle stochastique est développée et décrite dans le Chapitre 5. En effet, comme nous le verrons dans le premier chapitre de cette deuxième partie, les approches multi-échelle classiquement utilisées dans la littérature pour l'étude de la transition d'échelle dans les matériaux hétérogènes s'avèrent inadéquates dans le cas des composites biosourcés, notamment à cause de la variabilité microstructurale qui les caractérise et qui exige la définition d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) qui prend en compte le caractère hétérogène aux échelles les plus basses.

Le deuxième (et dernier) chapitre du manuscrit est finalement consacré à l'étude de l'influence des paramètres morphologiques et matériaux appartenant à différentes échelles sur le comportement en traction exprimé par le pli de composite UD. Pour ce faire, l'approche développée précédemment est appliquée à des méthodes d'analyse de sensibilité. Les simulations effectuées lors de l'estimation des indices de sensibilité nous permettent également d'obtenir une enveloppe de comportement en traction, représentative du comportement variable du pli.



# APPROCHE STOCHASTIQUE MULTI-ÉCHELLE POUR L'ÉTUDE DU COMPORTEMENT NON-LINÉAIRE DES COMPOSITES À FIBRES VÉGÉTALES

## Sommaire

---

|            |                                                                                               |            |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>5.1</b> | <b>Introduction</b>                                                                           | <b>129</b> |
| <b>5.2</b> | <b>Choix de la méthode</b>                                                                    | <b>131</b> |
| 5.2.1      | Transition d'échelle dans les matériaux hétérogènes : généralités sur les méthodes existantes | 131        |
| 5.2.2      | Structure d'un composite UD biosourcé et ses particularités                                   | 133        |
| 5.2.3      | Approche multi-échelle stochastique                                                           | 134        |
| <b>5.3</b> | <b>Implémentation de l'approche stochastique multi-échelle</b>                                | <b>137</b> |
| 5.3.1      | Généralités                                                                                   | 137        |
| 5.3.2      | Description des étapes                                                                        | 139        |
| 5.3.3      | Modèle EF et conditions aux limites                                                           | 143        |
| <b>5.4</b> | <b>Application et validation de l'outil</b>                                                   | <b>144</b> |
| 5.4.1      | Objectifs et paramètres d'intérêt                                                             | 144        |
| 5.4.2      | Caractérisation <i>a posteriori</i> des microstructures générées                              | 145        |
| 5.4.3      | Simulation de l'essai de traction : comparaison avec la littérature                           | 149        |
| 5.4.4      | Enveloppes de comportement obtenues                                                           | 149        |
| <b>5.5</b> | <b>Bilan</b>                                                                                  | <b>150</b> |

---

## 5.1 INTRODUCTION

Comme mentionné dans la section introductive du Chapitre 4, dans la littérature plusieurs études sont consacrées à l'estimation de l'influence des paramètres ultra-



structuraux sur la réponse mécanique des fibres végétales.

Concernant le passage renfort végétal-pli composite, les études proposées se concentrent généralement sur le lien morphologie/dispersion de fibres dans la matrice et propriétés des composites [Bourmaud 13a, Coroller 13, Rask 12]. Bourmaud et al. [Bourmaud 13a] ont montré, par exemple, que la présence de faisceaux de fibres conduit à des propriétés à rupture du composite plus faibles que pour un composite réalisé avec des fibres parfaitement individualisées à cause de la génération de zones d'endommagement privilégiées autour des fibres non individualisées. Dans ce même sens vont aussi les conclusions de Coroller et al. [Coroller 13] qui suggèrent que la clé pour la fabrication d'un composite biosourcé performant demeure dans l'individualisation des fibres constituant le renfort unidirectionnel.

D'autres auteurs se sont intéressés à l'évaluation de l'influence du procédé de fabrication et des traitements subis par les fibres sur les propriétés mécaniques des composites résultants [Doumbia 15, Kabir 12, Bourmaud 10, Cantero 03, Abdul Khalil 00, Ho 12]. Doumbia et al. [Doumbia 15] ont étudié l'impact du procédé de moulage par injection sur la morphologie des fibres et sur les propriétés en traction des composites PP/lin à fibres courtes. Ils montrent que la fabrication de composites biosourcés performants passe par un procédé de fabrication qui assure une bonne individualisation des fibres et la préservation des bonnes propriétés mécaniques de la paroi des fibres. Malgré les avancées de la recherche dans le domaine des composites à renfort végétal, témoignées par la richesse de la littérature, aucune des études proposées considère le transfert ou la propagation de comportement et de propriétés à partir de l'ultrastructure des fibres jusqu'au pli : autrement dit, **les effets éventuels des composants de la paroi des fibres sur le comportement mécanique du pli sont inconnus à ce jour**. Le manque de connaissance sur ce sujet est sûrement dû à la difficulté de mise en place d'une étude balayant trois échelles matérielles en même temps. Outre les difficultés liées à la manipulation du renfort végétal, fragile par nature, sa variabilité et la complexité du comportement intrinsèque font que les approches expérimentales s'avèrent extrêmement complexes à mettre en œuvre, notamment pour rendre compte de la variabilité. Et c'est ici que l'approche numérique révèle, encore une fois, tout son intérêt.

La modélisation de la transition d'échelle dans les matériaux hétérogènes est un domaine de recherche en plein développement, surtout depuis la démocratisation de l'utilisation des matériaux composites dans les principaux secteurs industriels. Le but ici n'étant pas de passer en revue les différents types d'approche, nous ne donnerons que des généralités très succinctes sur les méthodes basées EF proposées dans la littérature. En particulier, nous verrons en quoi les stratégies existantes s'adaptent mal au cas de composites à fibres végétales.

Ce chapitre est donc dédié à la **mise en place d'une approche numérique multi-échelle stochastique, capable de prendre en compte la variabilité des paramètres matériaux et morphologiques à partir de l'échelle des composants de la paroi végétale jusqu'à celle du pli UD**. L'implémentation de l'approche proposée sera ensuite effectuée via le développement d'un outil dédié. Ce dernier verra ses performances illustrées à travers une première application pour évaluer

l'influence des seules caractéristiques morphologiques des fibres sur le comportement du pli.

Ce chapitre s'articule en trois sections principales :

- La première partie est dédiée à un état de l'art succinct des principales méthodes existantes, permettant d'évaluer la transition d'échelle dans les matériaux hétérogènes. Nous verrons également les raisons pour lesquelles ces méthodes s'adaptent mal aux composites renforcés par fibres végétales et nous proposerons une nouvelle approche ;
- dans la deuxième partie, l'implémentation de l'approche dans un outil de calcul est décrite ;
- finalement, la dernière section de ce chapitre sera dédiée à l'application de l'approche pour évaluer l'influence des caractéristiques morphologiques des fibres sur la réponse en traction du pli de composite UD.

## 5.2 CHOIX DE LA MÉTHODE

### 5.2.1 TRANSITION D'ÉCHELLE DANS LES MATÉRIAUX HÉTÉROGÈNES : GÉNÉRALITÉS SUR LES MÉTHODES EXISTANTES

Les matériaux hétérogènes se caractérisent par le fait que leur comportement est étroitement lié aux phénomènes physiques se passant aux échelles inférieures. Ces phénomènes sont, à leur tour, une conséquence directe du comportement intrinsèque des composants ainsi que des caractéristiques microstructurales. De façon générale, nous pouvons identifier trois échelles matérielles :

- L'échelle des **hétérogénéités**, ou **micro-échelle** ;
- L'échelle d'une portion de matière contenant un nombre suffisant d'hétérogénéités pour qu'elle soit représentative du matériau, la **méso-échelle**. Cette portion est généralement nommée **VE (Volume Élémentaire)** ;
- L'échelle de la **structure**, ou **macro-échelle**.

L'étude d'un matériau composé de différentes phases passe souvent par une homogénéisation : déduire ses propriétés apparentes à partir de celles de ses constituants et des interphases, ainsi que de leur arrangement géométrique. Les caractéristiques qui, généralement, conditionnent l'approche à choisir sont le type de comportement mécanique (linéaire ou non-linéaire), l'arrangement et la géométrie des constituants (microstructure périodique ou aléatoire).

Dans le domaine élastique linéaire, les propriétés des matériaux composites peuvent être calculées analytiquement, que ce soit pour un matériau à structure périodique ou aléatoire. Les méthodes analytiques, appliquées aux structures périodiques et dont le comportement est de type linéaire, incluent, par exemple, la loi des mélanges. Dans le cas de **microstructures aléatoires**, les **propriétés du composite ne**

**peuvent pas être calculées de façon déterministe.** Dans ce cas, elle sont comprises entre des bornes calculées analytiquement. Une revue claire et exhaustive des estimateurs analytiques ou semi-analytiques de ces bornes est proposée par Bornert et al. [Bornert 01a].

Le cas non-linéaire est, sans surprise, plus délicat. Bornert et al. [Bornert 01b] proposent encore une fois une revue des méthodes analytiques et semi-analytiques adaptées aux matériaux hétérogènes à comportement non-linéaire. Malgré la richesse des méthodes analytiques pour l'estimation de bornes dans les cas de comportements inélastiques, elles demeurent limitées par des hypothèses simplificatrices très restrictives qui les rendent insuffisantes dans les cas de matériaux non-linéaires avec microstructures complexes et soumises à des chargements macroscopiques quelconques [Kanouté 09]. L'approche numérique devient alors indispensable, quelle que soit le type de microstructure.

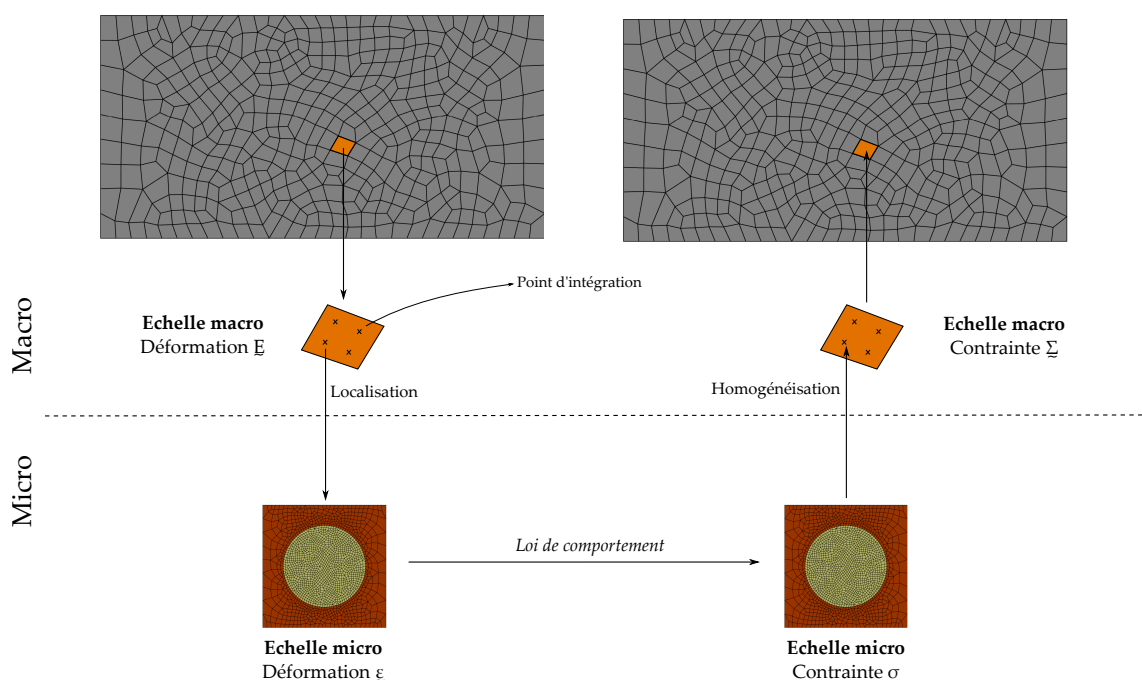


FIGURE 5.1 – Schéma du principe de la méthode  $EF^2$ .

Au cours des dernières années, dans le cadre du calcul de structures, plusieurs **méthodes liant de façon directe les échelles micro-macro** ont été développées [Wei Nan 04]. Ces approches estiment la relation contrainte-déformation en un point de la structure macroscopique en effectuant des calculs séparés sur le VE, attribué à ce même point [Ghosh 11, Feyel 00, Smit 98]. Dans la plupart des méthodes liant directement les échelles micro-macro, le calcul sur le VE est effectué par éléments finis. C'est notamment le cas de la méthode dite des **Éléments Finis imbriqués, également appelée Éléments Finis au carré ( $EF^2$ )**. Cette méthode a été proposée pour la première fois par Renard et Marmonier [Renard 87] et ensuite généralisée et implémentée dans un code EF commercial par Feyel [Feyel 00].

L'approche consiste essentiellement à assigner à chaque point d'intégration du maillage de la structure macroscopique un VE unique. Dans un calcul EF classique, une fois la structure sollicitée, la loi de comportement est intégrée à chaque point de Gauss, afin de pouvoir assembler la matrice de rigidité et déterminer la réponse de la structure. Dans le cas d'un calcul  $EF^2$ , on s'affranchit de la loi de comportement à l'échelle macro : à la place de l'intégration aux points de Gauss, l' $EF^2$  prévoit un calcul EF sur le VE assigné à chaque point. Le transfert d'information entre les deux échelles se fait comme montré en Figure 5.1. **Cette méthode reste applicable quelque soit la loi de comportement et la complexité de la microstructure. Toutefois, le temps de calcul et les difficultés de stockage des résultats, peuvent limiter l'utilisation des  $EF^2$ .**

Comme nous verrons dans les sections qui suivent, bien qu'à première vue les méthodes de type  $EF^2$  semblent bien s'adapter au cas des composites à fibres végétales (comportement inélastiques et complexité/variabilité de la microstructure), dans la pratique ce type d'approche n'est applicable à ce jour que moyennant un investissement et des développements numériques considérables.

### 5.2.2 STRUCTURE D'UN COMPOSITE UD BIOSOURCÉ ET SES PARTICULARITÉS

Pour comprendre les raisons pour lesquelles les méthodes numériques multi-échelle existantes se révèlent inadaptées dans le cas des composites renforcés par des fibres végétales, il faut d'abord analyser la structure interne d'un tel matériau. La Figure 5.2 montre une image au microscope d'une coupe transversale d'un composite UD renforcé par fibres de lin. Il est constitué de "torons" de fibres élémentaires individualisées ou organisées sous-forme de faisceaux. Dans les faisceaux, les fibres forment des agrégats liés par une interphase (lamelle mitoyenne) riche en pectine (polymère amorphe). Nous retrouvons également en tant que constituants la matrice dans laquelle les torons sont imprégnés et les interfaces fibres-matrice. Les porosités sont également présentes, sous-forme de vides cellulaires (les *lumens*) ou bien dans la matrice [Madsen 09]. Chacun de ces constituants joue un rôle dans le comportement du composite résultant.

D'un point de vue géométrique, nous avons vu, dans le Chapitre 3, que **les fibres sont caractérisées par une morphologie complexe et extrêmement variable de l'une à l'autre. Leur distribution dans la matrice n'est pas uniforme** : l'hétérogénéité et la non uniformité des fibres confèrent au composite une structure non périodique à cette échelle.

La **première difficulté** rencontrée dans la mise en place d'une approche multi-échelle résulte dans **la définition d'un VE qui soit en même temps représentatif des hétérogénéités et du comportement de la structure globale à l'échelle supérieure.**

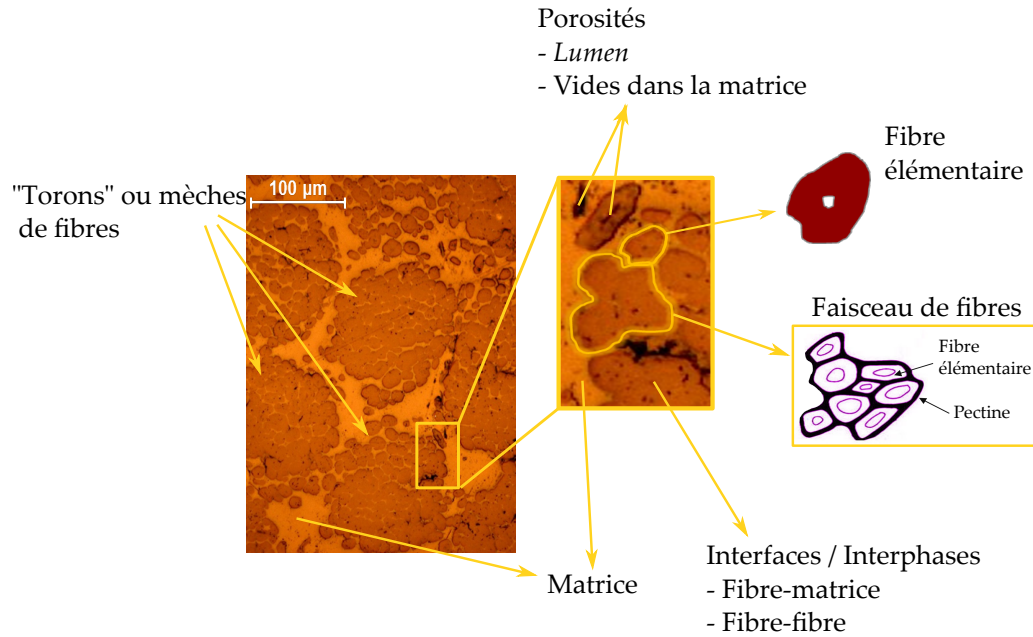


FIGURE 5.2 – Coupe transversale de pli de composite UD à fibres de lin : les constituants du matériau.

### 5.2.3 APPROCHE MULTI-ÉCHELLE STOCHASTIQUE

Nous avons vu que les méthodes multi-échelle classiquement utilisées dans la littérature prévoient la définition d'un volume élémentaire qui soit représentatif du comportement exprimé à l'échelle macro. Dans la littérature, plusieurs définitions de volume élémentaire (VE) existent [Gitman 07]. Néanmoins, elles indiquent toutes que **le VE devrait contenir suffisamment d'informations sur la micro-structure et être en même temps suffisamment petit par rapport aux dimensions structurales à l'échelle macroscopique**. Le VE est très clairement défini dans deux situations uniquement : (i) cellule unitaire dans une micro-structure périodique, et (ii) volume contenant un ensemble très large (mathématiquement infini) d'éléments à la micro-échelle (par ex. les grains), possédant des propriétés statistiquement homogènes et ergodiques<sup>†</sup> [Ostoja-Starzewski 02].

Dans le cas des composites petrosourcés, la définition d'un VE, ou d'une cellule unitaire représentative, est généralement triviale. La géométrie de fibres homogène et leur distribution périodique permettent d'assimiler aisément une fibre enrobée de matrice à un VE (ou plus précisément à une cellule unitaire, cf Figure 5.3a). Si la disposition des inclusions dans la matrice n'est pas périodique, le volume doit être statistiquement représentatif, et donc choisi de façon à représenter également la dispersion de fibres dans la matrice [Wang 16, Wongsto 05] (Figure 5.3b).

<sup>†</sup>. Se dit, pour un processus aléatoire stationnaire, d'une hypothèse selon laquelle les caractéristiques statistiques, déduites des valeurs moyennes calculées à partir des valeurs à un même instant d'un grand nombre de réalisations différentes du processus considéré, coïncident avec celles qui sont déduites des valeurs successives dans le temps d'une quelconque de ces réalisations. (Source

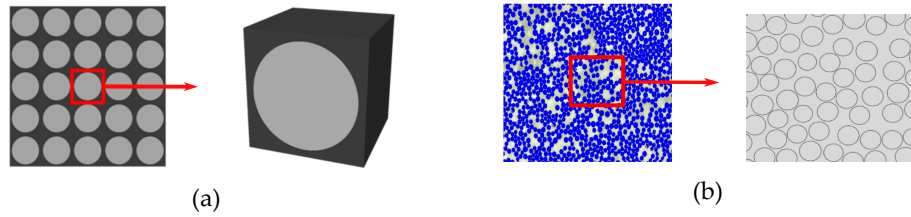


FIGURE 5.3 – Schématisation de la microstructure de deux composites petrosourcés. (a) Structure périodique et cellule unitaire représentative. (b) Structure aléatoire et volume élémentaire statistiquement représentatif.

Dans la Section 5.2.2 nous avons vu que dans le cas des composites UD à fibres végétales la géométrie des fibres est non uniforme et hétérogène et la distribution des fibres dans la matrice n'est pas périodique. Cependant, une pseudo-périodicité existe entre l'échelle microscopique (fibres élémentaires, faisceaux, porosités...) et mésoscopique (pli) (Figure 5.4). **Au sein du pli, le toron de fibres enrobées dans la matrice peut être considéré comme une cellule unitaire périodique. Il est important de remarquer que la structure même du toron est fortement hétérogène : chaque fibre le constituant a sa propre morphologie et ses propres propriétés mécaniques, différentes par rapport à celles des autres fibres au sein du même toron. Par ailleurs, au sein du pli de composite, les torons sont également différents les uns des autres. Étant donné la variabilité inter torons, la définition d'un VE qui soit représentatif du comportement du pli de composite renforcé par fibres végétales s'avère délicate : un seul toron ne peut pas être considéré comme représentatif du pli dans sa globalité. Pour assurer la représentativité, la définition du toron en tant que VE doit être couplée à une méthodologie capable de prendre en compte la variabilité qui le caractérise. Nous proposons donc une approche multi-échelle stochastique couplant la définition d'un VE paramétrable (aspect multi-échelle) à la prise en compte des variabilités morphologiques et matérielles intra et inter torons (aspect stochastique).**

Comme mentionné auparavant, plusieurs auteurs ont montré que l'individualisation des fibres améliore les performances du composite fabriqué [Bourmaud 13a, Coroller 13, Rask 12]. Les développements concernant les procédés de fabrication ont donc pour but de maîtriser et limiter la présence de faisceaux de fibres à l'intérieur des plis. Nous avons donc choisi, en premier abord, d'aller également dans cette direction et de négliger la présence de faisceaux. **Le toron est donc modélisé comme un ensemble de fibres parfaitement individualisées imprégnées et disposées aléatoirement dans la matrice.** Par souci de simplification, les porosités considérées ne sont que celles dues aux *lumens*. Une géométrie simplifiée du VE est également choisie. Il est représenté par un volume à section hexagonale contenant un nombre suffisant de fibres pour que la fraction volumique fibres/matrice observée

---

Larousse)

expérimentalement soit respectée. Suite aux résultats montrés dans le Chapitre 3, la morphologie complexe des fibres est ici simplifiée et celles-ci sont modélisées comme des tubes à section circulaire (ou elliptique) à paroi épaisse. Une représentation du passage du toron imprégné réel au VE est montré en Figure 5.4.

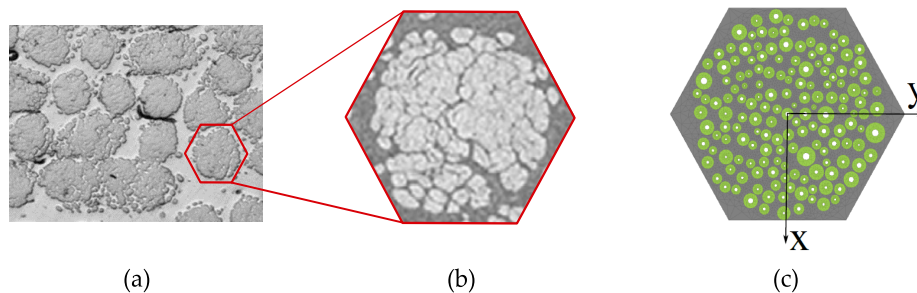


FIGURE 5.4 – Coupe transversale de pli de composite UD à fibres de lin (a), toron de fibres isolé (b) et section transversale du modèle géométrique de VE (c).

Une fois le VE défini, il nous reste à mettre en place une méthodologie permettant d'étudier la propagation du comportement de l'échelle de l'ultrastructure de la paroi végétale à celle du pli, en prenant en compte la variabilité des paramètres à toutes les échelles. Comme mentionné en Section 5.2.1, l'approche très élégante sur laquelle la méthode  $EF^2$  s'appuie semble parfaitement adaptée. Comme mentionné, la méthode  $EF^2$  peut être appliquée mais son utilisation est très fortement pénalisée par le coût en temps de calcul qu'elle implique [Feyel 98].

Dans la méthode  $EF^2$  la liaison micro-macro est assurée par un calcul EF effectué sur le VE à l'échelle micro, et ce à chaque point d'intégration de la structure à l'échelle macroscopique. Dans les applications courantes de cette méthode, la cellule élémentaire demande généralement des temps de calcul très limités, ce qui rend l'approche viable, bien que nécessitant souvent un recours à une parallélisation massive du calcul. Dans notre cas l'échelle "micro", autrement dit **la plus petite portion de matière qui peut être considérée comme périodique au sein du pli, est le toron** imprégné. Celui-ci est composé d'environ une centaine de fibres : le temps nécessaire pour une analyse EF d'un tel VE rend l'application des  $EF^2$  impraticable. En considérant, par exemple, un modèle macro comportant 4000 points d'intégrations (environ 500 éléments hexaédriques à 8 points de Gauss) et un temps moyen d'une heure pour le calcul à l'échelle du VE, cela demanderait entre 5 et 6 mois de calculs en continu.

**L'idée est donc de s'appuyer sur la définition du toron imprégné en tant que VE et de prendre en compte la variabilité microstructurale, intra et inter toron, à travers la définition des paramètres morphologiques et matériaux à partir de leurs lois de distribution.** Le principe est d'évaluer l'influence des paramètres matériaux et morphologiques à l'échelle nano et micro sur le comportement du pli via une succession de simulations (déterministes) de modèles de VE dont le paramétrage est issu d'un tirage aléatoire des variables, exprimées par



leur distribution de probabilité. Le résultat sera une enveloppe des réponses que le VE du pli de composite peut exprimer en fonction des propriétés de ses constituants : la forme et l'étendue de cette surface de réponse seront donc directement liées à la microstructure et à ses variabilités matérielles et morphologiques. Cette **surface de réponse**, constituée des courbes contrainte-déformation exprimées par les différents VE, sera donc **représentative du comportement variable du pli**. Une représentation de l'approche ici proposée est montrée en Figure 5.5.

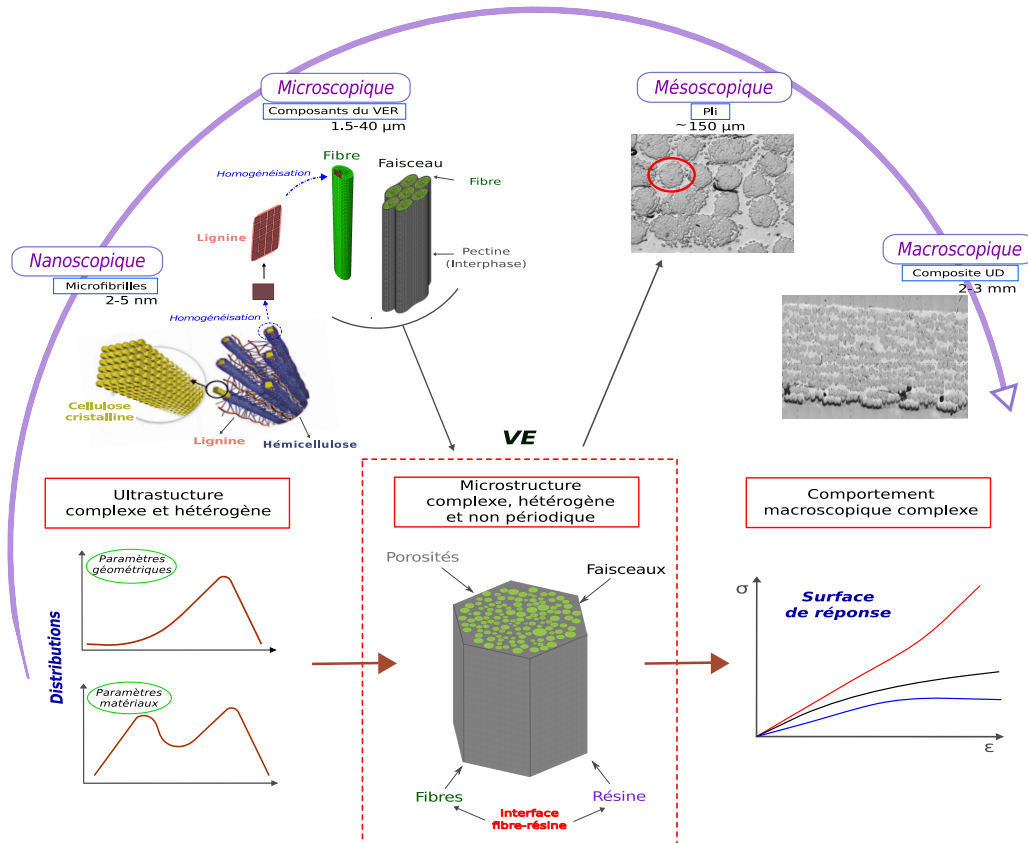


FIGURE 5.5 – Schéma de la démarche multi-échelle stochastique. Le modèle de VE permet l'évaluation de l'impact des incertitudes géométriques et matérielles aux niveaux nano et microscopique sur le comportement en traction aux échelles supérieures (mésos et macroscopique).

## 5.3 IMPLÉMENTATION DE L'APPROCHE STOCHASTIQUE MULTI-ÉCHELLE

### 5.3.1 GÉNÉRALITÉS

Le volet stochastique de l'approche proposée s'exprime sous la forme d'un calcul déterministe itératif. Cela nécessite le développement d'un outil dédié, capable de



gérer de façon automatique le déroulement de l'analyse. Une difficulté majeure liée à la méthodologie est celle due à la prise en compte de la variabilité morphologique de la microstructure des torons. Par conséquent, à chaque simulation, une nouvelle géométrie doit être automatiquement générée en fonction des paramètres morphologiques tirés aléatoirement. La méthodologie choisie requiert donc que pour chaque itération trois actions principales se succèdent :

- Tirage des paramètres : à ce stade les valeurs des variables dont on veut estimer l'effet sur le comportement du VE sont choisies au hasard, ou selon un plan d'expérience préétabli, dans leur espace de probabilité d'apparition.
- Génération du modèle de VE : à partir des paramètres issus de l'étape précédente, le modèle EF de la microstructure du VE est généré.
- Simulation et post-traitement.

L'outil envisagé doit donc être capable de gérer ces tâches de façon automatique. Pour ce faire nous utilisons la même démarche de création du modèle et de la mise en données automatique des paramètres de la simulation présentée au Chapitre 2, adaptée dans ce cas à la génération de modèles multi-composantes tels que les torons de fibres.

#### 5.3.1.1 DIGRESSION SUR LA MISE EN DONNÉES DU VE

Avant de décrire en détails l'outil développé, il nous semble important de faire un point sur la mise en données du modèle de VE. Comme nous l'avons vu, le choix pour la définition du VE est porté sur le toron, constitué d'environ une centaine de fibres. Chaque fibre représente une réalisation unique, issue d'un tirage aléatoire des paramètres matériaux et morphologiques à partir de leur loi de distribution. **Chaque modèle de VE est donc l'expression d'un nombre compris entre 50 et 120 tirages de paramètres matériaux et morphologiques** : autrement dit, chaque volume peut être considéré comme une **représentation de taille finie des distributions de paramètres qui le caractérisent**. Cela se traduit par le fait que le paramétrage du VE doit, en réalité, être effectué en deux stades :

- Premier stade : unique pour chaque VE, cette phase est consacrée au tirage des paramètres (moyennes et écarts types) des distributions qui seront ensuite utilisées dans la deuxième étape
- Deuxième stade : tirage fibre par fibre des paramètres matériaux et morphologiques, effectué à partir des distributions dont les moyennes et écarts types ont été déterminés lors de la phase précédente.

La stratégie de paramétrage est schématisée en Figure 5.6 à travers une application aux rayons extérieurs des fibres. Ici, trois VEs sont générés, chacun affecté par sa propre distribution de rayons de fibres. Au stade I, les moyennes et les écarts-types de ces trois distributions sont tirés aléatoirement, issus de mesures expérimentales. Pour simplifier, les trois moyennes sont contraintes à être égales à  $0.009\text{ mm}$ . Au deuxième stade, pour chaque VE, les rayons extérieurs des fibres sont à leur tour tirés aléatoirement à partir d'une des trois distributions dont les paramètres ont été

définis lors de l'étape précédente. Les trois VEs obtenus seront donc constitués de fibres à dimensions variables et à moyenne égale (Figure 5.6). Plus de détails seront données dans le chapitre suivant.

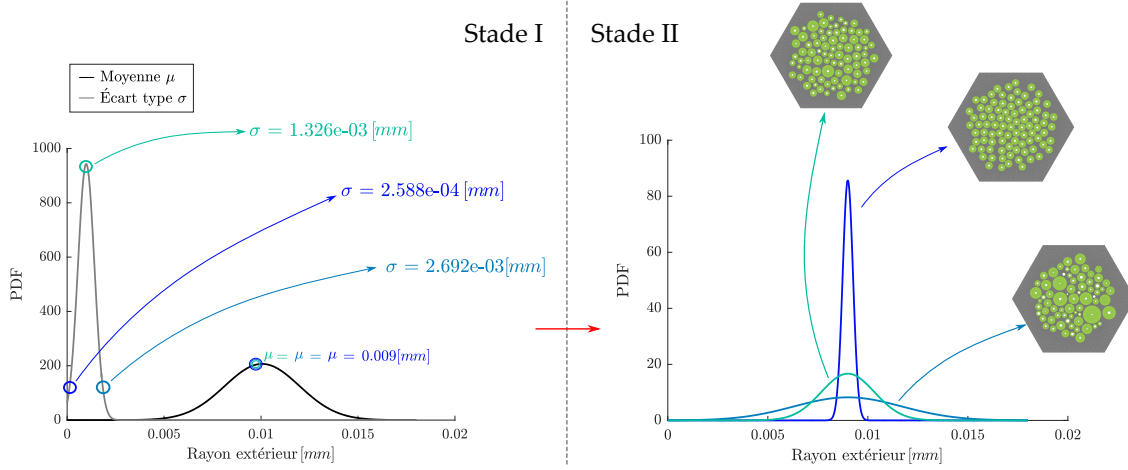


FIGURE 5.6 – Schématisation des deux stades de paramétrage du VE.

### 5.3.2 DESCRIPTION DES ÉTAPES

L'organigramme de l'outil développé est montré en Figure 5.7. Il se compose d'une étape de configuration et de trois étapes principales, chacune faisant appel à un ou plusieurs logiciels et langages. Un script *qsub* pilote les différentes étapes par ligne de commande, ainsi que les échanges entre les logiciels utilisés. Sauf si autrement spécifié, chaque tâche est accomplie dans un environnement Octave/Matlab®.

#### 5.3.2.1 CONFIGURATION

Dans cette phase, l'analyse est initialisée. C'est notamment ici que le type d'analyse, les variables et leurs distributions sont définis.

La définition du type d'analyse correspond au choix de la méthode utilisée : dans le cas d'une analyse de sensibilité par exemple, celle-ci peut être effectuée selon différentes approches. Le choix de la méthode détermine comment l'espace des paramètres d'intérêt va être exploré, autrement dit le type et la taille du plan d'expérience, *i.e.* le nombre  $i_{max}$  de simulations à effectuer.

Concernant les paramètres, ceux-ci se divisent en paramètres (ou variables) *d'intérêt*, dont on veut estimer l'impact, et paramètres *fixés* à leurs valeurs nominales. Ces dernières incluent toutes les caractéristiques qui ne changeront pas d'une simulation à l'autre. À chaque variable d'intérêt, un type de loi de distribution est affectée.

Une fois la méthode, les variables et leurs distributions définies, le plan d'expérience est créé et l'analyse débute.

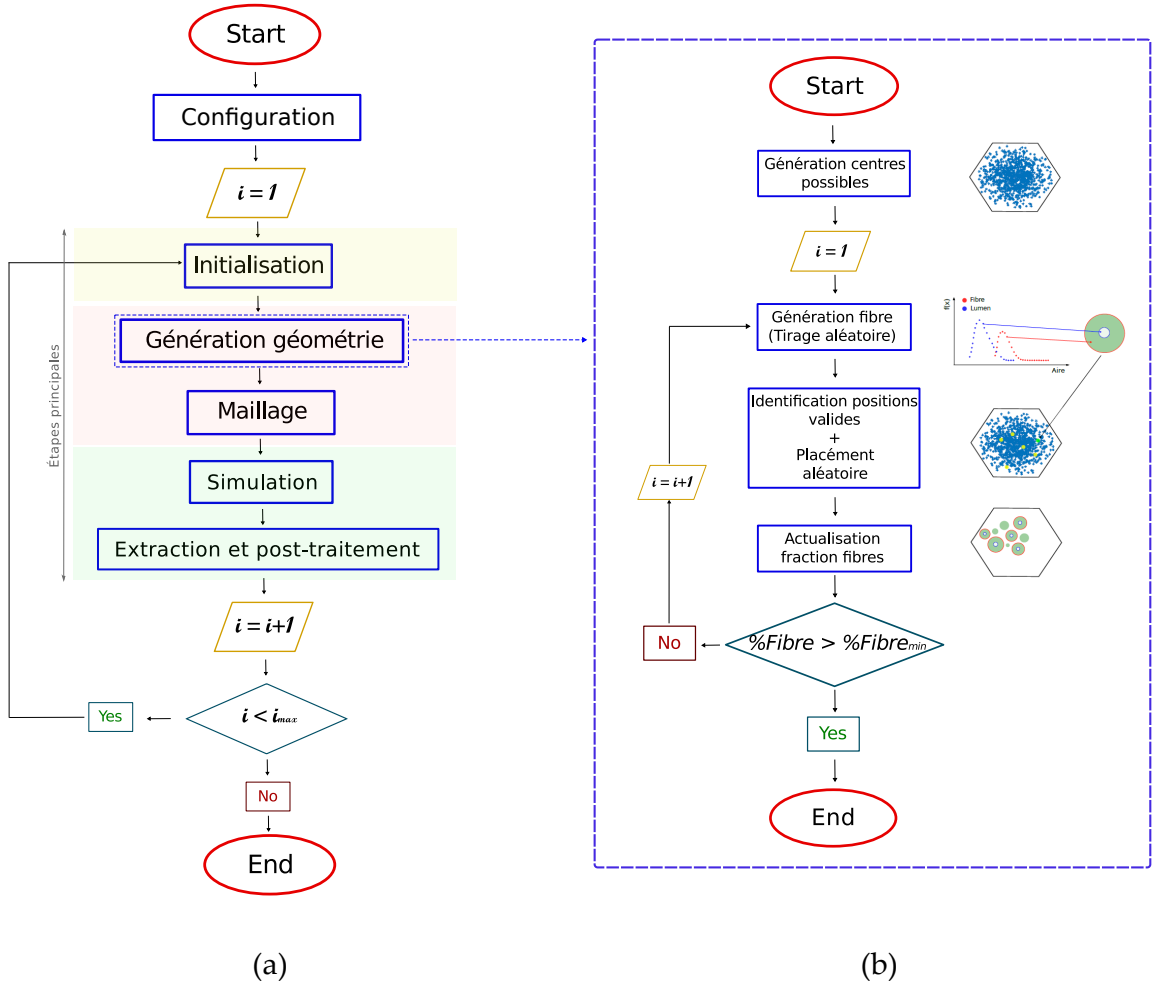


FIGURE 5.7 – Organigramme des phases de l'analyse (a) et détail de l'algorithme pour la génération des fibres (b).

### 5.3.2.2 ÉTAPE 1 : INITIALISATION

Première des trois étapes principales, l'étape d'initialisation correspond essentiellement au stade I de la mise en données du VE : cela revient à définir les moyennes et les écarts types des distributions qui caractérisent le  $i^{\text{ème}}$  modèle déterministe de l'analyse. Les paramètres définissant les distributions peuvent être issus d'un tirage parfaitement aléatoire (type Monte Carlo) ou bien correspondre à un point d'un plan d'expérience établi précédemment.

### 5.3.2.3 ÉTAPE 2 : GÉNÉRATION DE LA MICROSTRUCTURE DU VE ET MAILLAGE

Le but de cette étape est de générer la microstructure du VE dans le plan  $(x,y)$ . Cela consiste essentiellement à générer les sections des fibres et les positionner dans l'espace compris à l'intérieur du contour hexagonal du VE. Le but est de placer automatiquement un nombre suffisant de fibres non superposées pour que la proportion fibre/matrice requise soit respectée. Cela revient à la résolution

d'un problème d'empilement compact de sphères (de cercles et ellipses dans notre cas). Abordé pour la première fois en 1611 par Kepler et actualisé par Torquato et al. [Torquato 00], les problèmes d'empilement compact demeurent un passage obligé dans les applications modernes de composites à fraction volumique d'inclusions élevée, notamment dans les cas de dispositions aléatoires dans la matrice [Stapleton 16, Rui Melro 11, Wongsto 05]. Plusieurs travaux proposés dans la littérature sont consacrés au développement d'algorithmes dédiés à la génération de telles microstructures. Les approches les plus courantes se divisent en deux grandes familles :

- **Approches type SGM** (*Sequential Generation Model*) : c'est le cas des stratégies qui prévoient la génération de la microstructure aléatoire par ajout des inclusions une par une [Feng 03, Talbot 91].
- **Approches type CRM** (*Collective Rearrangement Models*) : ces approches consistent à modifier la position des inclusions dans une microstructure préexistante à empilement régulier de façon à augmenter la fraction volumique et/ou à rendre l'arrangement des inclusions aléatoire [Miranda 15, Rui Melro 11, Wongsto 05, Jodrey 85].

Ces approches se révèlent très efficaces, notamment dans le cas de fibres à section circulaire. Cependant elles sont souvent gourmandes en temps de calcul. Nous proposons une approche plus simple, qui peut être considérée comme faisant partie des méthodes SGM. L'algorithme développé et utilisé dans le cadre de cette thèse, dont l'organigramme est affiché en Figure 5.7b, se compose de trois étapes :

- **Génération des positions des centres de fibres possibles** : cette phase initiale consiste à placer un nombre élevé de points dans la section du VE. Ces points représentent les positions possibles des centres des fibres qui constituent le toron. Les coordonnées de ces points sont créées aléatoirement pour chaque simulation effectuée de façon à garder le caractère aléatoire de la distribution spatiale des fibres.
- **Tirage aléatoire des fibres, une par une** : cette étape permet de définir les paramètres morphologiques des fibres qui composent le VE. Chaque tirage  $i$  correspond donc à une seule fibre.
- **Positionnement des fibres** : cette étape de l'algorithme permet de placer le centre de la fibre générée à l'étape précédente dans la section du VE de façon à éviter la superposition de deux ou plusieurs fibres. L'algorithme identifie les points parmi ceux générés précédemment qui permettent de positionner la  $i$ -ème fibre sans entraîner des chevauchements. La fibre générée est ensuite centrée de façon purement aléatoire sur une des positions possibles identifiées, ou bien sur celle plus proche du centre de l'hexagone. La fraction de fibres est donc actualisée. Un test est effectué à chaque itération, jusqu'à ce que la fraction surfacique de fibres requise soit vérifiée.

Une fois la section du VE complètement constituée, l'étape de maillage permet de discrétiser la géométrie 2D et de générer les nœuds et les connectivités neces-

saires à l'analyse par éléments finis. Le maillage est généré en combinant la routine Octave/Matlab<sup>®</sup> déjà utilisée pour le maillage des fibres seules et le logiciel libre GMSH [Geuzaine 09], pour le maillage de la zone résine et d'une fine couche à l'interface fibres-matrice notamment. En sortie de l'*Etape 1*, la géométrie 2D de la section créée est importée dans GMSH, qui crée le contour hexagonal de la section du VE et qui effectue un maillage surfacique. Ce maillage est ensuite extrudé dans la direction  $z$  de façon à obtenir la géométrie 3D du VE. La longueur d'extrusion est paramétrable. Cependant, nous limitons cette hauteur à  $200\ \mu m$  dans toutes les études effectuées. L'extrusion de la section 2D du VE permet également de prendre en compte les discontinuités éventuelles des fibres au sein du VE, comme montré dans la Figure 5.8. En effet, lors de l'extrusion de la section maillée des fibres, il est possible de paramétrer la présence de zones de discontinuité des fibres en supprimant des éléments. Ces zones de "vides" sont ensuite remplacées par des éléments affectés à la matrice.

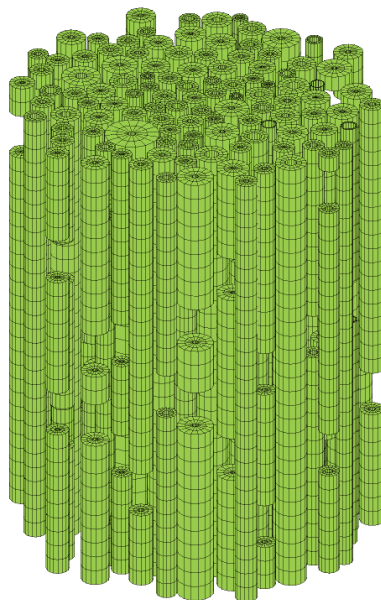


FIGURE 5.8 – Modélisation des discontinuités au sein du VE.

#### 5.3.2.4 ÉTAPE 3 : SIMULATION ET POST-TRAITEMENT

Une fois le modèle créé, l'essai de traction sur le VE est simulé à l'aide du code EF Abaqus<sup>®</sup>. Les niveaux de déformation atteints pendant les simulations sont faibles et les calculs sont effectués selon un schéma implicite à l'aide d'une machine bi-processeur quad-core avec 36 GB de RAM.

À l'issue de chaque simulation, un script *python* est exécuté pour l'extraction automatique des résultats. Une fois les données obtenues, une routine Octave/Matlab<sup>®</sup> est dédiée au post-traitement et au stockage des données. Le temps de calcul pour chaque tirage et simulation par éléments finis s'élève à 2 heures maximum.

### 5.3.3 MODÈLE EF ET CONDITIONS AUX LIMITES

Des éléments solides de type cubique à 8 nœuds sont utilisés pour modéliser le VE. Le maillage est complètement paramétrable. Les conditions aux limites à imposer sont choisies de façon à respecter la périodicité du VE. Elles sont donc appliquées comme montrée en Figure 5.9 selon l'équation 5.1 :

$$\forall P \in S_i, \quad \vec{u}(P) \cdot \vec{n}_i = 0 \quad \text{avec } i = [1, 6] \quad (5.1)$$

Les simulations de l'essai de traction sont effectuées en imposant un déplacement nodal à tous les nœuds qui appartiennent à la surface supérieure du volume. L'amplitude du déplacement est choisie de façon à imposer une vitesse de déformation comparable à celle appliquée expérimentalement dans les essais de traction quasi-statique, i.e.  $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ .

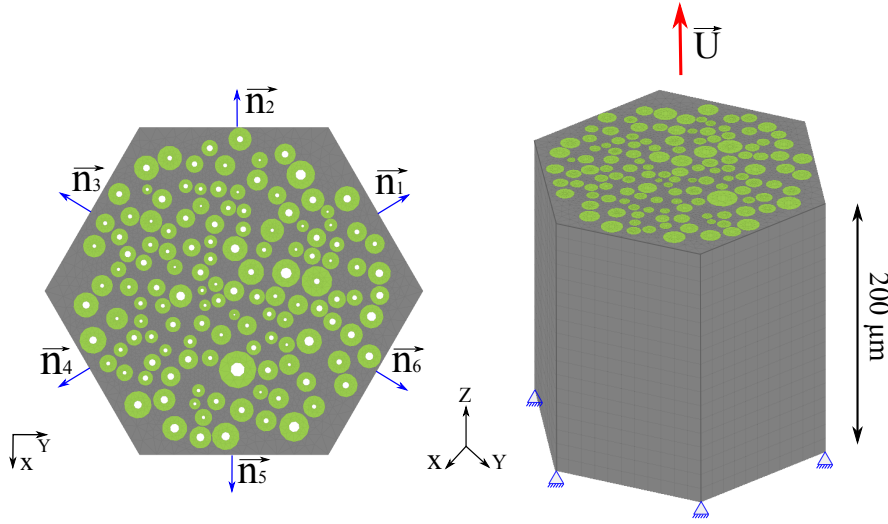


FIGURE 5.9 – Conditions aux limites appliquées aux VEs pour simuler l'essai de traction.

Les résultats sont obtenus en termes de comportement global. Comme dans le cas des fibres seules, la déformation globale est calculée comme rapport entre le déplacement appliqué et la hauteur initiale du VE. Le niveau de déformation globale maximum simulé est égal à 2%. La surface inférieure est encastree pour empêcher les mouvements de corps rigide. La contrainte globale est obtenue comme rapport entre la somme des réactions aux déplacements nodaux imposés et la surface du VE. Cette surface est calculée en prenant en compte les porosités (*lumens*) et on néglige les variations de surface qui peuvent avoir lieu pendant l'essai de traction.

## 5.4 APPLICATION ET VALIDATION DE L'OUTIL

### 5.4.1 OBJECTIFS ET PARAMÈTRES D'INTÉRÊT

Dans cette section nous présentons une première application de la méthodologie et de l'outil développé dans le cas de VEs constitués de fibres de chanvre enrobées dans une résine époxy. L'**objectif** de cette première étude est double. En premier lieu, nous cherchons à **valider la capacité de l'outil à générer des microstructures qui respectent les distributions des paramètres d'entrée données, ainsi que l'aspect aléatoire de la disposition des fibres dans la matrice**. Concernant le premier aspect l'intérêt est porté en particulier sur deux paramètres morphologiques dont nous fixons les distributions au stade I du paramétrage : la surface des fibres et des *lumens*. L'arrangement spatial des fibres est également un critère d'évaluation de l'efficacité de l'outil, étant donné le caractère aléatoire de la disposition des fibres dans les torons.

Dans un second temps, nous observerons l'enveloppe de comportements obtenue pour pouvoir déterminer la dispersion des résultats due à la méthodologie de paramétrage utilisée : comme nous avons expliqué auparavant, chaque VE est issu d'un nombre fini de tirages aléatoires à partir des lois de distribution. Cela a pour conséquence que, même si caractérisés par des distributions de départ parfaitement égales, les volumes générés ne seront jamais identiques. Le but est donc de **comprendre si des VEs différents mais issus des mêmes distributions expriment un comportement simulé équivalent**.

Pour ce faire, un certain nombre de paramètres d'entrée est fixé. Il s'agit de :

- Forme des fibres (circulaire) ;
- Fibres continues ;
- Positionnement aléatoire des fibres ;
- Maillage ;
- Lois de comportement des constituants.

En ce qui concerne les aspects morphologiques, la microstructure de chaque VE est issue des mêmes distributions de probabilité pour la surface des fibres et celle des *lumens*.

Un autre aspect important qui n'a pas encore été mentionné est celui qui concerne la fraction volumique de fibres. Celle-ci est directement liée à la géométrie de fibres et à leur disposition dans la matrice. Dans cette application la fraction volumique est définie comme étant une variable libre : autrement dit, nous fixons un pourcentage minimum de fibres, mais à partir de ce niveau, l'outil est laissé libre de placer autant de fibres que possible. Cela nous permettra de tracer une surface de réponse qui sera à la fois fonction de la fraction volumique obtenue et des distributions de probabilité des paramètres morphologiques.

#### 5.4.1.1 LOIS DE COMPORTEMENT

Pour cette étude, la loi de comportement viscoélastique anisotrope utilisée pour modéliser le comportement de la paroi des fibres dans le Chapitre 3 est affectée à toutes les parois des fibres. Les paramètres élastiques et viscoélastiques utilisés sont résumés en Table 3.2. Pour ce qui concerne la matrice en résine époxy, son comportement est considéré comme purement élastique, avec  $E = 4$  GPa et  $\nu = 0.34$ . L'interface fibre-matrice, modélisée comme une couche de matière au comportement élastique également, exprime, pour cette application, le même comportement que la résine.

#### 5.4.2 CARACTÉRISATION *a posteriori* DES MICROSTRUCTURES GÉNÉRÉES

##### 5.4.2.1 GÉOMÉTRIE

Une succession de 100 simulations est effectuée pour évaluer l'efficacité de l'outil à générer les microstructures demandées. Pour ce faire, les diamètres des fibres et des *lumens* sont tirés aléatoirement à partir des distributions de probabilité des mesures des aires obtenues expérimentalement sur fibres de chanvre.

TABLE 5.1 – Paramètres des lois de probabilités estimées sur les mesures des surfaces de fibres et *lumens* de chanvre. Écart sur les paramètres des lois de distributions estimées sur les VE générés par rapport à celle expérimentales.

|                                           | Aire fibre | Aire <i>lumen</i> |
|-------------------------------------------|------------|-------------------|
| Loi de probabilité                        | Lognormale | Lognormale        |
| $\mu$                                     | 6.9365     | 4.3371            |
| $\sigma$                                  | 0.4734     | 0.8304            |
| Erreur maximum des distributions générées |            |                   |
| Err( $\mu$ )                              | 0.121%     | 0.332%            |
| Err( $\sigma$ )                           | 0.072%     | 0.008 %           |

Le paramétrage au stade I est donc figé pour les 100 VEs modélisés. La Table 5.1 résume les paramètres des lois de probabilité estimées à partir de mesures expérimentales, ainsi que l'écart maximal obtenu entre les moyennes et écarts types expérimentaux et ceux des distributions qui résultent de la génération des VEs. Les distributions de probabilité des surfaces des fibres et des *lumens* générés par l'outil sont en accord avec celles issues de l'observation expérimentale, avec une erreur maximale commise par l'outil de 0.332% sur la moyenne des *lumens*.

L'efficacité de l'outil à générer les microstructures demandées est aussi visible en Figure 5.10. Ici trois VERs choisis au hasard parmi les 100 générés et ayant la même fraction volumique de fibres ( $V_f = 38\%$ ) sont comparés. D'un point de vue géométrique, les Figures 5.10 a et b montrent une comparaison entre les distributions



expérimentales de surface de fibres et de *lumens* données en entrée à l'outil et celles obtenues des tirages aléatoires effectués pour générer les microstructures des trois volumes observés. La méthode de génération du VE est donc capable de reproduire efficacement et de façon automatisée des volumes élémentaires dont les caractéristiques géométriques sont conformes aux distributions requises dans l'étape de mise en données.

Concernant le comportement en traction des VEs, les Figures 5.10 c et d montrent les courbes contrainte-déformation (dans la direction des fibres) et module tangent apparent-déformation obtenues à partir des simulations de l'essai de traction. Les trois volumes, équivalents du point de vue des distributions des paramètres géométriques, expriment des comportements quasi identiques : la forme de la non-linéarité est la même dans les trois cas, avec une légère différence, observable notamment sur les courbes de rigidité apparente. Cette variabilité est probablement due au fait que, bien que générés à partir des mêmes lois de distribution des paramètres, les trois VEs ne sont pas parfaitement identiques. Cela peut expliquer la fluctuation observée, qui demeure néanmoins négligeable.

Il est donc possible d'en déduire que **pour des distributions de paramètres d'entrées égales correspondent bien des volumes élémentaires équivalents du point de vue du comportement exprimé.**

#### 5.4.2.2 DISTRIBUTION SPATIALE

Comme nous avons vu dans la Section 5.2.2, les fibres sont disposées de façon aléatoire dans les torons. En outre, les VEs sont constitués de fibres parfaitement individualisées, i.e. sans formation localisée d'agrégats. Il est donc nécessaire de vérifier que les VEs générés respectent ces deux caractéristiques. Pour évaluer l'arrangement spatial des fibres et la présence éventuelle d'agrégats nous utilisons deux **descripteurs géométriques** couramment utilisés dans la modélisation et l'évaluation de motifs de points parfaitement aléatoires : la **fonction de Ripley**  $\kappa(\mathbf{r})$  [Ripley 81] et la **fonction de corrélation des paires**  $g(\mathbf{r})$  [Illian 08].

La fonction  $\kappa(r)$  est utilisée pour comparer le motif de points observé avec un motif de points engendrés par un processus connu, par exemple un processus de Poisson (aléatoire) homogène. C'est la distribution cumulative des fréquences d'observation à une distance donnée  $r$  point par point, ou à l'intérieur d'une classe de distances [Dixon 06]. Cette distribution est calculée via l'équation 5.2 :

$$\kappa(r) = \frac{A}{N^2} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\delta_{ij}(d_{ij} < r)}{r \cdot N} \quad (5.2)$$

Où  $N$  est le nombre total de points à l'intérieur du VE,  $A$  représente la surface de la section hexagonale du VE et  $\delta_{ij}$  est une fonction indicatrice qui prend la valeur de 1 si la condition est vraie, 0 sinon. Ici, la condition est que la distance euclidienne  $d_{ij}$  entre les points  $i$  et  $j$  soit  $\leq r$ . Dans le cas de motif parfaitement aléatoire, la fonction de Ripley est simplement définie comme  $\kappa_{CSR}(r) = \pi r^2$  (CSR, *Completely Spatial Randomness*). L'allure de  $\kappa(r)$  obtenue doit donc être comparée avec celle

obtenue dans le cas d'un motif parfaitement aléatoire  $\kappa_{CSR}(r)$ . Dans notre cas les points du motif correspondent aux centres des fibres qui constituent le VE.

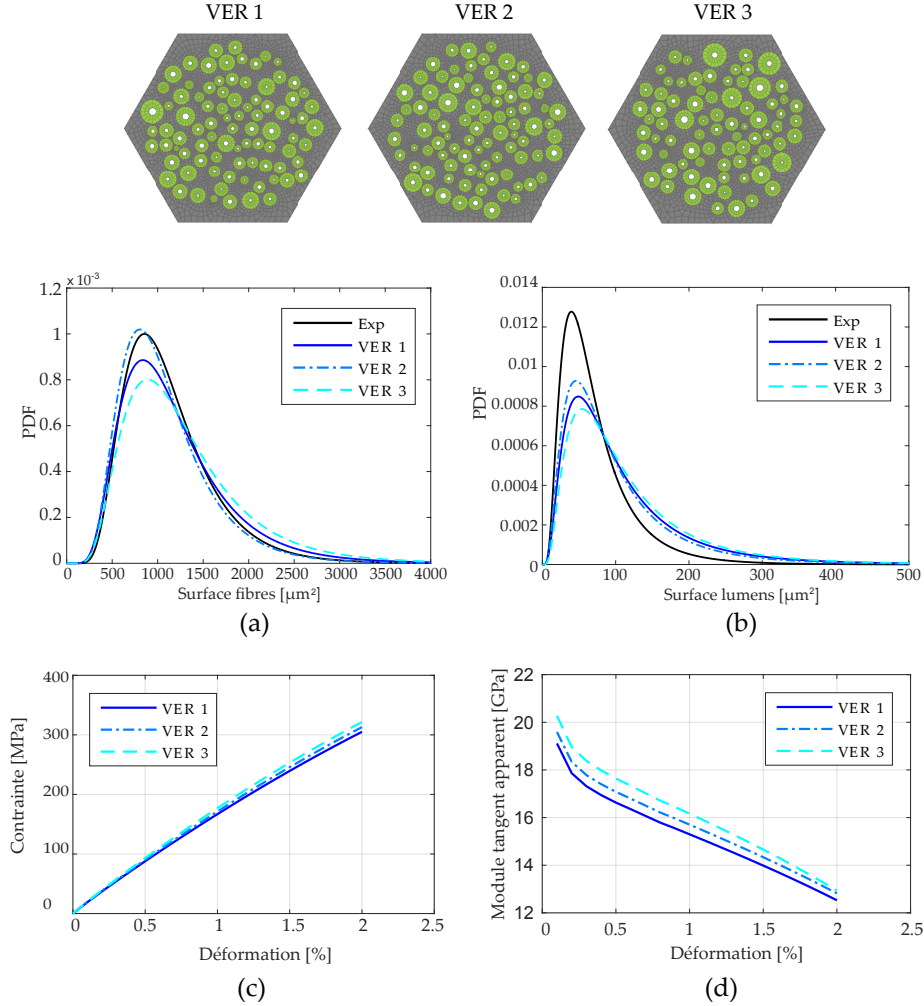


FIGURE 5.10 – Validation *à posteriori* de la géométrie des VEs. Distributions des paramètres géométriques obtenues (a-b) et comparaison des comportements exprimés (c-d) par trois VEs équivalent.

La Figure 5.11a montre les fonctions de Ripley obtenues pour les trois VEs en Figure 5.10 en fonction de la distance  $r$  normalisée par rapport à la longueur caractéristique du VE ( $100 \mu\text{m}$ ), en comparaison avec celle issue d'un arrangement parfaitement aléatoire.

Les résultats montrent que les fonctions estimées à partir des microstructures des VEs s'écartent légèrement de celle issue d'un processus aléatoire, notamment à partir d'une distance normalisée égale à 0.1. Les microstructures générées ne semblent donc pas être parfaitement aléatoires. Cependant, ce résultat est quelque part attendu : l'évaluation du caractère aléatoire d'une distribution de points ne prend pas en compte le fait que tous les points correspondent à des fibres de différentes tailles qui sont contraintes à ne pas se chevaucher. Cela peut donc représenter un biais pour

l'interprétation de ces courbes. Néanmoins, de telles fonctions de Ripley dont les allures ressemblent à celle du cas CSR, montrent que si les microstructures générées ne peuvent pas être considérées comme parfaitement aléatoires, elles ne peuvent pas non plus être assimilées à des distributions régulières.

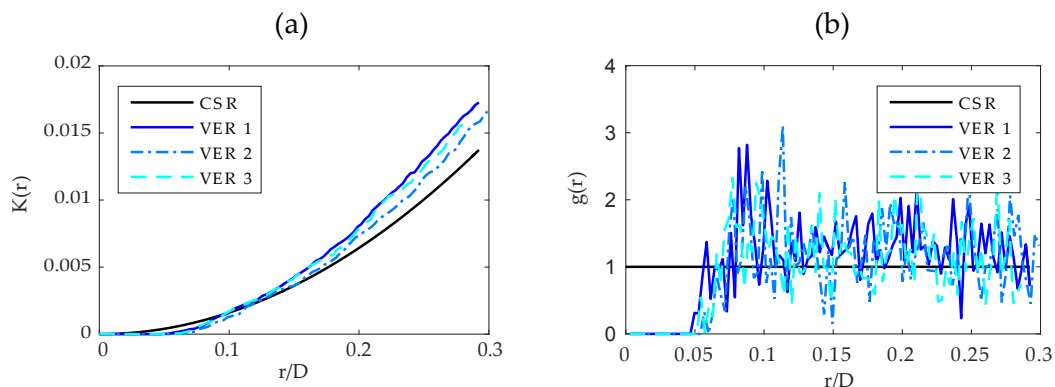


FIGURE 5.11 – Validation *à posteriori* de l'arrangement aléatoire de fibres. Fonctions de Ripley (a) et de distribution radiale (b) obtenues pour les VEs de Figure 5.10.

La même conclusion peut être donnée pour ce qui concerne l'estimation de la fonction de corrélation des paires (*pair correlation function*). La fonction de distribution de paires  $g(r)$  décrit la probabilité de trouver un point dans une région circulaire infinitésimale de rayon  $dr$  autour d'un point quelconque du motif. La fonction  $g(r)$  est particulièrement utile pour détecter la présence d'agrégats (ou *clusters*) de points localisés à certains endroits du motif. L'estimation de la fonction  $g(r)$  peut se faire à partir de  $\kappa(r)$  via l'équation 5.3 :

$$g(r) = \frac{1}{2\pi r} \frac{d\kappa(r)}{dr} \quad (5.3)$$

Bien que corrélées,  $\kappa(r)$  et  $g(r)$  ont deux significations physiques complètement différentes : la fonction de Ripley peut distinguer deux différents motifs et détecter les régularités éventuelles, alors que  $g(r)$  décrit l'intensité d'occurrence des distances entre les points. Les allures des fonctions  $g(r)$  obtenues pour les trois VEs sont comparées à celle caractéristique de l'arrangement aléatoire en Figure 5.11 d. Étant donné que  $g(r)$  est essentiellement la dérivée de  $\kappa(r)$ , comme les points considérés sont des centres de fibres, la dérivée de  $\kappa(r)$  est surestimée pour les valeurs inférieures de  $r$  dans les trois cas. Pour cette raison, les trois courbes montrent des pics pour des petites valeurs de  $r$ . Néanmoins, les trois fonctions  $g(r)$  obtenues tendent vers une asymptote lorsque le rapport  $r$  augmente : cela confirme l'absence d'agrégats de fibres au sein des VEs.

### 5.4.3 SIMULATION DE L'ESSAI DE TRACTION : COMPARAISON AVEC LA LITTÉRATURE

La Figure 5.12 montre une courbe contrainte-déformation obtenue en traction par simulation numérique sur un VE contenant une centaine de fibres élémentaires imprégnées dans la résine époxy. La microstructure générée conduit à une fraction volumique de fibres de 38%. Dans cette figure, quelques courbes expérimentales extraites de la littérature sont également tracées. Elles concernent des composites UD lin/époxy [Poilâne 14] et jute-polyester [Shah 12]. Ce premier résultat montre que **les niveaux de contraintes obtenus avec le modèle de VE utilisé ici sont comparables à ceux observés expérimentalement pour des matériaux similaires**. La forme de la courbe est également proche de celle observée expérimentalement pour ces PFCs. Néanmoins, il est possible de remarquer que **le point d'inflexion observé expérimentalement juste avant 0.6% de déformation n'est néanmoins pas reproduit par simulation numérique** (Figure 5.12). L'origine de cette non-linéarité observée expérimentalement est vraisemblablement due à des mécanismes physiques non pris en compte dans notre modèle, tels que des phénomènes dissipatifs (endommagement et/ou plasticité) pouvant se produire au sein de ce type de composite, en particulier aux interfaces fibre-matrice.

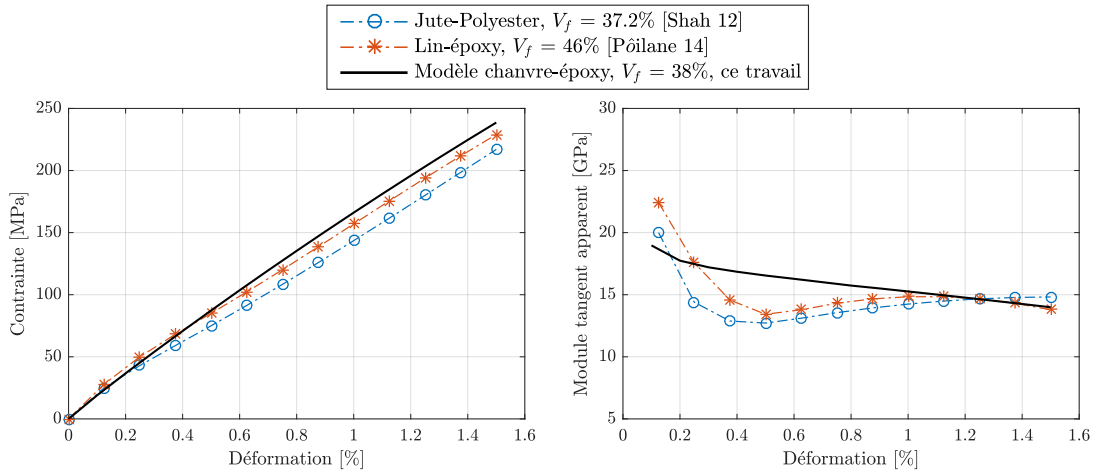


FIGURE 5.12 – Comparaison des allures du comportement en traction (contrainte-déformation et module tangent apparent déformation) de différents composites UD à fibres végétales proposées dans la littérature à partir d'essais et de simulations effectuées à partir du volume représentatif d'un pli chanvre-époxy présenté dans cette étude.

### 5.4.4 ENVELOPPES DE COMPORTEMENT OBTENUES

Les résultats des simulations obtenues pour les 100 VEs testés sont présentés en Figure 5.13. L'enveloppe des réponses obtenues montre que toutes les microstructures étudiées expriment le même type de comportement et de non-linéarité. Les fractions volumiques couvrent un intervalle compris entre 38% et 55% de fibres, avec une probabilité majeure de générer un VE constitué d'environ 45% de fibres. Le module

tangent apparent (Figure 5.13 b) diminue lorsque la déformation axiale augmente, et ce pour toutes les microstructures simulées indépendamment de la fraction volumique. Cette chute de rigidité a été observée expérimentalement (cf. Section 1.3.3) et nous avons vu qu'elle est caractéristique de ce type de composites. La dispersion de rigidité apparente observée semble davantage due à la quantité de fibres dans le VE, qu'à la géométrie de la microstructure.

**Il s'avère donc que les VEs ici considérés, générés à partir des mêmes distributions de paramètres morphologiques tels que la surface des fibres et des *lumens* expriment des comportements qui peuvent être considérés équivalents du point de vue du type de non-linéarité de la réponse en traction.** En outre, dans ce cas particulier de torons constitués de fibres à section circulaire et paramètres matériaux invariables, la fraction volumique semble avoir un effet linéaire sur le comportement en traction, comme déjà observé par Shah et al. [Shah 13a] et Madsen [Madsen 04] : **la quantité de fibres n'affecte pas la forme de la non-linéarité et elle n'a une répercussion que sur le niveau de rigidité apparente du VE.**

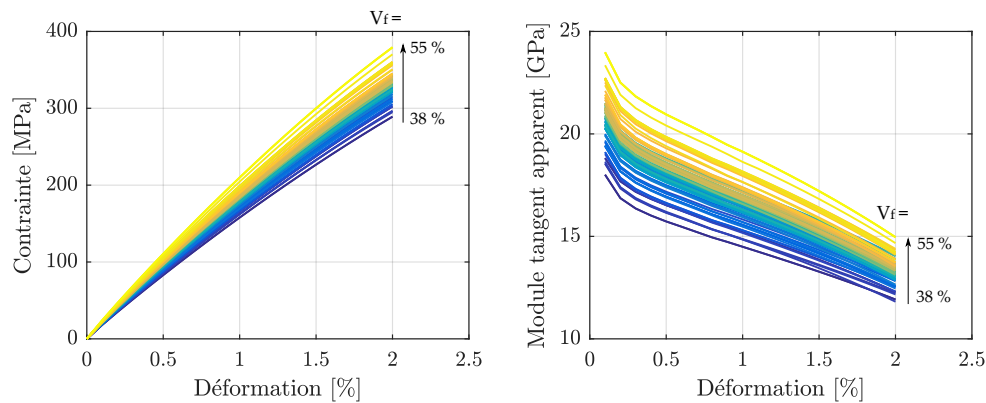


FIGURE 5.13 – Comportement en traction global de VE avec microstructures à dimensions de fibres variables. Réponses en traction et évolutions du module tangent apparent.

Ces résultats montrent également que, **lorsque les parois des fibres qui constituent le VE ont toutes le même comportement, la forme de la non-linéarité de comportement du pli reste la même.**

## 5.5 BILAN

Dans ce chapitre une méthodologie pour l'analyse du comportement mécanique des composites à fibres végétales basée sur une approche multi-échelle stochastique a été présentée.

L'aspect multi-échelle est lié au choix de représenter le pli de composite UD à travers un volume élémentaire (VE) constitué d'un toron de fibres enrobées dans une matrice époxy. Les fibres étant elles-mêmes des structures à caractère multi-échelle,

la méthodologie mise en place a pour but de balayer trois différentes échelles matérielles pour en évaluer la propagation de comportement et de propriétés mécaniques de la plus fine à la plus grande : l'ultrastructure et les constituants de la paroi (échelle nano), les fibres (échelle micro) et le pli UD (échelle méso). La nature stochastique de la méthode est déterminée par la définition du VE via les distributions de paramètres matériaux et morphologiques de sa microstructure et par la démarche de calcul développée, qui prévoit une succession de calculs déterministes, chacun issu d'un tirage aléatoire des propriétés caractérisant le volume. **Le couplage VE paramétré - distributions de probabilité des paramètres d'entrée (propriétés morphologiques et matérielles) permet d'obtenir en sortie une surface de réponse représentative du comportement du pli de composite biosourcé.** L'implémentation de la méthodologie est effectuée à travers le développement d'un outil dédié, capable d'itérer de façon automatique la génération de la géométrie de la microstructure, la simulation de l'essai de traction et le post-traitement.

Une première application de l'approche proposée a permis de valider la capacité de l'outil à générer des VEs dont la microstructure respecte les distributions de paramètres géométriques données et l'arrangement aléatoire des fibres. À travers cette étude nous avons pu également montrer que dans le cas de VEs constitués de fibres circulaires dont la dimension de la section varie d'une fibre à l'autre au sein du toron et dont les parois homogénéisées ont toutes les mêmes propriétés matérielles, la forme de la non-linéarité de comportement reste la même. Autrement dit, il a été prouvé que **les VEs créés à partir des mêmes lois de distribution des paramètres matériaux et morphologiques, bien que non identiques, sont équivalents du point de vue du comportement en traction longitudinal.** Concernant le comportement mécanique, il s'avère pareillement que la fraction volumique semble avoir un effet linéaire sur la rigidité apparente du pli, et elle n'affecte donc que le niveau de contrainte globale.

Il nous semble intéressant, à ce point, de comparer les courbes module tangent apparent-déformation obtenues à l'échelle des fibres et à l'échelle des VEs (Figure 5.14).

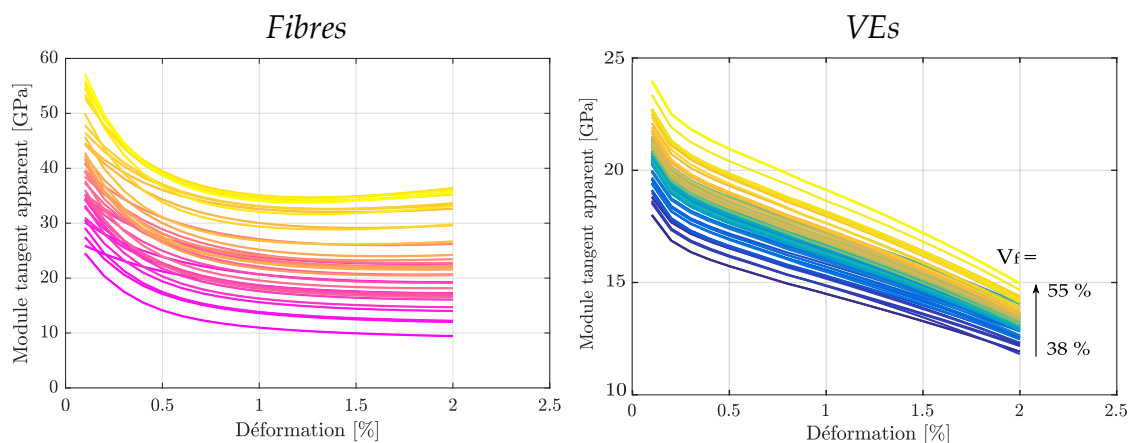


FIGURE 5.14 – Comparaison des courbes module tangent apparent-déformation obtenues à l'échelle des fibres et des VEs .

Il est possible de constater que **le passage d'une échelle à l'autre entraîne un changement dans les formes de non-linéarités exprimées**. Dans le cas des fibres, la chute initiale du module est suivie, pour certaines réponses observées, par une rigidification. En revanche, les VEs simulés ont une rigidité qui ne fait que décroître progressivement pendant la traction. Nous avons donc un premier aperçu de la propagation du comportement et des non-linéarités à travers les différentes échelles. Dans la Partie 1 du manuscrit nous avons constaté que la non-linéarité et la variabilité du comportement mécanique des fibres végétales résultent de la combinaison des paramètres matériaux et géométriques dont l'effet se propage à travers les différentes échelles matérielles. Afin d'évaluer comment cela se répercute sur le comportement du pli de composite, la stratégie présentée sera appliquée dans le chapitre suivant à l'analyse de l'influence des paramètres aux échelles nano, micro et méso sur le comportement en traction du pli de composite.

# ANALYSE DE LA SENSIBILITÉ DU COMPORTEMENT DU PLI DE COMPOSITE AUX PARAMÈTRES NANO, MICRO ET MÉSOSCOPIQUES

## Sommaire

---

|            |                                                                                                                           |            |
|------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>6.1</b> | <b>Introduction . . . . .</b>                                                                                             | <b>154</b> |
| <b>6.2</b> | <b>Stratégie adoptée . . . . .</b>                                                                                        | <b>155</b> |
| 6.2.1      | Génération aléatoire des microstructures . . . . .                                                                        | 155        |
| 6.2.2      | Échelles considérées . . . . .                                                                                            | 156        |
| 6.2.3      | Identification des paramètres influents : Morris par groupes                                                              | 159        |
| 6.2.4      | Analyse de sensibilité par développement des polynômes de<br>chaos . . . . .                                              | 160        |
| 6.2.5      | Sorties observées . . . . .                                                                                               | 165        |
| <b>6.3</b> | <b>Résultats du criblage par groupes . . . . .</b>                                                                        | <b>166</b> |
| 6.3.1      | Espace des paramètres . . . . .                                                                                           | 167        |
| 6.3.2      | <i>Step 1</i> : tri par par constituant et échelle d'appartenance                                                         | 168        |
| 6.3.3      | <i>Step 2</i> : moyennes <i>vs</i> variabilités . . . . .                                                                 | 170        |
| 6.3.4      | <i>Step 3</i> : <i>screening</i> sur les paramètres simples . . . . .                                                     | 171        |
| <b>6.4</b> | <b>Résultats de l'analyse de sensibilité basée sur le déve-<br/>loppement des polynômes de chaos . . . . .</b>            | <b>173</b> |
| 6.4.1      | Indices de sensibilité : module tangent apparent . . . . .                                                                | 174        |
| 6.4.2      | Indices de sensibilité : ratio $\eta$ . . . . .                                                                           | 177        |
| <b>6.5</b> | <b>Enveloppe de comportement et propriétés . . . . .</b>                                                                  | <b>179</b> |
| <b>6.6</b> | <b>Métamodèle pour l'analyse et la prédiction du compor-<br/>tement des composites biosourcés : quelques perspectives</b> | <b>182</b> |
| <b>6.7</b> | <b>Bilan . . . . .</b>                                                                                                    | <b>188</b> |

---



## 6.1 INTRODUCTION

Dans ce dernier chapitre, nous cherchons premièrement à estimer l'influence des paramètres morphologiques et matériaux appartenant aux différentes échelles sur le comportement en traction du pli de composite UD via l'application de l'approche stochastique multi-échelle décrite dans le chapitre précédent.

Dans la littérature il n'existe pas, à notre connaissance, une étude exhaustive dédiée à ces aspects. Il semble cependant légitime de supposer que le comportement non-linéaire de ces matériaux et sa variabilité sont directement liés à ceux des fibres. Le comportement des fibres et la dispersion de leurs propriétés sont, à leurs tours, une conséquence directe des caractéristiques des constituants de la paroi végétale.

L'idée dans cette partie est de faire appel, encore une fois, aux méthodes d'analyse de sensibilité pour estimer l'impact des paramètres matériaux et morphologiques sur le comportement du volume élémentaire, et donc du pli de composite UD.

Comme il a été souligné dans le Chapitre 4, la prise en compte de tous les paramètres, à partir de l'échelle des constituants de la paroi jusqu'à celle du VER, demande un nombre de calculs très élevé. Or, l'approche mise en place ici prévoit **un calcul EF pour chaque VE généré** : dans le chapitre précédent la validation de l'outil a nécessité un temps CPU compris entre 30 minutes et 2 heures pour chaque appel au modèle. Il est évident qu'**une application directe de l'analyse de sensibilité sur un problème de ce type s'avère inenvisageable**. Le choix s'oriente donc à nouveau vers une analyse structurée en deux étapes : une étape de criblage et une analyse de sensibilité globale proprement dite.

Comme il sera expliqué dans les prochaines sections, le nombre de paramètres pris en compte, en combinaison avec le temps de calcul pour chaque simulation, engendre l'utilisation de méthodes différentes par rapport à celle introduite dans le Chapitre 4. En particulier, le premier stade de criblage sera mené via une technique de **screening dit "par groupes"** : cela consiste essentiellement à considérer les paramètres non pas un par un, mais comme étant regroupés dans des familles de variables, de façon à estimer leur influence sur la sortie observée sur une base groupée.

Dans la deuxième étape les paramètres les plus influents issus du criblage feront l'objet d'une analyse de sensibilité "basée variance". Encore une fois, malgré le tri des variables, le temps de calcul ne permet pas l'application de techniques classiques d'analyse basée sur la décomposition de la variance. Pour l'estimation des indices, la stratégie choisie est une **analyse de sensibilité globale basée sur le développement dans une base polynomiale de la réponse du modèle**. Un post-traitement adapté des coefficients identifiés pour exprimer les sorties d'intérêt sur la base permet de calculer de façon analytique les indices de Sobol (cf. Annexe B), à travers un nombre de calculs déterministes nettement inférieur à celui demandé par des méthodes classiques d'analyse de sensibilité globale.

Les simulations effectuées pour estimer l'influence des paramètres nous permettent également de tracer une surface de réponse, constituée des courbes contrainte-déformation obtenues avec les différents VEs générés lors de l'analyse de sensibilité, représentative du comportement variable du pli de composite UD. Par ailleurs, la méthode de

développement de la réponse sur la base du chaos polynomial utilisée pour le calcul des indices de sensibilité permet également de construire un **métamodèle** du comportement en traction du VE. Ce métamodèle ouvre la voie à des nombreuses perspectives : il constitue un outil d'aide à la décision permettant de répondre à des questions liées à la distribution spatiale et l'homogénéité des caractéristiques morphologiques et des propriétés mécaniques des fibres, questions généralement soulevées lors de la transformation des fibres et de l'élaboration des renforts fibreux et de leurs composites. Certaines pistes d'application seront données en fin de chapitre, avec la présentation de résultats préliminaires concernant l'étude de l'étendue et de la non-linéarité des enveloppes de comportement que le pli peut exprimer en fonction des caractéristiques morphologiques et matérielles. Ces résultats nous montreront ainsi que l'utilisation du métamodèle peut s'avérer un outil intéressant dans la conception de microstructures des composites renforcés par fibres végétales.

## 6.2 STRATÉGIE ADOPTÉE

### 6.2.1 GÉNÉRATION ALÉATOIRE DES MICROSTRUCTURES

Dans la Section 5.3.1.1 la mise en données du VE a été décrite : la microstructure et ses propriétés matérielles sont issues des distributions de probabilité affectées aux paramètres morphologiques et matériaux. Autrement dit, chaque volume est généré à partir de la moyenne et l'écart-type des lois de probabilité de toutes les variables prises en compte. Ce sont donc ces **moyennes** et ces **écarts-types** les **paramètres d'intérêt de l'analyse de sensibilité** ici menée.

Le choix des intervalles de variation de ces paramètres de distribution est issu d'une synthèse des données disponibles dans la littérature. À titre d'exemple, la Table 6.1

TABLE 6.1 – Moyennes, écarts-types et intervalles relatifs au diamètre des fibres de lin. Données de la littérature.

| Référence      | Moyenne [ $\mu m$ ] | Écart-type [ $\mu m$ ] | Intervalle [ $\mu m$ ] |
|----------------|---------------------|------------------------|------------------------|
| [Rowell 00]    | 19                  | -                      | 5 - 38                 |
| [van Dam 03]   | -                   | -                      | 12 - 30                |
| [Bos 04]       | -                   | -                      | 5 - 35                 |
| [Grishanov 06] | 16.2 - 21.9         | 5 - 8                  | -                      |
| [Spārniņš 06]  | 16                  | -                      | 9 - 34                 |
| [Charlet 10]   | 19.3                | 5.5                    | 6 - 38                 |
| [Alcock 18]    | -                   | -                      | 10 - 20                |

montre un échantillon (très limité) de données de la littérature relatives à un seul paramètre morphologique, le diamètre des fibres de lin. Il est à noter que la **variabilité** des résultats de la littérature concerne non seulement les intervalles des valeurs observées, mais également les **moyennes** et les **écarts-types** des mesures expérimentales. Cet exemple montre une fois de plus comme, dans le cas de matériaux

biologiques tels que les fibres végétales, la définition de l'espace des paramètres n'est pas triviale. L'idée est donc de synthétiser les données de la littérature sous forme de deux lois de distribution : une relative aux moyennes et l'autre aux écarts-types proposés par les différents auteurs. Le schéma de la Figure 6.1 explique la démarche suivie, depuis la synthèse des données expérimentales issues de la littérature jusqu'à la mise en données du VE.

Les résultats des travaux de la littérature dédiés à la caractérisation de la morphologie et des propriétés matérielles d'intérêt pour cette étude sont ici utilisés pour faire une synthèse des données expérimentales disponibles sur les fibres et leurs constituants. Dans le schéma de la Figure 6.1, le paramètre concerné est le diamètre des fibres de lin. Dans un premier temps, les données relatives à la moyenne et à l'écart type des mesures des diamètres, obtenues par les différents auteurs, sont récoltées pour générer une base de référence. À partir de cette base, deux lois normales représentant la distribution des valeurs expérimentales sont identifiées, une pour les moyennes et une pour les écarts-types :  $\mathcal{N}_\mu(M_\mu, \Sigma_\mu)$  et  $\mathcal{N}_\sigma(M_\sigma, \Sigma_\sigma)$ . Le choix des lois de type normal est lié à la simplicité d'utilisation, surtout en vue de l'utilisation dans le cadre du chaos polynomial. À noter que ces distributions sont tronquées aux valeurs minimum et maximum de la moyenne et de l'écart-type fournies par la littérature, pour éviter que les lois théoriques conduisent à des valeurs non-comprises dans les gammes mesurées expérimentalement. Comme vu dans le chapitre précédent, à chaque simulation correspond la génération d'un VE. Or, à partir des distributions de probabilités  $\mathcal{N}_\mu(M_\mu, \Sigma_\mu)$  et  $\mathcal{N}_\sigma(M_\sigma, \Sigma_\sigma)$  issues de la synthèse des données de la littérature, à chaque nouvelle simulation un tirage aléatoire est effectué pour définir la moyenne  $\mu$  et l'écart-type  $\sigma$  de la loi définissant la distribution au sein du VE (et uniquement de ce VE) du paramètre concerné (dans l'exemple, le diamètre  $D$ ). Le tirage de  $\mu$  et de  $\sigma$ , qui représentent les paramètres d'intérêt de cette étude, correspond au Stade I de la mise en données du volume élémentaire décrite dans la Section 5.3.1.1. Finalement, la mise en données du volume est complétée par le Stade II, pendant lequel la microstructure est générée fibre par fibre, chacune issue d'un nouveau tirage effectué à partir de la distribution de probabilité à moyenne  $\mu$  et écart-type  $\sigma$ .

### 6.2.2 ÉCHELLES CONSIDÉRÉES

Chaque paramètre, matériau ou morphologique, pris en compte peut être considéré comme appartenant à une échelle matérielle précise, comme le montre la Figure 6.2 :

- **Échelle nano** (*constituants de la paroi végétale*) : les propriétés élastiques des constituants de la paroi végétale font partie de la plus petite échelle prise en compte. C'est à partir de ces paramètres que les propriétés élastiques de la paroi homogénéisée sont calculées, comme vu dans la Section 2.3.2.
- **Échelle micro** (*paroi végétale*) : à cette échelle sont affectés les paramètres caractérisant l'ultrastructure des fibres (l'AMF notamment), la proportion de

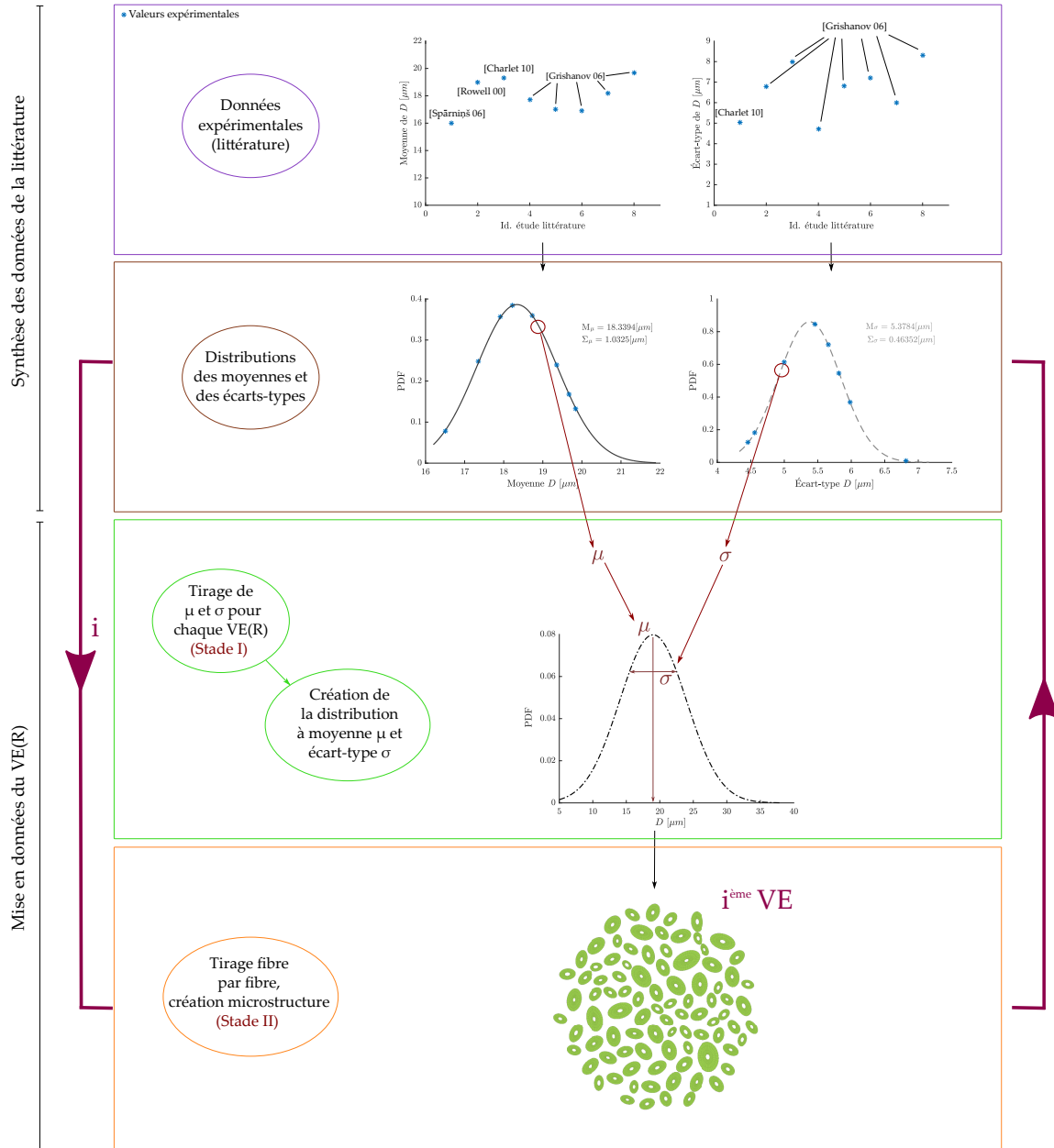


FIGURE 6.1 – Démarche suivie pour la définition des distributions des facteurs d'entrée et pour la mise en données des VEs.

cellulose et de cellulose cristalline constituant la paroi et les paramètres visco-élastiques<sup>†</sup>.

- **Échelle méso (VE)** : la géométrie des fibres, ainsi que les propriétés de la résine et de l'interphase (couche de matière à l'interface entre les fibres et la matrice), sont considérés comme appartenant à l'échelle du volume même. Ici la matrice, ainsi que l'interphase, sont considérées comme ayant une réponse purement élastique. Les discontinuités sont estimées comme pourcentage de fibres discontinues au sein du VE.

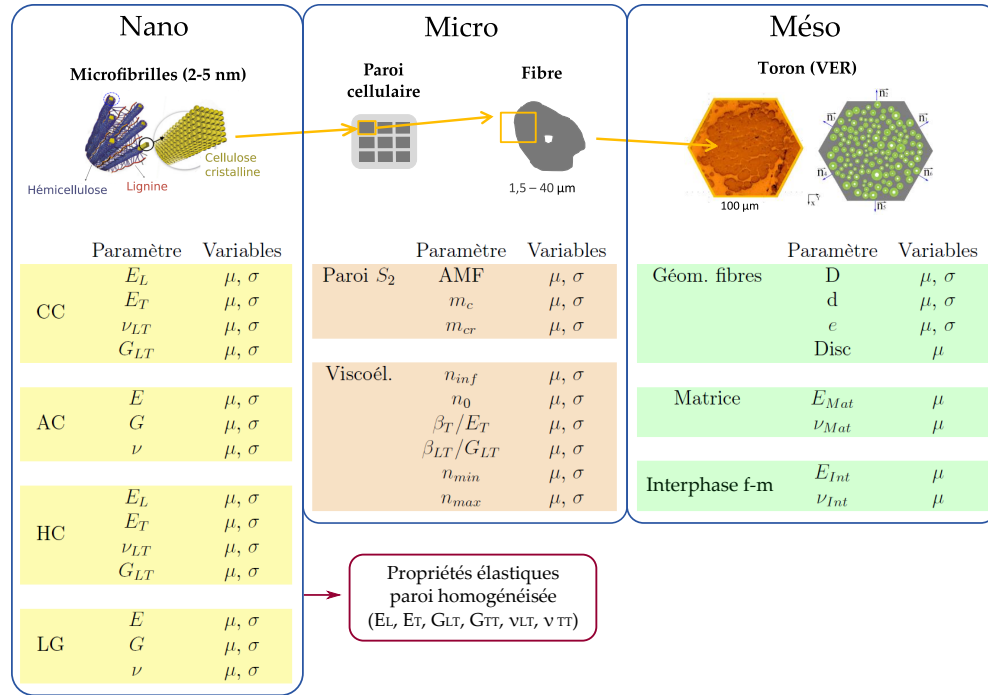


FIGURE 6.2 – Paramètres pris en compte, organisés par échelle d'appartenance.

Comme il est possible de le constater en observant la Figure 6.2, pour certains paramètres, la seule variable prise en compte est la moyenne  $\mu$ . C'est notamment le cas des discontinuités (Disc) et des paramètres élastiques de la matrice ( $E_{Mat}$  et  $\nu_{Mat}$ ) et de l'interphase ( $E_{Int}$  et  $\nu_{Int}$ ). En effet le choix du mot *moyenne* reflète dans le cas de ces paramètres un abus de langage, étant donné que les discontinuités et les propriétés élastiques de la matrice et des interfaces ne varient pas au sein du VE, et que nous considérons une valeur unique pour chaque volume généré.

**REMARQUE** : Les données de la littérature concernant le type de loi de distribution affectée à chaque paramètre morphologique ou matériau sont très limitées :

<sup>†</sup>. Les paramètres viscoélastiques sont considérés appartenant à l'échelle des fibres, bien qu'elles soient en effet liés aux constituants de la paroi. À ce jour, nous n'avons pas accès aux paramètres régissant la réponse viscoélastique des polymères constituant la paroi. Cependant, nous avons vu dans la Section 2.3.3 que des paramètres viscoélastiques ont pu être identifiés à l'échelle de la fibre. C'est pourquoi nous les considérons comme appartenant à l'échelle micro.

en effet, les études expérimentales se limitent souvent à ne mesurer que la moyenne et la variabilité des propriétés. Cependant, pour certains paramètres morphologiques tels que le diamètres de fibre et de *lumen*, la distribution théorique qui représente au mieux les mesures expérimentales est de type lognormal [François 15]. Donc, pour ce qui concerne ces paramètres, la moyenne et l'écart-type sont tirés aléatoirement au Stade I de la mise en données du VE, mais le Stade II est effectué à partir de distributions lognormales, de façon à respecter ce type de distribution au sein des torons. Dans les cas de type de distributions inconnues, nous utiliserons une loi normale classique dans le Stade II de la mise en données.

#### 6.2.2.1 CHOIX DE LA MÉTHODE

Le **nombre de paramètres** concernés (les moyennes  $\mu$  et les écarts-types  $\sigma$  des distributions de chaque paramètre matériau et morphologique au sein du VER) s'élève donc à **57**. Comme dans le cas de l'étude dédiée aux fibres élémentaires de lin et de chanvre du Chapitre 4, une telle quantité de variables rend l'application directe des méthodes classiques d'analyse de sensibilité "basées variance" inconcevable, d'autant plus que le temps de calcul pour chaque simulation varie entre 30 minutes et 2 heures. De plus, une étape de criblage classique, comme celle effectuée dans le Chapitre 4, demanderait également un temps de calcul très élevé. Imaginons par exemple effectuer une analyse de Morris en considérant les  $k = 57$  variables. En choisissant de procéder avec  $r = 15$  trajectoires, le nombre total de calculs s'élève à  $n = (k + 1) \times r = 870$ . En considérant un temps de calcul moyen égal à 1 heure pour chaque simulation, l'étape de criblage demanderait **36 jours**.

Pour cette raison, le choix pour l'étape de *screening* s'oriente vers une technique de **criblage par groupes** de paramètres, bien adaptée dans le cas de modèles à nombre élevé de facteurs d'entrées et gourmands en termes de temps de calcul, comme montré dans le schéma de la Figure 4.1 [de Rocquigny 08] dans le Chapitre 4. En effet, dans le cas du VE nous n'avons pas d'informations concernant l'impact des variables d'entrée sur la sortie observée. Nous sommes donc, tout comme dans le cas des fibres élémentaires, dans un des cas concernés par la branche droite du schéma. Le nombre de facteurs étant élevé, tout comme le temps de calcul requis à chaque appel au modèle, de Rocquigny et al. suggèrent d'appliquer le criblage par groupes. Le but est de pouvoir identifier un nombre limité de variables influentes à retenir pour le calcul des indices de sensibilité totaux et du 1<sup>er</sup> ordre.

#### 6.2.3 IDENTIFICATION DES PARAMÈTRES INFLUENTS : MORRIS PAR GROUPES

L'idée d'utiliser le criblage par groupes pour identifier les facteurs les plus influents sur la sortie d'un modèle a été développée par Watson [Watson 61]. L'intuition de Watson a été de **grouper les variables d'un problème et de considérer l'ensemble résultant comme un paramètre simple, pour ensuite effectuer un criblage uniquement sur ces groupes**. L'intérêt de la méthode est, évidemment, la réduction de la "taille" du problème et, par conséquent, du temps de calcul. Depuis ces travaux, plusieurs auteurs ont également contribué au développement du

criblage par groupes (une revue très riche et relativement récente de ces techniques est proposée par Morris [Morris 06]). Dans les travaux de thèse présentés ici, le choix s'oriente vers une technique, qui s'inspire du criblage au sens de Morris déjà décrit en Section 4.2.2.1. La différence est liée au choix de grouper les entrées de façon à estimer les indices de sensibilité relatifs à ces ensembles plutôt qu'aux facteurs simples, ce qui réduit sensiblement le nombre d'appels au modèle nécessaire. Nous considérons donc le modèle :

$$Y = f(X'_1, \dots, X'_M) \quad (6.1)$$

ou les  $X'_l$ ,  $l = 1 \dots M$  correspondent aux groupes de variables originelles  $X_i$ ,  $i = 1 \dots k$ . Chaque entrée  $X_i$  de départ est, ici encore, supposée varier entre  $p$  niveaux sélectionnés dans l'espace des variables, et les  $r$  trajectoires sont également construites. Le balayage de l'espace des entrées se fait en parcourant les  $r$  trajectoires. Pour chacune d'entre elles, un seul groupe à la fois est actif, ce qui veut dire que seules les variables le constituant varient. Les effets élémentaires sont calculés via l'équation 6.2 :

$$D_j^{(l)} = \frac{Y(X'_1, \dots, X'_{l-1}, X'_l(X_i + \delta_i, X_{i+1} + \delta_{i+1}, \dots, X_s + \delta_s), X'_{l+1}, \dots, X'_M) - Y(X'^*)}{\Delta} \quad (6.2)$$

avec  $\Delta = \sum_1^s \delta_i$ , où  $s$  correspond au nombre de facteurs simples constituant le groupe  $X'_l$  et  $\delta_i$  représente la variation appliquée à la  $i^{me}$  variable simple. Comme dans la Section 4.2.2.1,  $Y(X'^*)$  représente la sortie du modèle en début de trajectoire. Le calcul des indices de sensibilité  $\mu$  et  $\sigma$  (des effets élémentaires) se fait ensuite comme montré en Section 4.2.2.1.

#### 6.2.4 ANALYSE DE SENSIBILITÉ PAR DÉVELOPPEMENT DES POLYNÔMES DE CHAOS

Le temps nécessaire pour chaque simulation étant élevé, la réduction des variables à prendre en compte pour une analyse de sensibilité basée sur la décomposition de la variance s'avère encore insuffisante. Imaginons identifier lors de la dernière étape de criblage  $k = 5$  variables influentes, parmi les 57 de départ. Une analyse de Sobol étant inconcevable vu le temps CPU requis à chaque appel au modèle, l'application de la méthode FAST étendue, décrite en Section 4.2.2.2, avec les mêmes paramètres d'analyse (i.e.  $max_i(\omega_i) = 8$ ,  $M = 4$  et  $N_r = 5$ ) demanderait, selon les équations 4.14 et 4.15,  $W = 1625$  simulations pour obtenir les indices totaux et du 1<sup>er</sup> ordre, i.e. plus de **deux mois de calcul** en continu.

Une solution très intéressante pour calculer les indices de Sobol dans des délais relativement courts est fournie par Sudret et al. [Sudret 08]. La méthode proposée repose sur le développement de la réponse du modèle sur la base du chaos polynomial. Les auteurs montrent qu'à travers le post-traitement des coefficients des polynômes identifiés, il est possible de calculer analytiquement les indices de sensibilité introduits par Sobol, et ce avec un nombre de simulations limité [Berveiller 06].

Le développement en chaos polynomial se base sur la théorie du Chaos Homogène

introduite par Wiener [Wiener 38]. La méthode **PCE (Polynomial Chaos Expansion)** est une **méthode probabiliste** qui consiste à développer une fonction de carré sommable sur une base de polynômes deux à deux orthogonaux, tels que le polynômes d'Hermite ou Legendre, par exemple. Dans le domaine de la mécanique, cette méthode est à la base des **Éléments Finis Stochastiques Spectraux (SSFEM, Stochastic-Spectral Finite Element Method)** introduits par Ghanem et Spanos à cheval entre les années 80 [Ghanem 90]. Le but de la méthode SSFEM est la prise en compte des aléas sur les propriétés matérielles et/ou sur le chargement d'un modèle EF. Elle est basée sur la **représentation intrinsèque** de la réponse stochastique du modèle EF sur une base spécifique, *i.e.* le chaos polynomial : elle requiert en particulier le développement de la matrice de rigidité sur la base du chaos (approche intrusive). Cette approche nécessite donc une implémentation spécifique dans le code de calcul, ce qui en limite le domaine d'application au cas de la mécanique linéaire élastique. Lorsque la géométrie devient complexe ou le comportement non-linéaire, la méthode SSFEM s'avère rapidement inapplicable.

Berveiller et al. [Berveiller 05, Berveiller 06] ont développé une nouvelle formulation de la méthode des éléments finis stochastiques, étendue aux problèmes non-linéaires et à géométrie complexe. Les auteurs présentent en particulier une formulation *non intrusive* de la méthode, basée également sur le développement par chaos polynomial, adaptée aux problèmes non-linéaires et à géométrie et/ou chargement complexes et **compatible avec tous les codes éléments finis existants**. L'idée de Berveiller et al. consiste essentiellement à considérer la **simulation EF comme une boîte noire** : à partir de la construction d'un plan d'expérience approprié, un post-traitement adapté des résultats des simulations ouvre la voie au **développement sur la base des polynômes de chaos de la réponse du modèle** : cela revient à construire un **métamodèle de la réponse**, dans notre cas, celle du comportement en traction du VE. La compatibilité avec les codes éléments finis commerciaux et l'applicabilité aux modèles à comportement non-linéaire font de la méthode non-intrusive proposée par Berveiller et al. le candidat idéal pour notre application.

#### 6.2.4.1 PRINCIPE DU DÉVELOPPEMENT EN CHAOS POLYNOMIAL

Considérons le vecteur réponse aléatoire d'un système quelconque :

$$\mathbf{Y} = f(\mathbf{X}) \quad (6.3)$$

où  $\mathbf{X}$  représente le vecteur de **variables d'entrée aléatoires**, définies dans un espace de probabilités  $(\Omega, \mathcal{F}, \mathbb{P})$  tel que  $\mathbb{P}(dx) = f_X dx$ , avec  $f_X$  fonction de densité de probabilité. L'espace vectoriel des variables aléatoires réelles à variance finie est noté  $\mathcal{L}^2(\Omega, \mathcal{F}, \mathbb{P})$ . Il est possible de montrer qu'une base orthonormale complète pour l'espace vectoriel  $\mathcal{L}^2$  est constituée par les polynômes orthogonaux multidimensionnels de gaussiennes centrées réduites  $\mathcal{N}(0, 1)$  [Malliavin 97]. Toute fonction  $\in \mathcal{L}^2$  peut donc être décomposée de la façon suivante :

$$\mathbf{Y} = \sum_{\alpha \in \mathbb{N}^k} y_{\alpha} \Psi_{\alpha}(\mathbf{X}) \quad (6.4)$$



où les  $y_\alpha$  représentent les coefficients du chaos polynomial et  $\Psi(\mathbf{X})$  sont des polynômes multivariés de degré  $|\alpha| = \sum \alpha_i$ . Il est donc possible d'**exprimer la réponse aléatoire d'un système sur la base du chaos polynomial à travers le calcul des coefficients**  $y_\alpha$ . Dans la pratique, le calcul d'une somme infinie étant impossible, la solution est approchée et le développement est tronqué au degré polynomial  $p$ . Le degré total des polynômes multivariés s'élève donc à  $|\alpha| = \sum_{i=1}^p \alpha_i$ . La troncature se traduit par une limitation de l'espace de  $\alpha$ , qui va donc prendre des valeurs en  $\mathcal{A}^{k,p} \subset \mathbb{N}^k$ . L'équation 6.4 s'écrit donc :

$$\mathbf{Y} = \sum_{\alpha \in \mathcal{A}^k} y_\alpha \Psi_\alpha(\mathbf{X}) \quad (6.5)$$

Il s'agit donc de calculer les coefficients  $y_\alpha$  pour pouvoir exprimer la réponse du système sur la base du chaos. Si le vecteur variables aléatoires  $\mathbf{X}$  est constitué de  $k$  variables, le nombre de coefficients à calculer sera égal à :

$$P = \frac{(k+p)!}{k!p!} \quad (6.6)$$

#### 6.2.4.2 CALCUL DES COEFFICIENTS PAR RÉGRESSION

Plusieurs méthodes existent pour calculer les coefficients  $y_\alpha$ . Les deux approches le plus répandues dans la pratique sont la méthode de **projection** et celle de **régression**.

La première est décrite dans [Phoon 03, Puig 02, Xiu 02] et consiste essentiellement à évaluer une intégrale. Le nombre  $n$  de calculs déterministes à effectuer est défini par le degré du chaos et par le nombre de variables :  $n = (p+1)^k$ . Cela s'avère vite problématique lorsque le calcul de la réponse à approximer via le chaos est issue d'un calcul éléments finis. À titre d'exemple, dans le cas du VE, si nous posons  $k = 5$  et  $p = 3$ , le nombre de calculs nécessaire s'élève à 1024 (*i.e.* **42 jours**).

La méthode de régression [Berveiller 06, Isukapalli 99] en revanche ne prévoit pas de calcul d'intégrale et, à travers un plan d'expérience adapté, est censée converger vers la solution beaucoup plus rapidement que la méthode de projection. Le nombre de calculs nécessaires ne peut pas être établi à l'avance, car il dépend du type de réponse, des variables d'entrée, etc. . Cependant, Berveiller [Berveiller 05] a montré à travers différentes applications que, à partir d'un plan d'expérience constitué des racines des polynômes d'Hermite [Isukapalli 99], le calcul des coefficients se fait généralement avec un nombre de calculs compris entre 4 et 5 fois la taille du chaos  $P$  définie en équation 6.6. Dans le cas du VE, encore une fois avec  $k = 5$  et  $p = 3$ ,  $P$  serait égal à 56, et le calcul demanderait donc entre **10 et 12 jours**. Vu le temps CPU élevé nécessaire pour chaque simulation, nous avons donc choisi d'utiliser cette dernière approche pour calculer les coefficients  $y_\alpha$ .

Dans la méthode de régression, chaque composante  $y$  du vecteur réponse aléatoire  $\mathbf{Y}$  peut être approximée de la façon suivante :

$$\hat{y} = \sum_{j=0}^{P-1} y_j \Psi_j(\{\xi_m\}_{m=1}^k) \quad (6.7)$$

où les  $\{\xi_m(\theta)\}_{m=1}^k$  sont des variables gaussiennes centrées réduites indépendantes. Le plan d'expérience est formé de  $n$  réalisations de  $\{\xi_m^{(s)}\}_{m=1}^k$ , avec  $s = 1, \dots, n$ . Le plan est constitué des  $M = p + 1$  racines des polynômes d'Hermite  $\Psi_j$ . Le nombre de variables étant égal à  $k$ , il existent  $n = (p + 1)^k$  combinaisons possibles de vecteurs à  $k$  composantes qui représentent les réalisations possibles. Pour accélérer le calcul des coefficients, il est possible de construire le plan de façon adaptée : Isukapalli [Isukapalli 99] propose d'orienter le choix en privilégiant les réalisations ayant une plus grande probabilité d'apparaître. Les  $\{\xi_m^{(s)}\}_{m=1}^k$  étant des variables gaussiennes centrées réduites, les racines ayant la plus grande probabilité d'apparaître sont celles proches de zéro. Isukapalli propose donc de ranger les  $k$ -uplets de réalisations possibles par ordre croissant en termes de norme. Le plan ainsi construit est donc constitué globalement de  $n$   $k$ -uplets de  $\xi(\theta)$ . À partir du plan d'expérience ainsi construit, nous pouvons déduire les  $n$  réalisations du vecteur aléatoire d'entrées du modèle  $\{\mathbf{X}^{(1)}, \dots, \mathbf{X}^{(s)}\}$ , avec  $s = 1, \dots, n$ , par transformation isoprobabiliste.<sup>†</sup> La réponse du modèle  $y = f(\mathbf{X}^{(s)})$  est donc évaluée (via une simulation EF dans notre cas). Via l'équation 6.7, la réponse approchée  $\hat{y}$  est formulée en fonction des coefficients inconnus  $y_j$ . L'identification de ces coefficients se fait en minimisant l'écart quadratique entre la réponse "exacte"  $y$  et celle approchée  $\hat{y}$  par rapport aux  $y_j$ , avec  $j = 0, \dots, P - 1$  :

$$\Delta y = \sum_{s=1}^n (y^{(s)} - \hat{y}^{(s)})^2 \quad (6.8)$$

L'équation 6.8 peut être reformulée à travers l'équation 6.7 :

$$\Delta y = \sum_{s=1}^n \left( y^{(s)} - \sum_{j=0}^{P-1} y_j \Psi_j(\{\xi_m^{(s)}\}_{m=1}^k) \right)^2 \quad (6.9)$$

En dérivant l'expression en équation 6.9, le minimum est calculé pour  $y_j$  vérifiant :

$$\frac{\delta \Delta y}{\delta y_l} = 0 \quad \forall \quad l \in [0, \dots, P - 1] \quad (6.10)$$

En remplaçant dans l'équation 6.10 l'expression de  $\Delta y$  en équation 6.8 :

$$\sum_{s=1}^n \Psi_l(\{\xi_m^{(s)}\}_{m=1}^k) \left( y^{(s)} - \sum_{j=0}^{P-1} y_j \Psi_j(\{\xi_m^{(s)}\}_{m=1}^k) \right) = 0 \quad \forall \quad l \in [0, \dots, P - 1] \quad (6.11)$$

---

<sup>†</sup>. Soit  $F_X$  la fonction de répartition de la variable aléatoire  $X$  et  $\Phi$  la fonction de répartition d'une variable aléatoire gaussienne centrée réduite  $\xi$ . La transformation isoprobabiliste  $\xi \rightarrow X$  s'écrit :

$$X = F_X^{-1}(\Phi(\xi))$$

Par exemple, si  $X$  est une variable normale  $\mathcal{N}(\mu, \sigma)$ , la transformation  $\xi \rightarrow X$  s'écrit :  $X = \mu + \xi\sigma$ . Dans le cas de variables  $X$  à distribution autre que normale ou lognormale, d'autres techniques existent (transformation de Nataf, Rosenblatt, etc. ... [Sudret 00]). Berveiller propose, par exemple, de les approximer par des polynômes de gaussiennes [Berveiller 05].

En reformulant, il faut résoudre :

$$\sum_{j=0}^{P-1} y_j \left( \sum_{s=1}^n \Psi_l(\{\xi_m^{(s)}\}_{m=1}^k) \Psi_j(\{\xi_m^{(s)}\}_{m=1}^k) \right) = \sum_{s=1}^n y^{(s)} \Psi_l(\{\xi_m^{(s)}\}_{m=1}^k) \quad \forall \quad l \in [0, \dots, P-1] \quad (6.12)$$

L'équation 6.12 représente un système qui peut également être reformulé de la façon suivante :

$$\begin{bmatrix} \sum_{s=1}^n \Psi_0(\{\xi_m^{(s)}\}) \Psi_0(\{\xi_m^{(s)}\}) & \dots & \sum_{s=1}^n \Psi_0(\{\xi_m^{(s)}\}) \Psi_{P-1}(\{\xi_m^{(s)}\}) \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ \sum_{s=1}^n \Psi_{P-1}(\{\xi_m^{(s)}\}) \Psi_0(\{\xi_m^{(s)}\}) & \dots & \sum_{s=1}^n \Psi_{P-1}(\{\xi_m^{(s)}\}) \Psi_{P-1}(\{\xi_m^{(s)}\}) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} y_0 \\ \vdots \\ y_{P-1} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sum_{s=1}^n y^{(s)} \Psi_0(\{\xi_m^{(s)}\}) \\ \vdots \\ \sum_{s=1}^n y^{(s)} \Psi_{P-1}(\{\xi_m^{(s)}\}) \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad m = 1, \dots, k \quad (6.13)$$

Le calcul des coefficients  $y_j$ ,  $j = 0, \dots, P-1$  se fait donc en résolvant le système de la forme  $\mathbf{Ax} = \mathbf{b}$  en équation 6.13, et ce pour **chaque réponse du système que l'on veut développer sur la base du chaos**.

L'avantage de l'approche par régression est qu'il est possible de développer plusieurs réponses à travers **une seule inversion de matrice** : en effet, la matrice en équation 6.13, aussi appelée **matrice de représentation**, n'est fonction que des variables  $\xi_m^{(s)}$ , et donc du plan d'expérience établi.

#### 6.2.4.3 POST-TRAITEMENT DES COEFFICIENTS IDENTIFIÉS : MOMENTS STATISTIQUES ET INDICES DE SOBOL

La propriété d'orthogonalité des polynômes de chaos permet le calcul des moments statistiques de la réponse simplement à partir du post-traitement des coefficients  $y_j$  identifiés [Le Gratiet 17]. La moyenne de  $y$  est donnée par :

$$E[y] = y_0 \quad (6.14)$$

et sa variance est donnée par :

$$D = Var[y] = \sigma^2(y) = E[(y - y_0)^2] = \sum_{\substack{\alpha \in \mathcal{A}^k \\ \alpha \neq \mathbf{0}}} y_\alpha^2 \quad (6.15)$$

Grace à cette propriété d'orthogonalité, Sudret et al. [Sudret 08] ont montré que les **indices de Sobol** tels qu'ils sont définis en Annexe B peuvent également être **calculés de façon analytique** directement à partir des coefficients du chaos. Sans rentrer dans les détails de la méthode, les **indices du premier ordre, d'ordre**

**deux (ou supérieur) et totaux** sont calculés, dans l'ordre, via les équations suivantes :

$$S_i = \sum_{\alpha \in \mathcal{A}_i} \frac{y_\alpha^2}{D} \quad \mathcal{A}_i = \{\alpha \in \mathbb{N}^k : \alpha_i > 0, \alpha_{j \neq i} = 0\} \quad (6.16)$$

$$S_{ij} = \sum_{\alpha \in \mathcal{A}_i} \frac{y_\alpha^2}{D} \quad \mathcal{A}_i = \{\alpha \in \mathbb{N}^k : \alpha_{i,j} \neq 0\} \quad (6.17)$$

$$S_i^T = \sum_{\alpha \in \mathcal{A}_i} \frac{y_\alpha^2}{D} \quad \mathcal{A}_i = \{\alpha \in \mathbb{N}^k : \alpha_i > 0\} \quad (6.18)$$

### 6.2.5 SORTIES OBSERVÉES

Tout comme dans le Chapitre 4, l'évolution du **module tangent apparent** du VE pendant l'essai de traction est choisie comme réponse principale à observer pour l'estimation des indices de sensibilité.

La contrainte à rupture n'est pas considérée dans ce chapitre car le nombre d'éléments du modèle EF est trop important et les moyens de calcul à notre disposition sont insuffisants pour l'évaluation et le stockage des composantes de la contrainte locale élément par élément.

La deuxième sortie d'intérêt est, ici encore, le ratio  $\eta$ , tel qu'il est défini en Section 4.2.3.3. En effet, le comportement global exprimé par le VE ne présente pas systématiquement un minimum local de rigidité, comme dans le cas des fibres élémentaires (cf. Section 4.2.3.3 et [Lefeuvre 14a]). Cependant, les courbes déformation-module tangent apparent ont toutes un changement de pente survenant aux premiers pas de chargement, comme montré en Figure 6.3. Cet aspect semble découler directement du comportement des fibres qui constituent le VE, et il nous semble donc intéressant d'évaluer par quelles caractéristiques morphologiques ou matérielles il est affecté. Il est donc possible d'identifier le niveau de **déformation**  $\varepsilon_1$  en correspondance duquel le **changement de pente est maximal** : si  $|t_2 - t_1| = \max$ , alors  $\varepsilon_1$  est défini par :

$$\varepsilon_1 = \frac{\varepsilon(t_1) + \varepsilon(t_2)}{2} \quad (6.19)$$

Le ratio  $\eta$  est ensuite calculé comme dans la Section 4.2.3.3 :

$$\eta = \frac{\sigma_1}{(\sigma_1 + \sigma_2)} \quad (6.20)$$

avec  $\sigma_1 = \sigma(\varepsilon_1)$  et  $\sigma_2$  le niveau de contrainte à 2% de déformation.

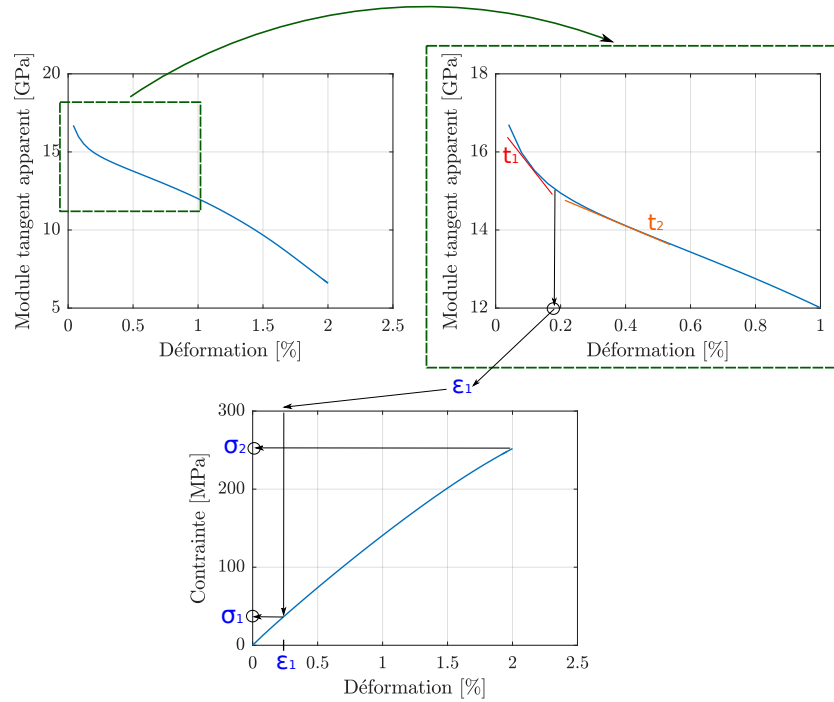


FIGURE 6.3 – Comportement typique d'un VE : mise en évidence de la première zone de non-linéarité.

### 6.3 RÉSULTATS DU CRIBLAGE PAR GROUPES

Dans cette partie, la méthode de criblage par groupes décrite en Section 6.2.3 est appliquée pour trier les variables d'entrée en fonction de leur impact sur la sortie observée. Dans toutes les analyses décrites dans ce chapitre, la **fraction volumique des fibres** s'élève à **35%** et elle n'est pas prise en compte dans les études de sensibilité. Comme dans le cas des fibres végétales traité dans le Chapitre 4, le tri des facteurs d'intérêt est ici effectué en observant uniquement l'évolution du module tangent apparent. L'inconvénient majeur de l'utilisation du *screening* par groupes est lié au fait que les résultats peuvent potentiellement être dépendants du choix des variables simples qui constituent les groupes. En effet, l'impact d'un facteur très influent à l'intérieur d'un groupe peut être moyenné par la présence dans son ensemble de facteurs qui n'ont presque aucune influence sur la sortie. Une solution possible, mais très coûteuse en temps de calcul, consiste à effectuer l'analyse en plusieurs étapes, en faisant permuer les variables constituant les groupes jusqu'à obtenir un seul groupe de variables très influentes. Cependant, vu le nombre élevé de facteurs pris en compte, cette solution s'avère inenvisageable dans notre cas. Nous décidons donc d'effectuer l'analyse en 3 étapes :

- *Step 1* : formation des groupes du premier niveau et élimination directe de ceux qui ont les indices de sensibilité les plus modestes. Le choix des variables constituant les groupes doit être particulièrement soigné dans cette étape, car une mauvaise répartition dans les différents ensembles peut biaiser le tri ;

- *Step 2* : division de chaque groupe ressortant de la première étape et deux sous-groupes et élimination des sous-ensembles les moins influents ;
- *Step 3* : criblage de Morris classique sur les variables constituant les sous-groupes retenus à la deuxième étape et identification des facteurs simples les plus influents.

Les facteurs faisant partie des groupes non retenus à chaque étape sont pour la suite fixées à leur valeur nominale. Chaque étape est effectuée au moyen de  $r = 15$  trajectoires et  $p = 10$  niveaux pour balayer l'espace des paramètres.

 TABLE 6.2 – Intervalles de  $\mu$  et  $\sigma$  utilisés dans l'étape de criblage.

| Échelle                                           | Paramètres          | Moyenne $\mu$               |             | Écart type $\sigma$ |            | Réf.          |                  |
|---------------------------------------------------|---------------------|-----------------------------|-------------|---------------------|------------|---------------|------------------|
|                                                   |                     | V. Nominale                 | Intervalle  | V. Nominale         | Intervalle |               |                  |
| Méso<br>(VE)                                      | Morpho              | D [ $\mu m$ ]               | 19.9        | [13-26]             | 5          | [4-7]         | [1-4]<br>[9-12]  |
|                                                   |                     | d [ $\mu m$ ]               | 5           | [3-8]               | 2          | [1-2]         |                  |
|                                                   |                     | e [/]                       | 0.8         | [0.7-1]             | 0.1        | [0-0.2]       |                  |
|                                                   |                     | Disc. [%]                   | 5           | [0-15]              | /          | /             |                  |
|                                                   | (et Interfaces f-m) | $E_{Mat}$ [GPa]             | 4           | [3-5]               | /          | /             |                  |
|                                                   |                     | $\nu_{Mat}$ [/]             | 0.3         | [0.25-0.35]         | /          | /             |                  |
|                                                   |                     | $E_{Int}$ [GPa]             | 1           | [0.9-1.1]           | /          | /             |                  |
|                                                   | $\nu_{Int}$ [/]     | 0.3                         | [0.25-0.35] | /                   | /          |               |                  |
| Micro<br>(Paroi<br>végétale)                      | Paroi $S_2$         | AMF [°]                     | 10          | [6-11]              | 3          | [2-6]         | [5-8]<br>[13-16] |
|                                                   |                     | $m_c$ [%]                   | 60          | [45-76]             | 15         | [5-20]        |                  |
|                                                   |                     | $m_{cr}$ [%]                | 95          | [90-100]            | 5          | [3-10]        |                  |
|                                                   | Viscoélasticité     | $n_{inf}$                   | 0.406       | [0.3735-0.4392]     | 0.0464     | [0-0.0464]    |                  |
|                                                   |                     | $n_0$                       | 2.544       | [0.8305-4.2575]     | 2.423      | [0-2.423]     |                  |
|                                                   |                     | $\beta_T/E_T$               | 0.0372      | [0.0239-0.0506]     | 0.0188     | [0-0.0188]    |                  |
|                                                   |                     | $\beta_{LT}/G_{LT}$         | 0.0015      | [8.32e-04-0.00219]  | 9.602e-04  | [0-9.602e-04] |                  |
|                                                   |                     | $n_{min}$                   | 0.919       | [8.65e-01-0.974]    | 0.077      | [0-0.077]     |                  |
|                                                   |                     | $n_{max}$                   | 0.742       | [0.683-0.8011]      | 0.0835     | [0-0.0835]    |                  |
|                                                   |                     |                             |             |                     |            |               |                  |
| Nano<br>(Constituants<br>de la paroi<br>végétale) | Élasticité          | Cellulose $E_L$ [GPa]       | 135         | [70-170]            | 27         | [20-40]       |                  |
|                                                   |                     | $E_T$ [GPa]                 | 27          | [20-34]             | 5.4        | [0-10]        |                  |
|                                                   |                     | Cristalline $\nu_{LT}$ [/]  | 0.15        | [0.1-0.2]           | 0.05       | [0-1.5]       |                  |
|                                                   |                     | (CC) $G_{LT}$ [GPa]         | 4.5         | [3-6]               | 0.9        | [0-0.05]      |                  |
|                                                   |                     | $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 1.6         | /                   | /          | /             |                  |
|                                                   |                     | Cellulose $E$ [GPa]         | 8.5         | [5-15]              | 1.7        | [1-3]         |                  |
|                                                   |                     | Amorphe $G$ [GPa]           | 4           | [1-7]               | 0.8        | [0-0.015]     |                  |
|                                                   |                     | (AC) $\nu$ [/]              | 0.2         | [0.1-0.3]           | 0.05       | [0-0.1]       |                  |
|                                                   |                     | $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 1.42        | /                   | /          | /             |                  |
|                                                   |                     | Hémicellulose $E_L$ [GPa]   | 7           | [5-9]               | 1.4        | [0.5-3]       |                  |
|                                                   |                     | $E_T$ [GPa]                 | 3.5         | [2-5]               | 0.7        | [0-1.24]      |                  |
|                                                   |                     | $\nu_{LT}$ [/]              | 0.2         | [0.1-0.3]           | 0.05       | [0-0.7]       |                  |
|                                                   |                     | $G_{LT}$ [GPa]              | 1.5         | [1-3]               | 0.3        | [0-0.1]       |                  |
|                                                   |                     | $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 1.4         | /                   | /          | /             |                  |
|                                                   |                     | Lignine $E$ [GPa]           | 3           | [2-4]               | 0.6        | [0-1]         |                  |
|                                                   |                     | (LG) $G$ [GPa]              | 0.7         | [0.4-1]             | 0.14       | [0-0.3]       |                  |
|                                                   |                     | $\nu$ [/]                   | 0.3         | [0.2-0.4]           | 0.06       | [0-0.12]      |                  |
|                                                   |                     | $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 1.4         | /                   | /          | /             |                  |

### 6.3.1 ESPACE DES PARAMÈTRES

Le criblage au sens de Morris ne discriminant pas le type de distribution de probabilité des variables d'entrée, la synthèse des données de la littérature se limite ici à la prise en compte des valeurs minimum et maximum des moyennes et des écarts-types proposées par les différents auteurs. La Table 6.2 résume les valeurs nominales et les intervalles de variation des  $\mu$  et des  $\sigma$ , ainsi que leur échelle d'appartenance. Les références listées dans la dernière colonne à droite de la Table 6.2 sont celles résumées dans la Table 4.2 du Chapitre 4, Section 4.2.1.2.

### 6.3.2 Step 1 : TRI PAR PAR CONSTITUANT ET ÉCHELLE D'APPARTENANCE

Dans la première étape de criblage, les groupes sont formés comme montré en Figure 6.4. Le choix est guidé par un souci de cohérence de la structure hiérarchique du composite. D'abord, nous évitons de mélanger dans le même groupe des variables concernant les paramètres matériaux et morphologiques appartenant à différentes échelles. Cela nous permet, en quelque sorte, d'estimer l'influence des différentes échelles matérielles sur la rigidité apparente du volume. Un autre critère de définition des ensembles est lié à la taille des groupes, *i.e.* du nombre de facteurs simples les constituant : l'idée est de rendre cette taille la plus homogène possible. En respectant ces deux principes, nous obtenons huit groupes :

- Les **groupes de I à IV** sont constitués des moyennes et des écarts-types des paramètres matériaux appartenant à **l'échelle nano**. Chacun d'entre eux est formé de six (AC et LG) ou huit (CC et HC) paramètres simples, qui correspondent aux  $\mu$  et aux  $\sigma$  des propriétés élastiques des polymères constituant la paroi des fibres : cellulose cristalline (CC), hémicellulose (HC), cellulose amorphe (AC) et lignine (LG) (cf. Table 6.2) ;
- Les **groupes de V à VII** constitués des moyennes et des écarts-types relatifs aux paramètres affectés à **l'échelle micro**. En particulier, au groupe V sont affectées les variables qui concernent la paroi  $S_2$  (AMF, fraction de cellulose et de cellulose cristalline). Les groupes VI et VII sont constitués des moyennes et des écarts-types des paramètres viscoélastiques respectivement ;
- Les **groupes VIII et IX** sont, quant à eux, constitués des  $\mu$  et  $\sigma$  affectés à **l'échelle méso**. Nous y retrouvons notamment les variables qui concernent la morphologie des fibres (VIII) et les propriétés élastiques de la matrice et des interfaces fibres-matrice (IX).

|        | Nano                                         |                                               |                                                |                                               | Micro                            |                           | Méso                          |                                                         |               |
|--------|----------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------------|-----------------------------------------------|----------------------------------|---------------------------|-------------------------------|---------------------------------------------------------|---------------|
| Step 1 | I<br>$\mu(\text{CC})$<br>$\sigma(\text{CC})$ | II<br>$\mu(\text{AC})$<br>$\sigma(\text{AC})$ | III<br>$\mu(\text{HC})$<br>$\sigma(\text{HC})$ | IV<br>$\mu(\text{LG})$<br>$\sigma(\text{LG})$ | V<br>$\mu(S_2)$<br>$\sigma(S_2)$ | VI<br>$\mu(\text{Visco})$ | VII<br>$\sigma(\text{Visco})$ | VIII<br>$\mu(\text{Morpho})$<br>$\sigma(\text{Morpho})$ | IX<br>Matrice |

FIGURE 6.4 – Groupes de paramètres d'entrée pour l'analyse de Morris : premier stade.

Les résultats de ce *Step 1* sont montrés en Figure 6.5, animée dans la version numérique du manuscrit. En observant l'évolution des indices de Morris obtenus, il est possible de remarquer que quatre groupes montrent un impact remarquable sur la rigidité apparente du VE en traction longitudinale. Il s'agit notamment du **groupe V**, constitué des variables qui concernent la paroi  $S_2$ , du **groupe I**, qui inclue les paramètres élastiques de la cellulose cristalline, du **groupe VIII** qui concerne, quant à lui, les propriétés morphologiques des fibres, et du **groupe IX**, formé par les propriétés matérielles de la matrice et des interfaces fibres-matrice. L'évolution de leurs indices de sensibilité montre dans le cas des groupes V et I une diminution

progressive de l'influence des facteurs les constituant pendant l'essai de traction. Pour ce qui concerne les groupes XIII et IX, leurs indices augmentent dans la première phase du chargement, pour ensuite diminuer à partir d'un niveau de déformation égal à 1.6 % environ. Si la faible influence des propriétés des autres polymères constituant les fibres (groupes de II à IV) n'est pas surprenante, surtout suite aux résultats décrits dans le Chapitre 4 concernant les fibres élémentaires, il apparaît étonnant que les propriétés viscoélastiques (groupes VI et VII) ont un impact si modeste sur la rigidité, ce qui peut apparaître en contradiction avec ce qui est observé expérimentalement.

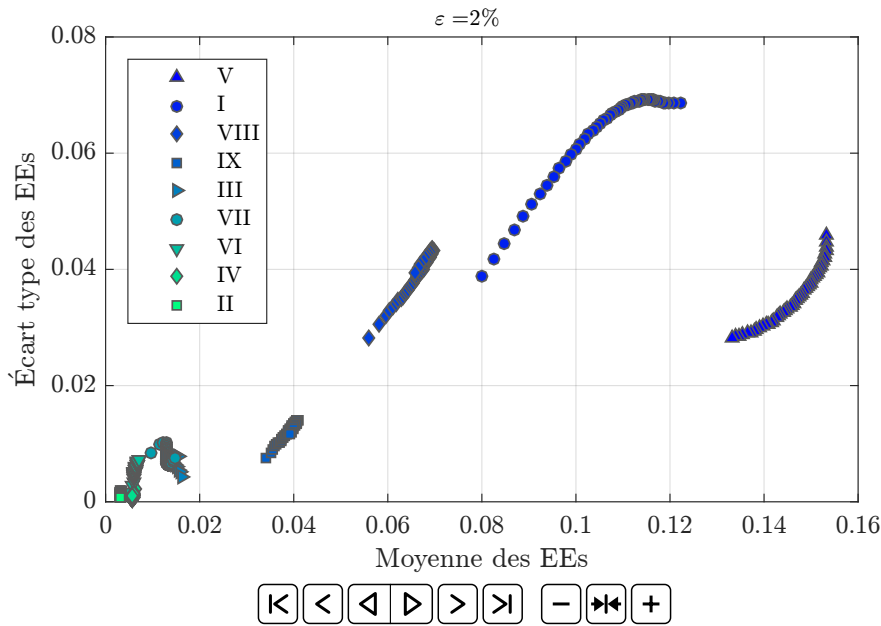


FIGURE 6.5 – Évolution des indices de sensibilité obtenus avec la méthode de Morris par groupes pendant l'essai de traction sur le VE : premier stade.

En effet, il est bien connu que les composites renforcés par fibres végétales ont un comportement très dépendant de l'humidité, qui, quant à elle, affecte directement la réponse viscoélastique des fibres. Il est donc naturel d'attendre que les propriétés viscoélastiques des fibres aient une influence non négligeable sur le comportement en traction du volume modélisé. Ce n'est cependant pas le cas dans le cadre de cette étude. Plusieurs explications possibles peuvent être proposées : tout d'abord, l'écart entre les conclusions amenées ici et celles classiquement proposées par les études expérimentales peut être lié au fait que les interphases entre fibres et matrice sont considérées purement élastiques, tandis que dans la réalité elles expriment une réponse viscoélastique et endommageable. Une autre explication est liée au fait que toutes les simulations sont effectuées avec la même vitesse de chargement, ce qui réduit probablement l'effet estimé des propriétés viscoélastiques sur les réponses obtenues. Une perspective immédiate à ce travail de thèse serait donc la réalisation d'une nouvelle campagne d'essais numériques dédiée à l'étude du comportement différé, en étudiant par exemple le comportement en traction sous chargement monotone à diverses vitesses, ou le comportement en fluage. L'implémentation d'une loi viscoélastique pour



le matériau d'interphase nécessite également la mise en œuvre d'essais expérimentaux dédiés. Des essais en ultra-nanoindentation sont en cours de développement dans notre équipe.

Il nous semble important de remarquer qu' **au moins un groupe par échelle matérielle a un impact important sur le comportement en traction du VE**, et par conséquent du pli de composite qu'il est censé représenter. Cela n'aurait pas pu être observé autrement qu'en prenant en compte toutes les propriétés caractéristiques de chaque échelle du matériau. Ce résultat confirme encore une fois l'intérêt d'une étude multi-échelle pour les composites renforcés par fibres végétales.

### 6.3.3 Step 2 : MOYENNES vs VARIABILITÉS

Les quatre groupes ressortant de la première étape comme ceux ayant plus d'impact sur la rigidité apparente du VE sont ici divisés en deux sous-groupes : la division est effectuée en séparant les moyennes des écarts-types de chacun des ensembles d'origine. Le but est d'évaluer si la variabilité des paramètres au sein du VE et leur valeur moyenne ont un impact comparable sur la sortie observée. Nous obtenons donc huit nouveaux groupes, montrés en Figure 6.6.

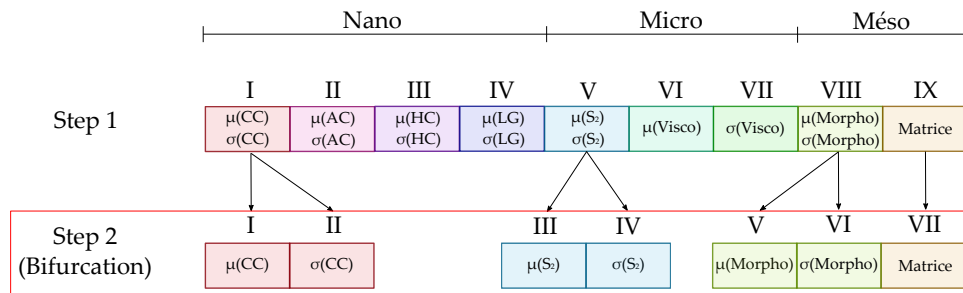


FIGURE 6.6 – Groupes de paramètres d'entrée pour l'analyse de Morris : deuxième stade.

L'évolution des indices de sensibilité dans cette étape est montrée en Figure 6.7. Les résultats montrent que trois groupes expriment des indices de sensibilité relativement élevés pendant tout l'essai. Il s'agit du **groupe I**, qui inclue les valeurs moyennes au sein du VE des propriétés élastiques de la cellulose cristalline, du **groupe III** formé, lui, des moyennes des propriétés de la paroi  $S_2$  (telles que l'AMF, la fraction de cellulose et de cellulose cristalline) et, finalement, le **groupe IV**, qui rassemble les moyennes des paramètres morphologiques des fibres. Les moyennes de leurs effets élémentaires diminuent pendant l'essai de traction, au moins jusqu'à un niveau de déformation d'environ 1.6 %, ce qui indique d'une réduction de leur effet linéaire sur la sortie. Si dans le cas des groupes I et III cette réduction s'accompagne d'un écart-type des effets qui reste à peu près constant pendant la simulation, ceci n'est pas le cas du **groupe IV**, qui voit cet indice augmenter jusqu'à la fin du chargement. Les valeurs moyennes des caractéristiques morphologiques des fibres ont donc tendance à voir leur effet non-linéaire augmenter avec la déformation globale. Concernant les ensembles restants, ils apparaissent tous négligeables, sauf le groupe

V, constitué des écarts-types des propriétés de la paroi  $S_2$  : son effet linéaire augmente tout au long de l'essai de traction, tandis que l'écart-type des effets élémentaires diminue jusqu'à atteindre une valeur proche de zéro à 0.3% de déformation, pour ensuite augmenter franchement jusqu'à la fin de l'essai. C'est pour cette raison que lors de cette deuxième étape nous avons décidé de retenir ce groupe pour la dernière étape de l'analyse.

Les résultats de cette étape montrent que **la variabilité des propriétés matérielles et morphologiques a un impact moins important que leurs valeurs moyennes sur la rigidité apparente du VE**.

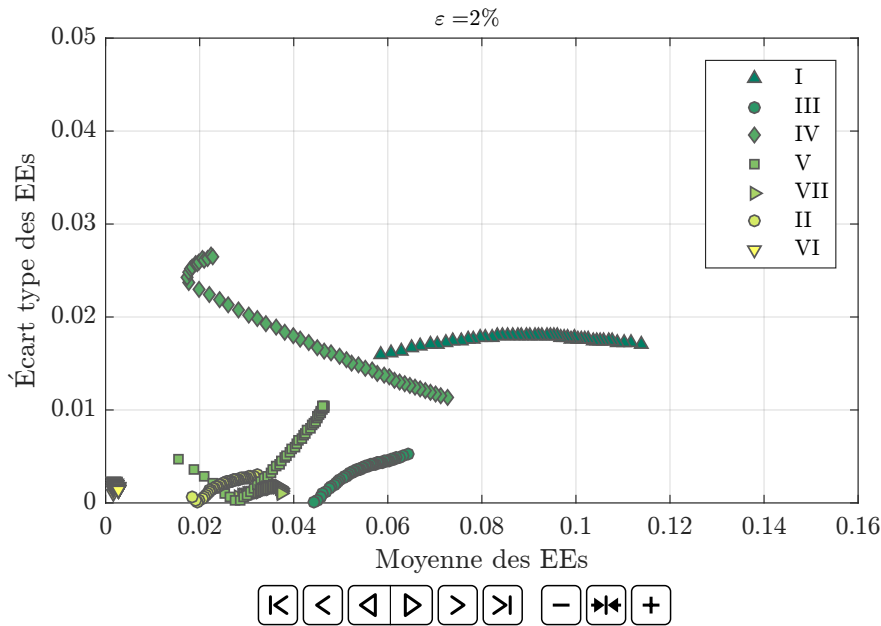


FIGURE 6.7 – Évolution des indices de sensibilité obtenus avec la méthode de Morris par groupes pendant l'essai de traction sur le VER : deuxième stade.

Par ailleurs, il est à noter que les paramètres liés aux fibres ont plus d'impact que ceux liés à la matrice. Cela traduit le fait que la rigidité apparente en traction du pli est effectivement pilotée par les fibres.

#### 6.3.4 Step 3 : screening SUR LES PARAMÈTRES SIMPLES

Une fois le tri sur base groupée effectué, la dernière étape est dédiée au criblage classique au sens de Morris sur les variables simples qui constituent les quatre groupes retenus lors du *Step 2*.

Nous effectuons donc ici l'analyse avec les 14 paramètres montrées en Figure 6.8, dans le but d'identifier celles à retenir pour l'analyse de sensibilité basée sur le chaos polynomial. Les résultats de cette étape sont montrés en Figure 6.9. Il est possible de noter d'emblée que le tri ici est plus complexe que dans les étapes précédentes. Pour réduire le temps de calcul nécessaire au développement par chaos polynomial,

nous choisissons de privilégier uniquement les cinq variables les plus influentes sur la rigidité apparente du VE sur la première partie de l'essai. En effet, les matériaux considérés devraient être utilisés dans leurs applications à de faibles niveaux de déformation.

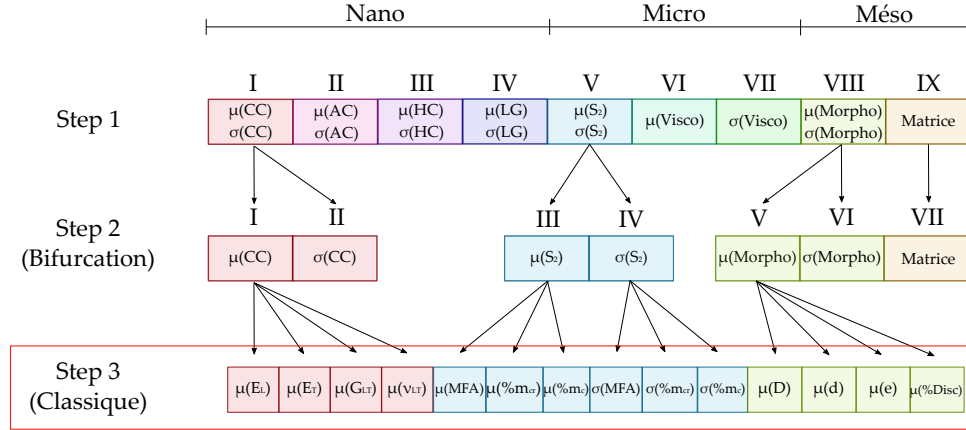


FIGURE 6.8 – Paramètres d'entrée pour l'analyse de Morris : dernier stade.

Les paramètres retenus dans cette dernière étape sont donc **les valeurs moyennes de la fraction de cellulose  $m_c$ , des diamètres des fibres  $D$  et des *lumens*  $d$ , du module longitudinal de la cellulose cristalline  $E_{Lcc}$  et de l'angle d'enroulement des microfibrilles  $\psi$** . Étant donné qu'il s'agit de valeurs moyennes des paramètres concernés au sein du VE, nous omettrons pour la suite de spécifier que les interprétations des résultats et les conclusions concernent les variables  $\mu$ . La fraction massique de cellulose et le module longitudinal de la cellulose cristalline sont les paramètres les plus influents en début d'essai. Ils voient cependant leur impact diminuer progressivement jusqu'au dernier pas de chargement, notamment pour ce qui concerne les effets linéaires. Les diamètres des fibres et des *lumens* voient, quant à eux, leurs moyennes des effets élémentaires augmenter constamment pendant l'essai. Concernant les effets non-linéaires en revanche, leurs évolutions divergent : le diamètre des fibres exprime une augmentation de l'écart-type des effets élémentaires, tandis que celui des *lumens* montre une tendance inverse. Le dernier paramètre retenu est l'angle des microfibrilles. Son effet linéaire reste quasiment constant pendant la première partie du chargement, pour ensuite diminuer jusqu'à la fin du chargement. Son effet non-linéaire, lui, augmente en début d'essai, et diminue rapidement à partir d'un niveau de déformation égal à 1% environ.

Ces cinq paramètres sont donc retenus pour l'analyse de sensibilité basée sur les coefficients du développement polynomial du comportement en traction du VE. Il nous semble toutefois important de remarquer que la **variabilité de l'angle des microfibrilles  $\sigma(\psi)$**  a un impact sur la rigidité apparente du volume toute à fait comparable à celle de la moyenne des diamètres des *lumens*  $d$ , au moins jusqu'à un niveau de déformation compris entre 1% et 1.2%. Il s'agit de la seule variable de type

écart-type qui **exprime une influence importante sur la réponse observée en début d'essai**. Dans un souci de pragmatisme, elle est cependant exclue de la phase d'analyse suivante, notamment à cause du coût de calcul que l'ajout d'une seule variable peut engendrer sur le développement sur la base du chaos de la réponse. Il serait tout de même intéressant de pouvoir étudier de plus près ces aspects de variabilité des propriétés au sein du VE et comment cela impacte son comportement en traction.

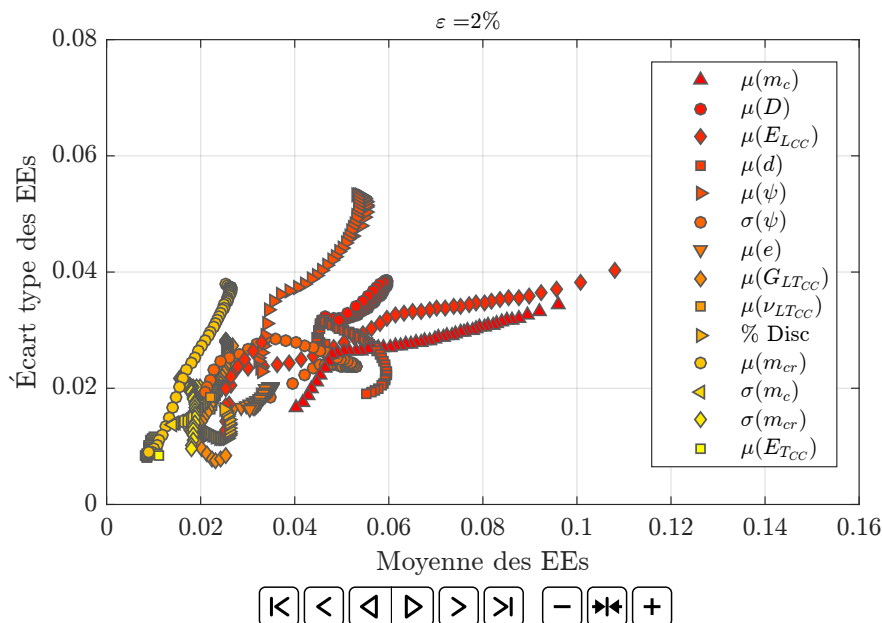


FIGURE 6.9 – Évolution des indices de sensibilité obtenus avec la méthode de Morris classique pendant l'essai de traction sur le VER : dernier stade.

## 6.4 RÉSULTATS DE L'ANALYSE DE SENSIBILITÉ BASÉE SUR LE DÉVELOPPEMENT DES POLYNÔMES DE CHAOS

Une fois les variables ayant le plus d'impact sur la rigidité apparente identifiées lors du criblage, la taille du problème est suffisamment réduite pour qu'il soit possible de construire un métamodèle du comportement en traction du VE et d'estimer les indices de Sobol des facteurs d'entrée sur les deux sorties d'intérêt à partir des coefficients du développement sur la base du chaos polynomial : l'évolution pendant l'essai de traction de la rigidité apparente du volume modélisé et le ratio  $\eta$ , qui donne des indications sur la non-linéarité de la réponse en traction du VE.

Nous avons donc  $k = 5$  variables d'entrée : la fraction de cellulose  $m_c$ , le module longitudinal de la cellulose cristalline  $E_{Lcc}$ , l'angle d'enroulement des microfibrilles  $\psi$

et les diamètres des fibres  $D$  et des lumens  $d^\dagger$ . Les lois de distribution affectées aux cinq variables d'entrée sont de type gaussien : les valeurs des moyennes et des écarts-types de ces distributions sont reprises de la synthèse des données de la littérature (cf. Section 6.2.1) et sont résumées en Table 6.3. Les distributions des variables étant de

TABLE 6.3 – Moyennes et écarts-types des distributions normales affectées aux variables d'entrée.

| Variable           | Moyenne | Écart-type |
|--------------------|---------|------------|
| $E_{L_{CC}}$ [GPa] | 135     | 20         |
| $m_c$ [%]          | 60      | 10         |
| $\psi$ [°]         | 10      | 0.8        |
| $D$ [ $\mu m$ ]    | 19.9    | 1.5        |
| $d$ [ $\mu m$ ]    | 5       | 1          |

type normal, le chaos est constitué de polynômes d'Hermite [Ghanem 90]. Nous décidons de construire une base polynomiale de degré  $p = 4$ . Le nombre de coefficients à identifier, *i.e.* la taille du chaos, s'élève donc à  $n = (p + 1)^k = 126$ . La construction du plan d'expérience constitué des  $k$ -uplets de variables gaussiennes centrées réduites  $\{\xi_m\}_{m=1}^k$  est effectuée en suivant la méthode proposée par Isukapalli [Isukapalli 99], à partir donc des racines du polynôme d'Hermite de degré  $p + 1$ . Le nombre de  $k$ -uplets de combinaisons possibles de racines s'élève à  $z = k^{(p+1)} = 3125$ . Les  $z$  vecteurs de racines sont donc ordonnés par ordre croissant vis-à-vis de leur norme. La taille du plan d'expérience "total" étant trop grande, une estimation de la convergence des moments statistiques de la réponse calculés à partir des coefficients du chaos est effectuée toutes les  $n$  simulations déterministes : une fois la convergence vérifiée pour au moins 2 estimations consécutives, le calcul s'arrête et le post-traitement des coefficients est effectué.

Pour cette analyse, la convergence est vérifiée, pour les deux sorties observées, à partir de 504 simulations déterministes, *i.e.* quatre fois la taille du chaos (24 jours de calculs en continu).

#### 6.4.1 INDICES DE SENSIBILITÉ : MODULE TANGENT APPARENT

La Figure 6.10, animée dans la version numérique du manuscrit, montre l'évolution des indices totaux et du 1<sup>er</sup> ordre des cinq variables considérées sur le module tangent apparent du VE. En début d'essai, la rigidité du VE est particulièrement affectée par l'AMF, la fraction de cellulose et le module longitudinal de la cellulose cristalline, qui ont des indices comparables aux tous premiers pas de chargement. La valeur moyenne des diamètres des *lumens* et des fibres suivent de près ces trois premières variables. Les écarts entre les deux types d'indices restent limités pour toutes les variables, indiquant une sensibilité très modeste de la rigidité aux interactions

---

<sup>†</sup>. Pour rappel, il s'agit des valeurs moyennes au sein du VE des paramètres :  $\mu(m_c)$ ,  $\mu(E_{L_{cc}})$ ,  $\mu(\psi)$ ,  $\mu(D)$  et  $\mu(d)$

entre les paramètres, au moins en début d'essai. Concernant l'évolution des indices, il est possible de distinguer deux phases :

- $\varepsilon < 1.3\%$  environ : à ce stade, les indices concernant  $\psi$  augmentent, tandis que ceux relatifs au module  $E_{L_{cc}}$  diminuent progressivement. L'impact des diamètres  $D$  et  $d$ , en revanche, restent constants. Les écarts entre les indices restent limités et stables pour tous les paramètres dans cette première phase.
- $\varepsilon > 1.3\%$  : à partir de ce niveau de déformation, l'AMF voit son influence diminuer progressivement, tandis que l'écart entre ses indices augmente légèrement. En revanche, les indices relatifs au module longitudinal de la cellulose cristalline et au diamètre des *lumens* augmentent nettement. En ce qui concerne les écarts entre les indices totaux et du 1<sup>er</sup> ordre, celui-ci augmente de façon non négligeable dans le cas de  $E_{L_{cc}}$ , jusqu'à atteindre une valeur de 0.3, tandis que la distance entre les indices relatifs au diamètre des *lumens* reste stable jusqu'à la fin du chargement. L'influence des deux variables restantes,  $m_c$  et  $D$ , se maintient quasiment constante dans cette deuxième phase du chargement.

Pour résumer, **dans la première phase du chargement, la rigidité apparente du VE est pilotée presque exclusivement par l'angle des microfibrilles  $\psi$ , tandis que la deuxième phase est caractérisée par un impact important du module  $E_{L_{cc}}$  et du diamètre des *lumens*.** Ces résultats ne sont pas surprenants : comme il a déjà été observé dans le cas des fibres élémentaires, la diminution de l'influence de l'AMF sur la rigidité apparente peut être expliquée par la progressive réorientation des microfibrilles pendant l'essai de traction (cf. Chapitre 4). L'impact important du module longitudinal de la cellulose cristalline est, lui aussi, attendu suite aux résultats concernant les fibres de lin et de chanvre montrés en Section 4.3.2. Le rôle non négligeable du diamètre des *lumens* est, quant à lui, lié au fait que les *lumens* représentent la seule source de porosités dans le volume que nous avons modélisé, ainsi que à l'effet structural entraîné par la présence d'un vide à l'intérieur des fibres [Placet 12b]. Cela explique la sensibilité de la rigidité apparente au paramètre  $d$ .

Les résultats de la Figure 6.10 montrent que les écarts entre les indices totaux et du 1<sup>er</sup> ordre existent pour tous les indices, mais leurs valeurs restent limitées au cours de la simulation, exception faite pour ceux relatifs à  $E_{L_{cc}}$ . Ces écarts, nous avons vu, témoignent de la sensibilité de la réponse observée aux interactions entre les paramètres d'entrée. Le calcul des indices de Sobol à partir des coefficients du chaos polynomial nous permet d'estimer aisément les indices d'ordre deux, indiquant de façon directe quelles sont les interactions entre deux variables qui affectent le plus la sortie observée.

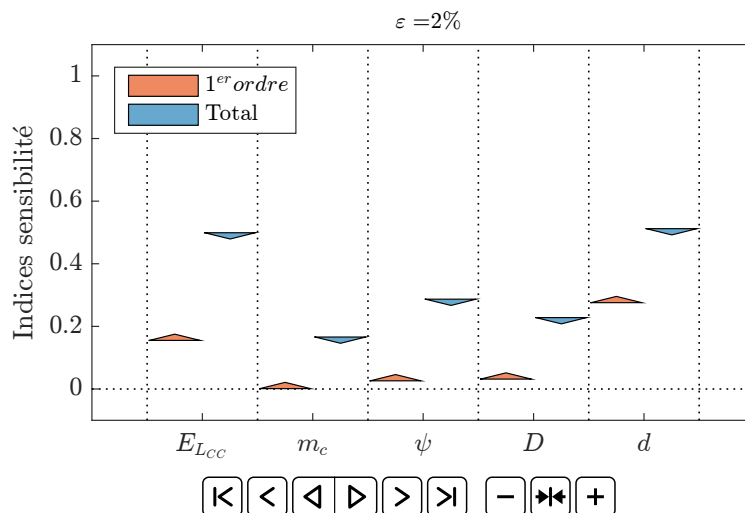


FIGURE 6.10 – Évolution des indices de sensibilité totaux et du premier ordre obtenus à partir des coefficients du chaos. Sortie observée : rigidité apparente

La Figure 6.11 montre l'évolution des indices du second ordre en fonction du niveau de déformation atteint. Il est possible de constater que ces indices restent très modestes pendant quasiment tout l'essai de traction, et ce pour toutes les interactions possibles entre les cinq variables d'entrée. Cependant, nous pouvons observer qu'en début de chargement la rigidité du VE semble être légèrement affectée par les interactions entre le module longitudinal de la cellulose cristalline et le diamètre des *lumens* ( $S_{15} \rightarrow E_{Lcc} - d$ ) et entre la fraction de cellulose cristalline et le diamètre des *lumens* ( $S_{25} \rightarrow m_c - d$ ). À partir de  $\varepsilon = 1.3\%$  une troisième interaction figure parmi les plus influentes, celle entre l'angle des microfibrilles et le diamètre des *lumens* ( $S_{35} \rightarrow \psi - d$ ). Dans la dernière phase de chargement (à partir d'un niveau de déformation égal à  $1.7\%$ ) trois indices voient leurs valeurs augmenter nettement, tandis que les autres restent stables. Il s'agit de ceux relatifs à l'interaction entre le module de la cellulose cristalline et trois autres paramètres : l'AMF ( $S_{13} \rightarrow E_{Lcc} - \psi$ ), le diamètre de fibres ( $S_{14} \rightarrow E_{Lcc} - D$ ) et le diamètre des *lumens* ( $S_{15} \rightarrow E_{Lcc} - d$ ).

Ces résultats montrent que la rigidité apparente du VE semble être peu sensible à la plupart des interactions entre les paramètres. Néanmoins, les interactions les plus influentes sur la rigidité sont celles impliquant systématiquement deux paramètres appartenant à des échelles matérielles différentes. Il est également remarquable que le paramètre le plus concerné par ces interactions est un paramètre morphologique, le diamètre (moyen) des *lumens*. Cela n'aurait pas pu être observé autrement qu'en prenant en compte les propriétés morphologiques et matérielles des constituants des composites biosourcés à toutes les échelles, et montre l'intérêt des approches multi-échelles telles que celles proposées dans cette thèse.

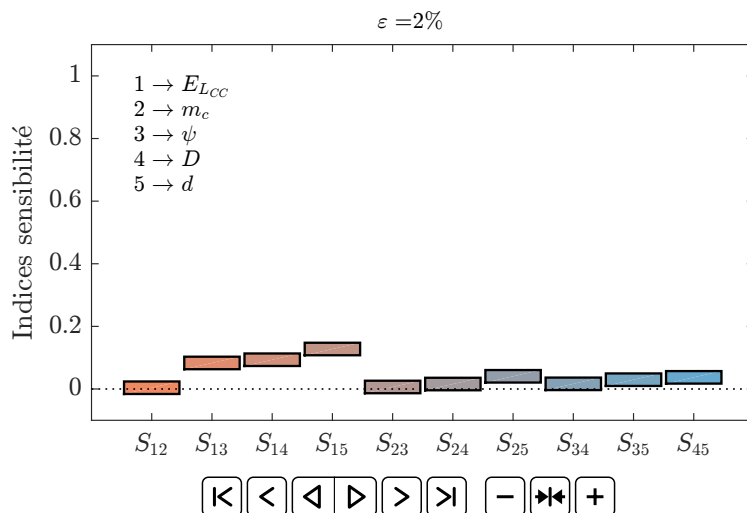


FIGURE 6.11 – Évolution des indices de sensibilité d'ordre deux obtenus à partir des coefficients du chaos. Sortie observée : module tangent apparent. Sortie observée : rigidité apparente

#### 6.4.2 INDICES DE SENSIBILITÉ : RATIO $\eta$

La Figure 6.12 montre les indices totaux et du 1<sup>er</sup> ordre relatifs à la deuxième sortie observée, le ratio  $\eta$ , tel qu'il est défini en Section 6.2.5. La variable la plus influente dans ce cas est, sans aucun doute, l'angle des microfibrilles  $\psi$ . **Ces résultats numériques semblent donc confirmer la principale hypothèse** formulée par notre équipe par le passé, à savoir que **la non-linéarité des PFCs UD, même si sa forme est différente de celle observée pour les fibres, résulte bien en grande partie des fibres**. Les autres paramètres suivent de loin, avec des valeurs d'indices comparables entre eux. Les écarts entre les indices totaux et du 1<sup>er</sup> ordre sont limités dans ce cas, avec une valeur maximale d'environ 0.2 pour l'AMF, indiquant que  $\eta$  est peu affecté par les interactions entre les variables d'entrée considérées.

Cette dernière remarque est confirmée par les indices d'ordre deux montrés en Figure 6.13. Pour tous les paramètres, les indices  $S_{ij}$  ne dépassent jamais la valeur 0.1. Il est donc légitime de considérer que le ratio  $\eta$ , qui donne des indications sur l'étendue de la première zone de non-linéarité du comportement en traction du VE, n'est pas sensible aux interactions entre les variables considérées.

Les résultats de l'analyse de sensibilité ici menée montrent que, en ce qui concerne la sensibilité du ratio  $\eta$  aux paramètres pris en compte, la réponse du VE est très différente par rapport à celle exprimée par les fibres élémentaires (cf. Chapitre 4). En effet, dans le cas des fibres, que ce soit de lin ou de chanvre, les écarts entre les indices totaux et du 1<sup>er</sup> ordre sont très importants, ce qui indique que, à l'échelle des fibres,  $\eta$  est très affecté par les interactions entre les variables. Cette influence des interactions s'avère complètement inexistante à l'échelle du VE.



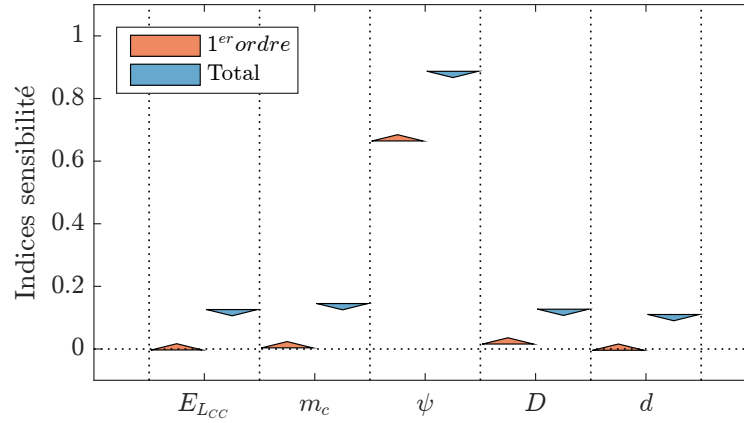


FIGURE 6.12 – Indices de sensibilité totaux et du premier ordre obtenus à partir des coefficients du chaos : sortie ratio  $\eta$ .

En comparant également les résultats de l'analyse de sensibilité sur la rigidité apparente, il est à noter que les paramètres n'affectent pas la rigidité à ces deux échelles de la même façon. À l'échelle de la fibre de lin, la rigidité apparente est particulièrement affectée par le degré d'ellipticité  $e$ , la fraction massique de cellulose cristalline  $m_{cr}$  et le diamètre des fibres. À l'échelle du VE, en revanche, les variables ayant l'impact le plus important sur la rigidité sont le module  $E_{Lcc}$ , l'AMF  $\psi$  et le diamètre des *lumens*  $d$ .

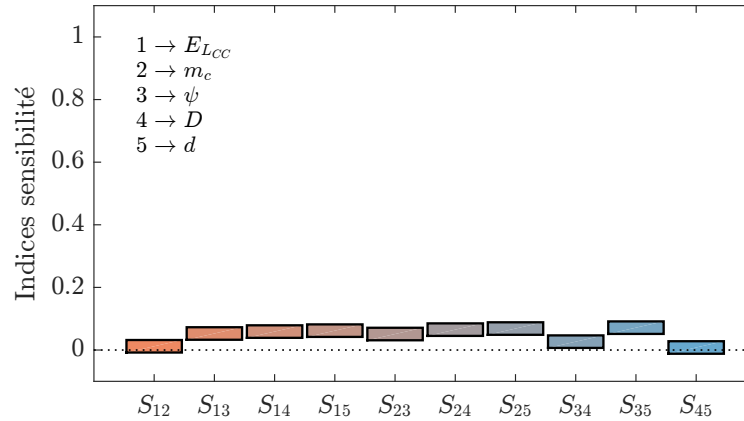


FIGURE 6.13 – Indices de sensibilité totaux et d'ordre deux obtenus à partir des coefficients du chaos : sortie ratio  $\eta$ .

Ces résultats nous donnent un petit aperçu de la propagation de la sensibilité aux paramètres du comportement non-linéaire à travers les différentes échelles matérielles en nous livrant des informations sur la façon dont les caractéristiques morphologiques et matérielles des constituants du composite jouent un rôle différent selon l'échelle.

## 6.5 ENVELOPPE DE COMPORTEMENT ET PROPRIÉTÉS

La Figure 6.14 montre l'enveloppe de comportement en traction obtenue à travers les simulations effectuées pour le développement de la réponse sur la base du chaos. En observant cette surface de réponse, il est possible de constater que les VEs simulés expriment des types de **comportement non-linéaires différents** en fonction du jeu de paramètres d'entrée utilisé pour leur mise en données. Il est possible notamment d'identifier deux grandes familles de comportement, mises en évidence en Figure 6.15 :

- **Type V1** : c'est le type de comportement le plus répandu (85% des VEs simulés) et il est caractérisé par un **module initial faible**, suivi par une **chute progressive de la rigidité**. Dans ce type de non-linéarité, la chute de module reste progressive jusqu'à la fin du chargement : la perte de rigidité maximale observée par rapport au module initial est 50% ;
- **Type V2** : la courbe déformation-module tangent apparent est caractérisée dans ce cas par des **valeurs de rigidité initiale très élevées**, suivies d'une chute progressive du module jusqu'au niveau de déformation compris entre 1% et 1.5%. À partir de ce niveau de chargement, la **perte de rigidité** devient plus **importante**, jusqu'à atteindre pour certains VEs des valeurs proches de 70% par rapport au module en début de chargement.

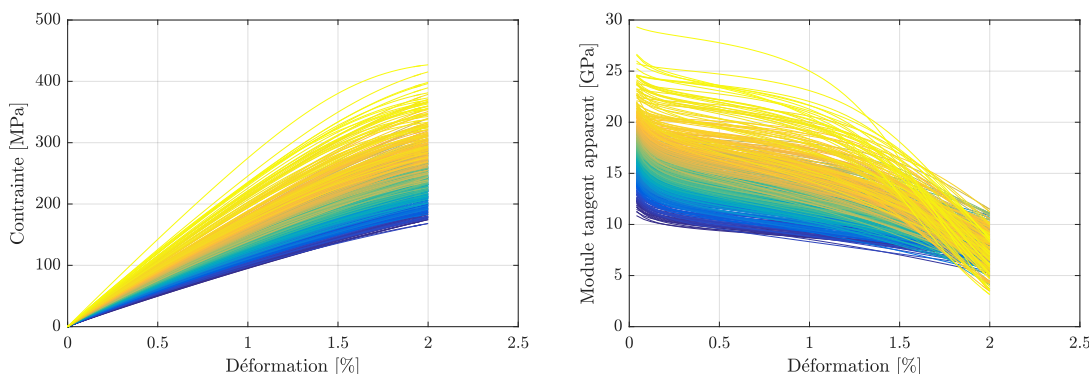


FIGURE 6.14 – Enveloppes de comportements des VEs obtenues.

Il est donc intéressant de comparer cette enveloppe de comportement avec celle obtenue lors de la première application de l'approche développée (cf. Figure 5.13 en Section 5.4.4) : si lors de l'étude précédente nous avons pu constater que la forme de la non-linéarité restait la même pour toutes les microstructures générées à partir des mêmes distributions de probabilité des paramètres les définissant, dans ce dernier chapitre **nous obtenons des types de non-linéarité différents en faisant varier uniquement cinq paramètres matériaux et morphologiques (parmi les 57 de départ)**, appartenant à différentes échelles matérielles.

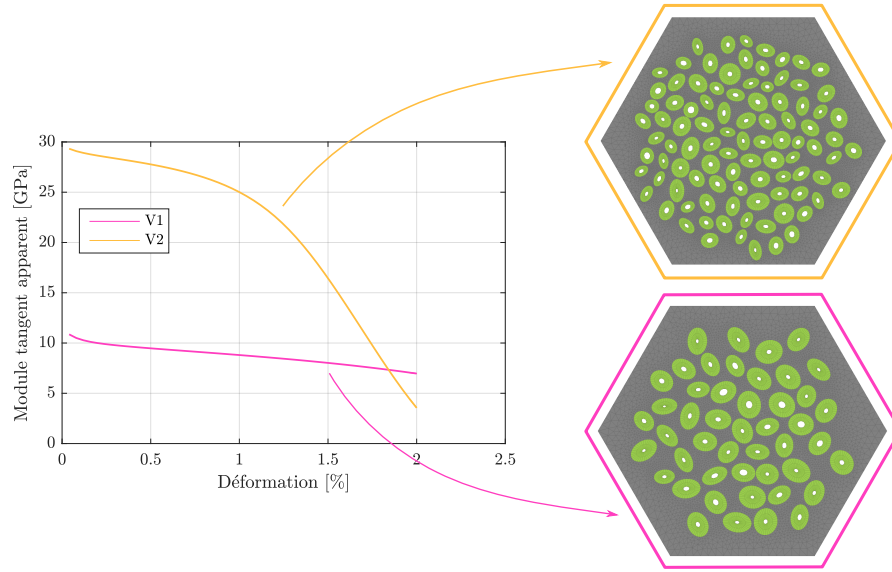


FIGURE 6.15 – Types de comportement V1 et V2 et microstructures associées.

TABLE 6.4 – Paramètres morphologiques et matériaux au sein des microstructure exprimant un comportement de type V1 ou V2. Valeurs moyennes.

|    | $\mu(E_{Lcc})$ [GPa] | $\mu(m_c)$ [%] | $\mu(\psi)$ [°] | $\mu(D)$ [ $\mu m$ ] | $\mu(d)$ [ $\mu m$ ] |
|----|----------------------|----------------|-----------------|----------------------|----------------------|
| V1 | 153                  | 48             | 75              | 22                   | 5                    |
| V2 | 155                  | 98             | 80              | 17                   | 5                    |

La Figure 6.15 montre deux courbes, extraites de la surface de réponse, caractéristiques des comportements de type V1 et V2, avec les microstructures associées. À première vue, la différence principale entre les deux VEs est liée à la moyenne des diamètres des fibres et au nombre de fibres résultant pour obtenir la fraction volumique souhaitée. En effet, comme montré en Table 6.4, le volume exprimant un comportement de type V1 est caractérisé par un diamètre moyen des fibres de  $17\mu m$ , tandis que les fibres constituant le volume à comportement de type V2 ont un diamètre moyen égal à  $22\mu m$ . Concernant les autres caractéristiques morphologiques et matérielles, résumées également en Table 6.4, il est possible de constater que, mis à part le diamètre moyen des fibres, les différences les plus significatives entre ces deux volumes concernent la fraction massique de cellulose (98% pour le VE exprimant un comportement type V2 contre 48% de l'autre) et l'AMF ( $75^\circ$  dans le cas V1 contre  $80^\circ$  du V2).

Ces résultats confirment les conclusions issues de l'analyse de sensibilité effectuée dans ce chapitre : **le comportement en traction non-linéaire du VE**, et donc du pli de composite UD qu'il est censé représenter, **est une fonction des paramètres morphologiques et matériaux appartenant à différentes échelles matérielles qui le caractérisent, ainsi que, bien que de façon moins significative, des interactions entres eux.** Néanmoins, à ce stade, nous sommes incapables de déterminer comment ces caractéristiques affectent le com-

**portement exprimé.** Dans ce sens, des résultats préliminaires ouvrant des perspectives intéressantes seront proposés dans la prochaine section du manuscrit. Concernant les propriétés mécaniques, la Table 6.5 permet une comparaison entre les propriétés des VEs et celles des fibres élémentaires de lin issues des simulations de l'essai de traction (cf. Table 4.3).

TABLE 6.5 – Propriétés obtenues pour les VEs et les fibres élémentaires de lin à partir des simulations de l'essai de traction.

| Propriété            | VE               |         | Fibre             |         |
|----------------------|------------------|---------|-------------------|---------|
|                      | $\mu \pm \sigma$ | CoV [%] | $\mu \pm \sigma$  | CoV [%] |
| Module initial [GPa] | $17.23 \pm 2.2$  | 13      | $52.02 \pm 13.24$ | 25      |
| $\eta$ [/]           | $0.25 \pm 0.043$ | 21      | $0.43 \pm 0.11$   | 26      |

Bien que le **passage entre les deux échelles de la fibre et du toron imprégné** n'ait qu'un effet très limité sur la valeur moyenne et la variabilité en ce qui concerne le ratio  $\eta$ , il a pour conséquence une **diminution importante du coefficient de variation (CoV) relatif à la rigidité initiale**, qui passe de 25% à 13%. Cette diminution est également visible en Figure 6.16, qui montre l'évolution des coefficients de variation obtenus pour les fibres et les VEs en fonction du niveau de déformation. À l'échelle du VE, le coefficient de variation augmente légèrement jusqu'à  $\varepsilon = 1\%$  environ. Il diminue ensuite jusqu'à atteindre la valeur minimale de 11% entre 1.5% et 2% de déformation, suivie d'une nouvelle hausse jusqu'à la fin du chargement. La même allure, avec une amplitude beaucoup plus importante cette fois, est visible dans le cas des fibres. Ici, la variabilité atteint sa valeur maximale à 1% de déformation, avec un CoV égale à 48%. **La transition d'échelle entre fibre élémentaire et pli de composite unidirectionnel a pour conséquence une diminution nette de la variabilité de la rigidité apparente.** L'amplitude de la variabilité ici obtenue est comprise entre celle observée expérimentalement pour les fibres (CoV jusqu'à 50%, [Coroller 13, Sreekumar 08, Charlet 08, Hughes 07]) et pour les composites (cf. Table 1.1 dans la Section 1.3.4).

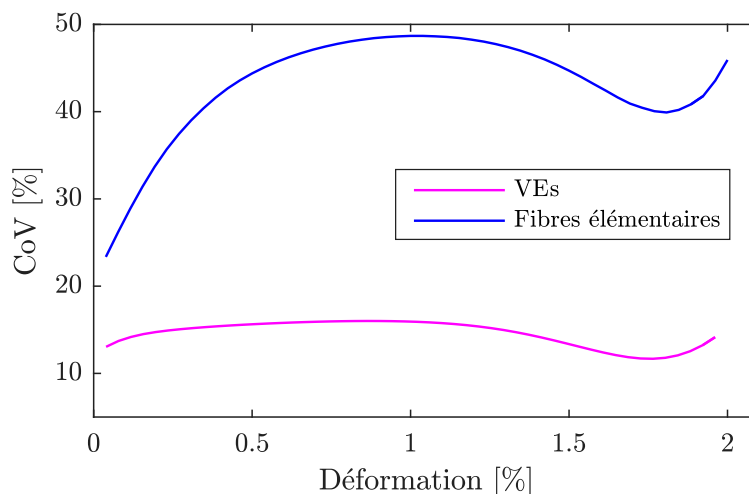


FIGURE 6.16 – Évolution des coefficients de variation du module tangent apparent relatifs aux fibres de lin et aux VEs en fonction du niveau de déformation (sans critère de rupture).

## 6.6 MÉTAMODÈLE POUR L'ANALYSE ET LA PRÉDICTION DU COMPORTEMENT DES COMPOSITES BIOSOURCÉS : QUELQUES PERSPECTIVES

Dans ce chapitre, le développement de la réponse en traction du VE simulée numériquement sur la base du chaos polynomial a été principalement utilisé pour calculer les indices de sensibilité à partir des coefficients du chaos identifiés. Cependant, cette méthodologie permet également de **construire un métamodèle de la réponse en traction** que le pli de composite UD peut exprimer en fonction du jeu de paramètres matériaux, ultrastructuraux et morphologiques d'entrée. Un métamodèle consiste essentiellement en une fonction mathématique qui approxime la réponse d'un modèle étudié. L'avantage principal des métamodèles est lié à la possibilité de prédire des nouvelles réponses avec un coût en termes de temps de calcul dérisoire. Cette propriété s'avère particulièrement intéressante dans notre cas : nous avons vu que la complexité de la structure multi-échelle des composites biosourcés entraîne la nécessité d'un modèle numérique riche, capable de prendre en compte la microstructure du matériau, ainsi que les caractéristiques matérielles et morphologiques (et leur variabilité) du renfort végétal. Ce type de modèle s'avère donc très gourmand en temps de calcul et son utilisation directe dans le calcul de structures à l'échelle macro n'est pas envisageable.

Dans cette section nous cherchons à explorer les possibilités offertes par le métamodèle pour prédire la réponse en traction du VE en fonction du jeu de paramètres d'entrée<sup>†</sup>. Nous avons vu lors de l'analyse de sensibilité que la rigidité apparente du VE est affectée de façon plus au moins importante par les propriétés matérielles et

---

<sup>†</sup>. Rappelons que le métamodèle est construit à partir des moyennes de cinq paramètres :  $E_{Lcc}$ ,  $m_c$ ,  $\psi$ ,  $D$  et  $d$ .

morphologiques des fibres le constituant (cf. Section 6.4.1). Les questions que l'on peut se poser maintenant sont **comment ces paramètres influencent la réponse observée et quelle est la microstructure à privilégier pour un comportement en traction donné**. Pour donner des éléments de réponse, les Figures 6.17 et 6.18 montrent les résultats en termes des courbes contrainte-déformation et module tangent apparent-déformation obtenus avec différents jeux de paramètres utilisés pour alimenter le métamodèle. Les configurations de paramètres d'entrée utilisées sont résumées en Table 6.6. Pour chaque cas de figure  $J_i$ , un paramètre varie dans l'intervalle de valeurs correspondant (Table 6.6), tandis que les autres sont fixés à leurs valeurs nominales. Chaque cas est évalué à travers 200 appels au métamodèle, pour un total de 1000 calculs effectués (1 heure environ)<sup>†</sup>.

TABLE 6.6 – Jeux de paramètres d'entrée utilisés pour l'application du métamodèle.

|       | $\mu(E_{L_{cc}})$ [GPa] | $\mu(m_c)$ [%] | $\mu(\theta = 90 - \psi)$ [°] | $D$ [ $\mu m$ ] | $d$ [ $\mu m$ ] |
|-------|-------------------------|----------------|-------------------------------|-----------------|-----------------|
| $J_1$ | [90-150]                | 60             | 80                            | 19.9            | 5               |
| $J_2$ | 135                     | [45-75]        | 80                            | 19.9            | 5               |
| $J_3$ | 135                     | 60             | [79-83]                       | 19.9            | 5               |
| $J_4$ | 135                     | 60             | 80                            | [15-24]         | 5               |
| $J_5$ | 135                     | 60             | 80                            | 19.9            | [4-7]           |

Le but est d'estimer comment le comportement en traction du VE varie en fonction d'un seul paramètre à la fois, de façon à mieux cerner l'effet des caractéristiques matérielles et morphologiques sur sa réponse. La Figure 6.17 montre en particulier les résultats obtenus en faisant varier la moyenne au sein du VE du module  $E_{L_{cc}}$  (cas  $J_1$ , Figure 6.17a et b), de la fraction de cellulose  $m_c$  (cas  $J_2$ , Figure 6.17c et d) et de l'AMF  $\psi$  (cas  $J_3$ , Figure 6.17e et f).

Il est possible de constater que dans ces trois cas, une augmentation de la valeur du paramètre concerné engendre une augmentation du niveau de rigidité apparente du VE, au moins jusqu'à un niveau de déformation globale égale à 1.5%. En observant les résultats cas par cas il est également possible de remarquer que :

- dans le cas  $J_1$ , à partir de  $\varepsilon = 1.5\%$ , le module tangent apparent diminue davantage avec l'augmentation de la moyenne du module longitudinal de la cellulose cristalline (Figure 6.17b). Cela traduit un changement dans la forme de la non-linéarité de comportement en fonction de la valeur moyenne de  $E_{L_{cc}}$  au sein du VE ;
- le changement de forme de non-linéarité est également visible, bien que moins prononcé, dans le cas  $J_2$ , où l'intérêt est porté sur l'effet de la fraction massique de cellulose. En effet, la Figure 6.17d montre que la rigidité apparente a tendance à diminuer plus rapidement à la fin du chargement quand la quantité de cellulose moyenne est élevée au sein du VE, traduisant une non-linéarité

<sup>†</sup>. La même analyse menée à l'aide du modèle EF aurait demandé environ **50 jours** de calcul en continu.

légèrement différente par rapport au cas de faible contenu de cellulose dans les parois des fibres constituant le volume ;

- dans le cas  $J_3$  en revanche, l'effet du paramètre concerné (la valeur moyenne du complémentaire de l'AMF  $\theta = 90 - \psi$ ) sur la non-linéarité est nettement plus important. La Figure 6.17f montre que, lorsque cet angle moyen augmente, la rigidité apparente en début de chargement augmente davantage, pour ensuite diminuer franchement (type de comportement V2 en Figure 6.15). Dans le cas de moyenne de  $\theta$  initial au sein du VE autour de  $79^\circ$  en revanche, la chute du module apparent est progressive et beaucoup plus limitée, se rapprochant d'un comportement quasi-linéaire à la fin du chargement (cf. type V1 en Figure 6.15).

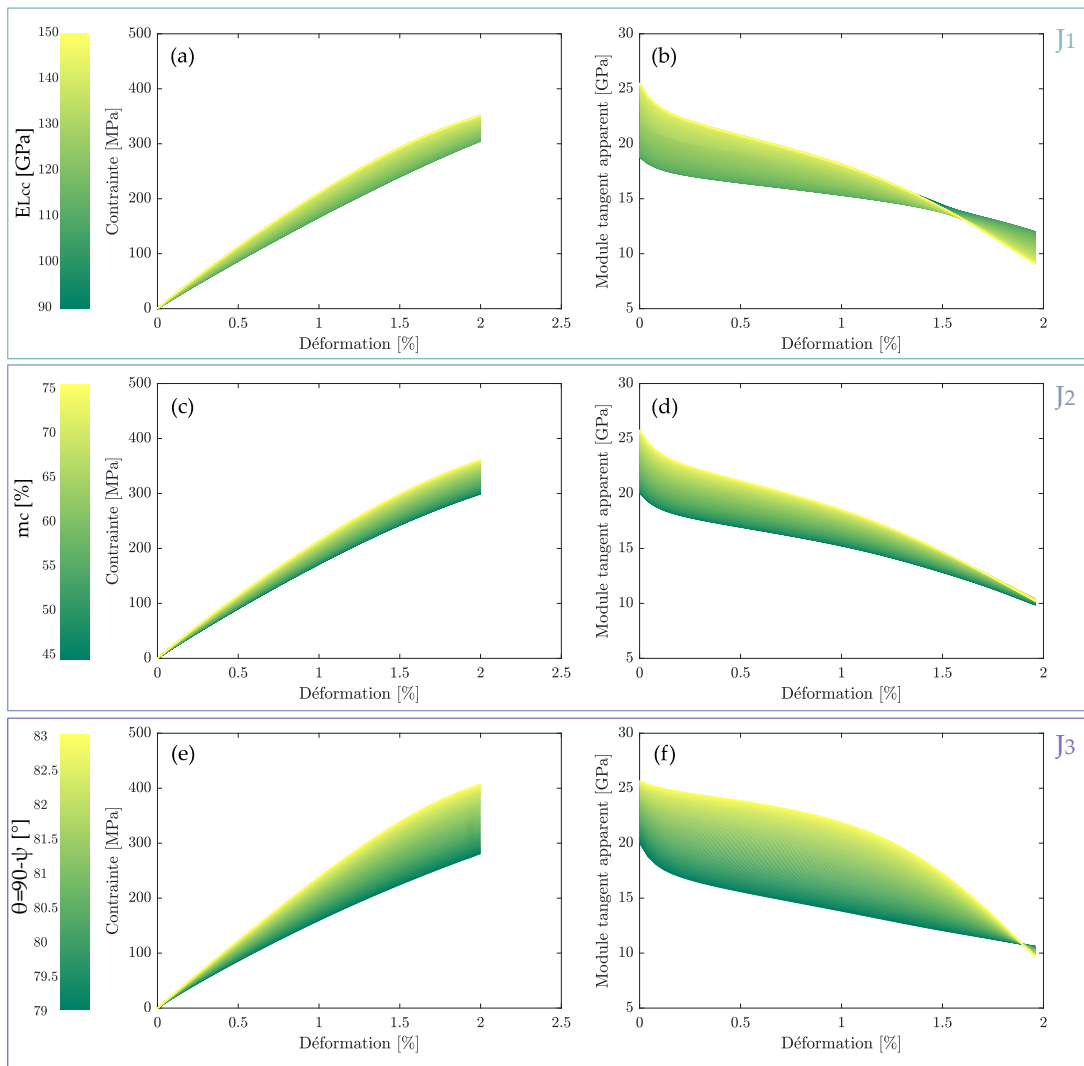


FIGURE 6.17 – Envelopes de comportement obtenues à l'aide du métamodèle en faisant varier les moyennes des paramètres matériaux et ultrastructuraux :  $J_1$ ) module longitudinal de la cellulose cristalline (a-b),  $J_2$ ) fraction massique de cellulose (c-d) et  $J_3$ ) complémentaire de l'angle initial des microfibrilles (e-f).

L'étendue non négligeable des enveloppes de comportement obtenues dans les trois cas  $J_1$ ,  $J_2$  et  $J_3$  (Figure 6.17a, c et d respectivement) confirme les résultats fournis par l'analyse de sensibilité précédemment menée : les valeurs moyennes de  $E_{Lcc}$ ,  $m_c$  et  $\psi$  au sein du volume ont un impact très important sur le comportement en traction du pli UD.

Les courbes montrées en Figure 6.18 concernent l'effet des paramètres morphologiques, diamètres moyens des fibres et des *lumens*, dans les cas  $J_4$  et  $J_5$  en Table 6.6.

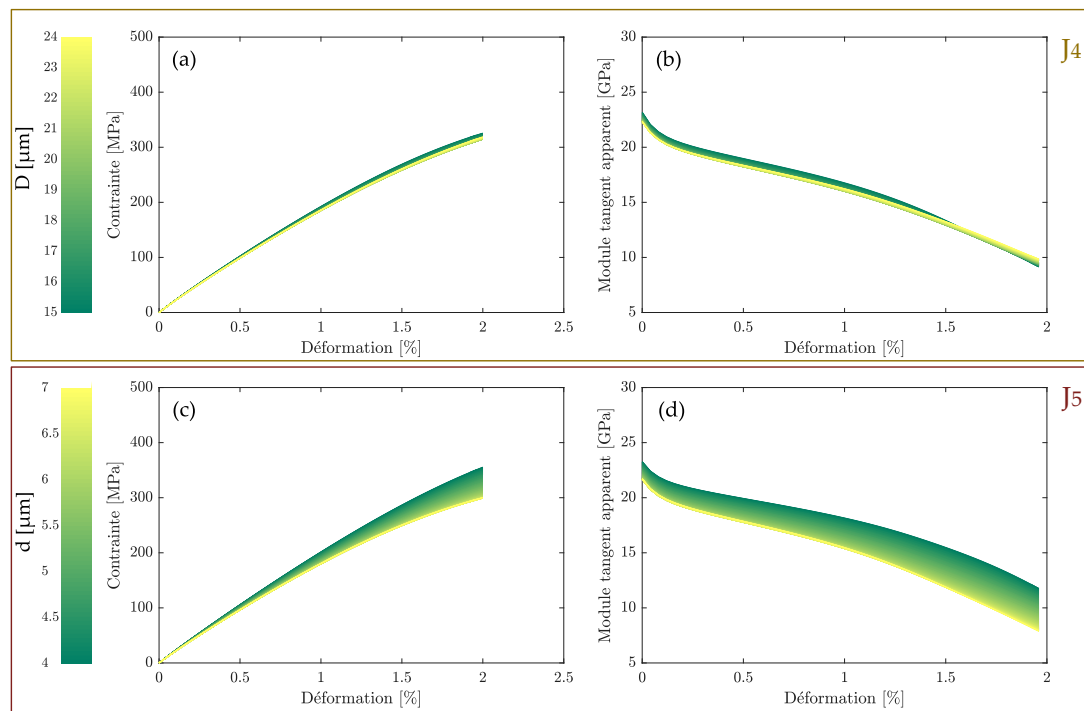


FIGURE 6.18 – Enveloppes de comportement obtenues à l'aide du métamodèle en faisant varier les moyennes des paramètres morphologiques :  $J_4$ ) diamètre des fibres (a-b) et  $J_5$ ) diamètre des *lumens* (c-d).

Nous pouvons ainsi observer que dans ces deux cas de figure, une augmentation de la valeur moyenne du paramètre concerné engendre une diminution du niveau de rigidité du VE (Figures 6.18b et d). En ce qui concerne le diamètre des fibres, plusieurs auteurs ont mis en évidence une relation de proportionnalité inverse entre diamètre et rigidité [Barbulée 17, Marrot 13, Charlet 09]. Par conséquent, un volume constitué de fibres à diamètre moyen plus faible est globalement plus rigide par rapport à un dont les fibres les constituant ont des dimensions plus importantes. Ce résultat pourrait ainsi guider les producteurs de fibres et la sélection variétale associée.

En ce qui concerne l'étendue des enveloppes tracées, ainsi que la non-linéarité exprimée, nous pouvons constater que :

- l'effet du diamètre des fibres est très limité, que ça soit du point de vue de la forme de la non-linéarité ou de la dispersion engendrée sur le comportement



Figures 6.18a et b). Ce résultat confirme les conclusions issues de l'analyse de sensibilité, où en effet le diamètre moyen des fibre constitue le paramètre le moins influent parmi ceux pris en compte (cf. Section 6.4.1) ;

- l'effet de la dimension des *lumens* est en revanche nettement plus important sur l'étendue de l'enveloppe de comportement obtenue Figures 6.18c et d). Du point de vue de l'influence de ce paramètre sur la forme de la non-linéarité exprimée, nous pouvons remarquer que le diamètre moyen des *lumens* n'affecte que très légèrement la forme des courbes contrainte-déformation et module tangent apparent-déformation.

**Les résultats préliminaires ici présentés, obtenus à l'aide du métamodèle de comportement en traction du VE précédemment défini, nous livrent donc en très peu de temps des informations concernant la façon dont les caractéristiques matérielles et morphologiques, appartenant à différentes échelles, affectent le comportement exprimé par le pli de composite UD biosourcé à l'échelle méso.** Nous savons maintenant que **la forme de la non-linéarité est déterminée principalement par la valeur moyenne de l'angle des microfibrilles au sein des parois des fibres constituant le pli, ainsi que du module longitudinal de la cellulose cristalline.** En effet, nous avons vu que des valeurs élevées de ces paramètres engendrent l'apparition d'un comportement de type V2, donc fortement non-linéaire, avec une rigidité apparente initiale du pli élevée, qui diminue ensuite nettement jusqu'à la fin du chargement. En revanche, des valeurs faibles des moyennes de  $\psi$  et de  $E_{Lcc}$ , entraînent un comportement moins non-linéaire à l'échelle méso (type V1), avec une rigidité apparente globale du pli plus faible mais également plus stable au cours du chargement.

D'un point de vue applicatif, ces résultats peuvent apporter des contributions inédites en ce qui concerne la prédiction du comportement des composites biosourcés pour des applications spécifiques. Un comportement de type V2 peut s'avérer avantageux pour des applications en structures composites fonctionnelles qui demandent un comportement non-linéaire marqué, tandis que pour des applications structurales un comportement de type V1 est plus adapté. Le lien ici déterminé entre les paramètres  $\psi$  et  $E_{Lcc}$  et la non-linéarité exprimée à l'échelle du pli peut donc contribuer directement au choix du renfort pour l'application souhaitée.

Dans le cadre de l'aide à la prise de décision concernant les caractéristiques du renfort pour une application donnée, nous pouvons par exemple imaginer tracer une sorte d'"**abaque**" du type montré en Figure 6.19, où la rigidité apparente initiale du pli est déterminée en fonction de la valeur moyenne des trois paramètres  $E_{Lcc}$ ,  $\psi$  et  $d$ , identifié comme les plus influents sur la rigidité en début de chargement (cf. Figure 6.10). Cet abaque 3D est obtenu à travers l'application d'une routine d'optimisation au métamodèle. Cette routine est développée en s'appuyant sur les outils fournis par Matlab<sup>®</sup> (fonction *fmincon*, méthode des points intérieurs). L'objectif est l'identification des jeux de paramètres qui déterminent une rigidité apparente initiale du VE compris entre 18 et 28 GPa. À partir de l'abaque, dans la Figure 6.19a nous avons mis en évidence trois cas, les deux jeux de paramètres entraînant les rigidités initiales minimum et maximum visées (VP1 et VP2) et un autre produisant une

rigidité initiale intermédiaire (VP3). Nous avons ensuite tracé en Figure 6.19b les comportements obtenus à partir de ces trois vecteurs d'entrée. Les courbes correspondant aux vecteurs VP1 et VP2 représentent bien les deux types de comportement V1 et V2 précédemment introduits, tandis que le comportement exprimé dans le cas VP3 représente un compromis entre une forte non-linéarité avec une rigidité initiale élevée et un comportement quasi-linéaire avec une faible rigidité initiale. **À travers cet abaque 3D il est donc possible d'identifier les caractéristiques matérielles et morphologiques du renfort pour l'application visée.**

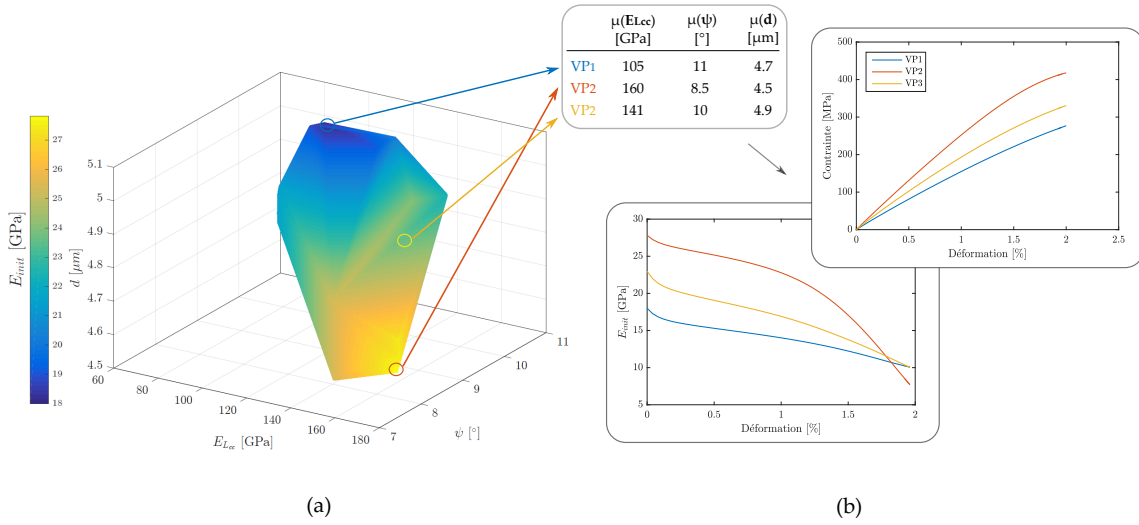


FIGURE 6.19 – Abaque 3D de la rigidité initiale du volume en fonction des paramètres  $E_{Lcc}$ ,  $\psi$  et  $d$  (a) et exemple de trois comportements obtenus à partir de l'extraction de trois jeux de paramètres de l'abaque (b).

Compte tenu de l'impact prépondérant de l'angle d'enroulement des microfibrilles et du module longitudinal de la cellulose cristalline sur le type de non-linéarité exprimée, il nous a paru ainsi intéressant d'identifier les couples de paramètres ( $E_{Lcc}$ ,  $\psi$ ) entraînant le même niveau de rigidité initiale mais des formes de non-linéarité différentes. Pour ce faire, nous fixons la rigidité initiale souhaitée à 23 GPa et la valeur moyenne du paramètre  $m_c$  à sa valeur nominale, *i.e.* 0.6 %, et nous appliquons la routine d'optimisation développée pour déterminer la courbe constituée des valeurs moyennes de l'AMF et du module longitudinal de la cellulose cristalline pour lesquelles la consigne de rigidité initiale est respectée. L'objectif est d'identifier, pour un niveau de rigidité apparente initiale donné, dans quelles conditions les caractéristiques du renfort conduisent à des comportements plus au moins non-linéaires en traction. Il est possible de constater que pour des valeurs élevées de l'angle  $\theta$ , complémentaire de l'AMF  $\psi$ , et faibles de  $E_{Lcc}$ , le comportement exprimé a une allure fortement non-linéaire, se rapprochant au comportement de type V2 (Figure 6.20). En revanche, dans le cas de valeurs faibles de  $\theta$  et élevées du module de la cellulose cristalline, la non-linéarité est beaucoup moins marquée, comme dans les cas de comportement de type V1.

Il est donc possible, pour une rigidité initiale donnée, d'obtenir différentes allures de comportement en traction en modifiant le couple de valeurs moyennes de  $\psi$  et  $E_{Lcc}$ .

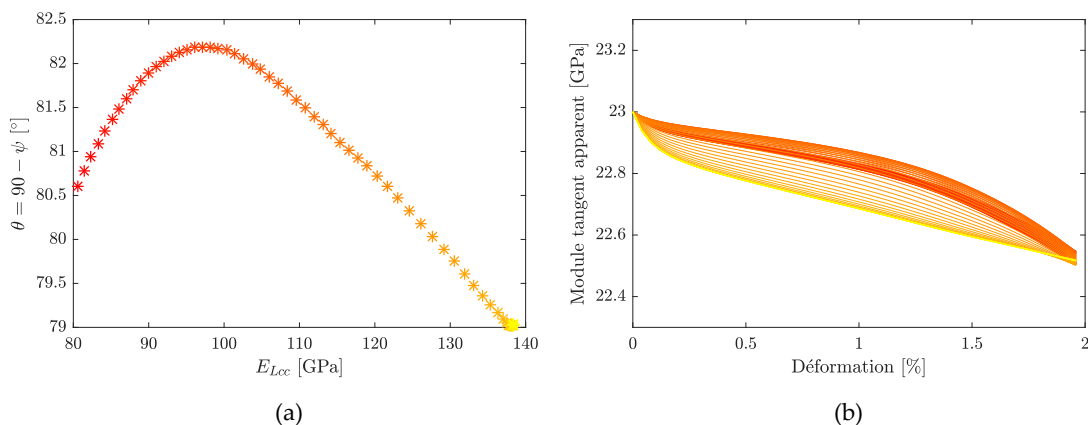


FIGURE 6.20 – Couple de points  $(E_{Lcc}, \psi)$  produisant le même niveau de rigidité initiale (a) et courbes module tangent apparent-déformation associées (b).

L'utilisation d'un métamodèle pour la prédiction du comportement en traction du pli dans la conception et le calcul de structures en composites biosourcés semble donc une voie intéressante. Néanmoins, le métamodèle ici identifié reste un résultat préliminaire et améliorable : en effet, son développement s'appuie sur des hypothèses qui restent, à ce jour, à vérifier. En particulier, nous avons vu que les phénomènes irréversibles se manifestant lorsque le pli est soumis à traction ont été négligés. Rappelons aussi que le métamodèle est construit à partir de cinq paramètres uniquement, et que ceux régissant la viscoélasticité ont été exclus lors de la phase de criblage de l'analyse de sensibilité. Le comportement viscoélastique des interphases entre fibres et matrice est également exclu de l'analyse. En définitive, d'autres développements s'avèrent nécessaires pour pouvoir utiliser cet outil en tant qu'aide à la prise de décision lors de la conception de structures composites biosourcés.

## 6.7 BILAN

L'approche multi-échelle stochastique décrite dans le Chapitre 5 a été appliquée ici pour réaliser une **étude de la sensibilité du VE aux paramètres morphologiques et matériaux caractéristiques de trois différentes échelles** : de celle des constituants de la paroi des fibres (nano) à celle du toron de fibres imprégnées (méso), en passant par celle des fibres elles mêmes (micro).

Le nombre élevé de paramètres considérés, ainsi que le temps de calcul considérable demandé pour chaque simulation ont orienté le choix de la démarche vers une analyse en deux étapes : une étape de criblage par groupes, avec l'objectif de trier les variables d'entrée les plus influentes sur les sorties observées, suivie d'une étape d'analyse de

sensibilité effectuée à travers le développement en polynômes de chaos des réponses d'intérêt du modèle de VE.

La phase de **criblage a permis d'identifier les cinq variables les plus influentes (parmi les 57 de départ) sur la rigidité apparente du VE** : il s'agit notamment des valeurs moyennes au sein du toron modélisé du module longitudinal de la cellulose cristalline  $E_{Lcc}$ , de la fraction massique de cellulose dans la paroi des fibres  $m_c$ , de l'angle initial des microfibrilles  $\psi$  et des diamètres des fibres  $D$  et des *lumens*  $d$ .

Ces variables sont retenues pour le développement des réponses d'intérêt du modèle de VE sur la base du chaos polynomial. Les indices de Sobol relatifs aux variables d'entrée sont ensuite calculés analytiquement à partir des coefficients des polynômes identifiés. Les résultats montrent que **la rigidité apparente du VE est affectée en particulier par les valeurs moyennes de  $E_{Lcc}$ , de  $\psi$  et de  $d$** . Ils montrent également que, contrairement à ce qui a été observé à l'échelle des fibres élémentaires lors de l'étude décrite dans le Chapitre 4, le module tangent apparent à l'échelle du toron imprégné ne semble être que très légèrement affecté par les interactions entre les paramètres pris en compte. Cela est d'autant plus vrai en ce qui concerne la deuxième réponse observée, le ratio  $\eta$ , indicateur de l'étendue de la première zone non-linéaire du comportement en traction exprimé par le VE. La transition entre fibre et composite s'exprime donc également à travers une sensibilité différente aux propriétés morphologiques et matérielles.

L'étude de la transition entre l'échelle de la fibre et celle du toron imprégné est complétée par l'observation des résultats en termes d'enveloppe de comportement obtenue et de variabilité des propriétés mécaniques des VEs simulés : **le passage de l'échelle de la fibre à celle du toron engendre une diminution importante de la variabilité concernant la rigidité apparente**. Cette surface de réponse est représentative du comportement exprimé par le pli de composite UD renforcés par fibres de lin et de sa variabilité. Ce type de surface de réponse peut être utilisée à l'avenir pour la conception de la microstructure de composite.

D'un point de vue applicatif, le développement sur la base du chaos polynomial permet de construire un **métamodèle du comportement exprimé en fonction des caractéristiques matérielles et morphologiques**, considérés séparément, du renfort. Nous l'avons utilisé en premier abord pour mieux comprendre la façon dont les paramètres matériaux et morphologiques affectent la réponse en traction du volume. Nous avons pu ainsi montrer que les paramètres qui déterminent la non-linéarité du comportement sont les valeurs moyennes au sein du volume de l'AMF et du module longitudinal de la cellulose cristalline.

Ce métamodèle, dont nous avons donné des perspectives d'utilisation, reste un outil incomplet, car il ne prend pas en compte les phénomènes irréversibles se manifestant au sein du pli de composite, ni la viscoélasticité. Bien que perfectible, il peut néanmoins s'avérer un outil intéressant dans le cadre de l'aide à la prise de décision dans la conception de structures composites biosourcées et constituer un point de départ pour le développement de modèles de plus en plus fidèles.



## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

L'objectif de ce travail de thèse était de contribuer à la compréhension de la propagation des non-linéarités de comportement et de la variabilité des propriétés mécaniques à travers les différentes échelles des composites UD renforcés par fibres végétales. Pour ce faire, l'influence des caractéristiques morphologiques et matérielles à partir de l'échelle nanoscopique (constituants des parois des fibres) jusqu'à l'échelle mésoscopique du pli de composite sur le comportement en traction exprimé à l'échelle de la fibre et à l'échelle du pli a été caractérisée à l'aide d'une approche numérique. Un modèle phénoménologique 3D de comportement à l'échelle de la paroi de la fibre, développé au sein de l'équipe bisontine pendant ces dernières années, a été implémenté dans une démarche de calcul automatisée adressant un volume élémentaire représentatif d'un pli, adaptée aux analyses paramétriques.

L'outil numérique développé est déployé pour l'analyse à deux échelles différentes, celle de la fibre et celle du pli de composite, représenté à travers la définition d'un VE couplée à une approche stochastique pour tenir compte de la variabilité des paramètres ultra et micro-structuraux. L'étude numérique menée à ces deux différentes échelles a permis d'évaluer et de comparer l'impact des caractéristiques physiques et géométriques à toutes les échelles considérées sur le comportement exprimé par la fibre et le pli. Les principales contributions apportées par ce travail peuvent être ainsi synthétisées comme suit.

L'évaluation du rôle de la morphologie de la fibre sur le comportement en traction exprimé constitue une **première contribution** de cette thèse. Les résultats montrent que la non-linéarité du comportement en traction est affectée par la morphologie. Des fibres à sections réelle et simplifiées ont été modélisées, et les résultats numériques obtenus montrent que le degré d'ellipticité a une influence dominante sur la non-linéarité du comportement en traction de la fibre. La prise en compte d'une morphologie réelle complexe en revanche n'a qu'un effet très limité sur la non-linéarité exprimée.

L'effet géométrique, lié au degré d'ellipticité de la section transversale de la fibre et du *lumen*, est fortement couplé au rapport d'anisotropie élastique du matériau constituant la paroi de la fibre et accentué par la viscoélasticité de ce même matériau. L'origine de cette relation entre la morphologie des fibres, l'anisotropie du comportement du matériau de la paroi et le comportement en traction des fibres de chanvre est attribuée à l'hétérogénéité des champs de contraintes et déformations (normales et de cisaillement) dans la paroi. Celle-ci est d'autant plus forte que la section de la

fibre est elliptique. Cette étude nous permet donc de conclure qu'une modélisation correcte des fibres végétales ne peut faire abstraction de la prise en compte de la fibre en tant que "structure", en considérant donc ces aspects morphologiques.

La **deuxième contribution** concerne l'évaluation des liens morphologie/ paramètres matériaux/ comportement en traction dans le cas de deux fibres différentes : le lin et le chanvre. L'analyse est menée en couplant le modèle de fibre proposé par l'équipe et implémenté dans la démarche de calcul automatisée développée dans cette thèse à une analyse de sensibilité articulée en deux étapes : une première phase de criblage pour trier les paramètres par ordre d'importance, suivie par une étape d'analyse par décomposition de la variance en prenant en compte les sept variables les plus influentes. L'analyse de sensibilité permet d'observer que les paramètres matériaux et morphologiques pris en compte n'affectent pas le comportement et les propriétés mécaniques du lin et du chanvre de la même façon. Cela peut expliquer en partie les différences de rigidité et résistance observées entre ces deux types de fibres extraxylémiennes, pourtant très similaires du point de vue de la structure et composition de leur paroi. Effectivement, la littérature relate des propriétés en traction différentes pour ces deux fibres pour une structure et composition de paroi assez similaires. Les résultats collectés par l'approche numérique proposée de cette thèse permettent de conclure que la plus grande variabilité de certains paramètres géométriques et ultra-structuraux du chanvre, bien que présentant des valeurs moyennes similaires à celles du lin, peuvent conduire à une valeur moyenne des propriétés de rigidité initiale et de résistance en traction plus faibles à l'échelle des fibres.

C'est un résultat qui mériterait d'être validé par une étude expérimentale et qui peut d'ores et déjà inciter la filière de transformation du chanvre à favoriser des variétés et méthodes agronomiques conduisant à des fibres à géométrie plus régulière et plus homogène.

L'analyse a également permis de vérifier la capacité du modèle micro-mécanique proposé par l'équipe à reproduire non seulement les allures du comportement en traction, mais également de prédire les propriétés mécaniques, ainsi que les relations entre elles, observées expérimentalement par plusieurs auteurs dans le cas de différentes espèces de fibres végétales.

La **troisième contribution** de ce travail est liée au développement d'une approche multi-échelle stochastique pour l'étude du comportement en traction du pli de composite UD. L'approche proposée se base sur le couplage entre la définition d'un VE paramétrable à microstructure aléatoire, constitué d'un nombre compris entre 50 et 120 fibres enrobées dans une résine époxy, et une approche stochastique permettant de tenir compte de la variabilité microstructurale qui caractérise les composites UD renforcés par fibres végétales. L'approche proposée permet de vérifier que le comportement exprimé par le VE est piloté par les paramètres des distributions de probabilité définissant les caractéristiques morphologiques et matérielles de sa microstructure.

Finalement, la **quatrième contribution** concerne l'analyse du rôle des paramètres morphologiques et matériaux caractérisant les échelles nano, micro et méso dans le comportement en traction exprimé par le pli de composite UD biosourcé. L'approche multi-échelle stochastique proposée a été implémentée dans une démarche d'analyse de sensibilité articulée en deux étapes : une étape de tri des variables par ordre d'importance à travers une méthode de criblage par groupes suivie par une étape d'analyse de sensibilité effectuée à travers le développement en sur la base du chaos polynomial des réponses d'intérêt du modèle de VE. Les résultats montrent que la rigidité apparente du pli est affectée par des paramètres ultrastructuraux de la paroi des fibres, en particulier par les valeurs moyennes du module longitudinal de la cellulose cristalline  $E_{Lcc}$ , de l'angle initial d'enroulement des microfibrilles (AMF)  $\psi$ , et par des paramètres morphologiques fibres, en particulier le diamètre des *lumens*  $d$ . Concernant la transition d'échelle fibre-pli en termes de variabilité, les résultats montrent que le passage de l'échelle micro à l'échelle méso engendre une diminution importante de la variabilité concernant la rigidité apparente.

Les simulations effectuées lors de l'analyse de sensibilité permettent de tracer une surface de réponse représentative du comportement en traction que le pli peut exprimer en fonction des caractéristiques morphologiques et matérielles de sa microstructure. Par ailleurs, à travers le développement de la réponse en termes de rigidité apparente sur la base du chaos polynomial, il est possible de construire un métamodèle de cette réponse. Ce métamodèle a été utilisé en premier abord pour mieux comprendre la façon dont les paramètres matériaux et morphologiques affectent la réponse en traction du volume. Nous avons pu ainsi montrer que les paramètres qui pilotent la non-linéarité du comportement sont des paramètres ultrastructuraux de la paroi des fibres, à savoir les valeurs moyennes de l'AMF et du module longitudinal de la cellulose cristalline. C'est un résultat majeur qui permet de répondre à une des questions soulevées au début de cette thèse. Il permet également de confirmer la nécessité de prendre en compte les mécanismes se produisant aux petites échelles dans les démarches de modélisation du comportement mécanique des PFCs.

À l'issue de ces travaux, plusieurs perspectives peuvent être envisagées sur le court terme, à l'échelle de la fibre ou à celle du pli. En voici une liste non exhaustive :

- à l'échelle de la fibre élémentaire il serait intéressant d'implémenter dans la loi régissant le comportement de la paroi des fibres les formulations concernant la plasticité et l'endommagement pour en évaluer l'impact sur le comportement en traction simulé, en particulier dans le cas de morphologie de fibres non parfaitement cylindriques (section elliptique et réelle) ;
- une autre perspective à cette échelle est liée à la comparaison des résultats des simulations avec ceux provenant d'essais *in situ* en nanotomographie aux rayons X. Dans ce cas la reconstruction de la morphologie 3D de la fibre issue de la tomographie et implémentée dans l'outil numérique développé lors de ce travaux de thèse nous permettrait potentiellement d'affiner le modèle proposé par l'équipe en comparant les résultats obtenus en termes de champs de déformation (corrélation d'image 2D ou 3D).



- En ce qui concerne le pli, il nous semble intéressant de confronter les résultats numériques à ceux obtenus avec des essais mécaniques réalisés sur des plis UD élaborés avec différentes caractéristiques microstructurales ;
- d'un point de vue numérique, l'intégration de fibres à morphologie complexe aléatoire, modélisée via l'approche proposée par Mattrand et al. [Mattrand 14] (cf. Figure 6.21) représente une perspective attractive. En particulier, il serait intéressant de déterminer si les conclusions concernant l'impact négligeable de la morphologie complexe sur le comportement exprimé à l'échelle de la fibre est toujours valable à l'échelle du pli ;
- en ce qui concerne l'approche par métamodélisation, nous pouvons imaginer d'enrichir la formulation ici proposée en incluant les écarts types des distributions des paramètres caractérisant le volume considéré. Le but serait d'estimer le rôle de la variabilité des paramètres aux échelles inférieures sur la variabilité exprimée à l'échelle du pli. À terme, une étude de ce type pourrait donner des réponses aux questionnements des producteurs de renforts végétales concernant le choix des variétés de fibres à utiliser.

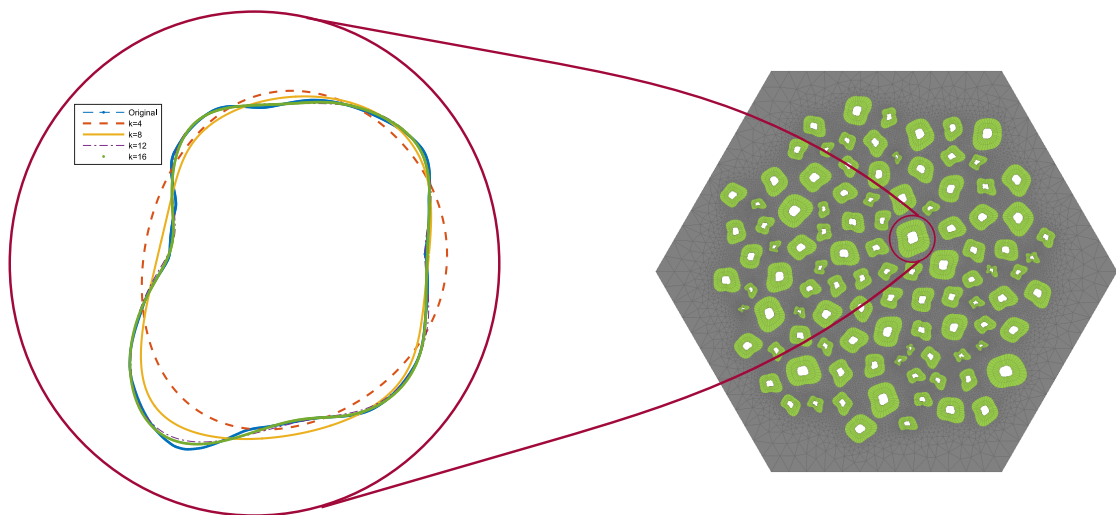


FIGURE 6.21 – Reconstruction d'une morphologie complexe aléatoire de fibre [Mattrand 14] et implémentation dans un VE.

En ce qui concerne les perspectives sur le long terme, l'outil numérique développé pour l'étude à l'échelle du pli peut fournir au modélisateur qui s'apprête à construire un modèle de comportement à l'échelle du composite des informations concernant les mécanismes physiques qu'il est nécessaire de capturer pour avoir une formulation capable de prédire correctement le comportement observé expérimentalement. Dans ce cadre, l'approche ici proposée peut également être utile dans la phase de validation d'un modèle phénoménologique.

Du point de vue de la production des composites, l'outil peut accompagner le choix du

procédé de transformation et d'élaboration des composites et de leur microstructure pour l'application souhaitée.

L'approche proposée dans ces travaux peut finalement représenter une passerelle vers la modélisation du comportement à l'échelle macro des structures. En effet, on pourrait imaginer de construire un métamodèle de la réponse du pli dans le cas de chargements complexes (multiaxiaux par exemple) et ensuite l'implémenter en tant que loi de comportement dans les calculs éléments finis à l'échelle de la structure.



# A

## AUTRES PHÉNOMÈNES MODÉLISÉS : CRISTALLISATION, PLASTICITÉ ET ENDOMMAGEMENT

### A.1 CRISTALLISATION

Faute de manque de données expérimentales concernant l'évolution de la cristallisation induite par la déformation en traction, celle-ci est modélisée comme une fonction linéaire de la déformation en cisaillement dans le plan  $(\vec{e}_L, \vec{e}_T)$ . La fraction de cellulose cristalline suit donc la loi d'évolution :

$$m_{cr}(\tau_{LT}) = \alpha \tau_{LT}$$

où  $\alpha$  est défini à partir des taux de cristallinité en début et à la fin de l'essai de traction, fixés de façon arbitraire. Cette loi d'évolution de la fraction de cellulose cristalline a été utilisée dans [Trivaudey 15] : ici, le taux de cristallinité dans une fibre de chanvre est varié entre 65% et 85% quand la déformation en cisaillement augmente de 0.5% à 4%. Les résultats de l'étude montrent que la prise en compte d'une évolution linéaire de la cristallisation améliore la capacité du modèle de fibre de reproduire le comportement observé expérimentalement.

### A.2 PLASTICITÉ

En ce qui concerne la formulation de la plasticité dans le cadre thermodynamique, dans le cas d'écoulement viscoélastique absent, l'état du matériau est complètement défini par la déformation élastique  $\underline{\varepsilon}^e$ , la déformation plastique  $\underline{\varepsilon}^p$ , deux variables internes d'écrouissage cinématique  $\underline{\alpha}_1, \underline{\alpha}_2$  et une variable d'écrouissage scalaire  $\alpha$  [Boubakar 03]. L'inégalité de Clausius-Dunham donne les lois d'état et la dissipation intrinsèque suivantes :

$$\underline{\sigma} = \frac{\partial \phi}{\partial \underline{\varepsilon}^e}, \quad In_p = {}^t\dot{\underline{\varepsilon}}^p \underline{\sigma} - {}^t\dot{\underline{\alpha}}_1 \underline{X}_1 - {}^t\dot{\underline{\alpha}}_2 \underline{X}_2 - R\dot{\alpha} \quad (A.1)$$

où  $\underline{X}_1 = \rho \frac{\partial \phi}{\partial \underline{\alpha}_1}$ ,  $\underline{X}_2 = \rho \frac{\partial \phi}{\partial \underline{\alpha}_2}$ , et  $R = \rho \frac{\partial \phi}{\partial \alpha}$  sont les forces thermodynamiques associées aux variables d'écoulement  $\underline{\alpha}_1$ ,  $\underline{\alpha}_2$  et  $\alpha$  respectivement. Comme dans le cas de la viscoélasticité,  $\underline{\varepsilon}^p$  représente la vitesse de déformation plastique. La déformation totale est décomposée en une partie élastique  $\underline{\varepsilon}^e$  et une plastique  $\underline{\varepsilon}^p$  :

$$\underline{\varepsilon} = \underline{\varepsilon}^e + \underline{\varepsilon}^p \quad (\text{A.2})$$

Pour définir le comportement plastique, le potentiel d'énergie libre est choisi de la forme :

$$\phi(\underline{\varepsilon}^e, \underline{\alpha}_1, \underline{\alpha}_2, \alpha) = \frac{1}{2\rho} \underline{\varepsilon}^e \underline{A} \underline{\varepsilon}^e + \frac{\delta_1}{2\rho} t_{\underline{\alpha}_1} \underline{\alpha}_1 + \frac{\delta_2}{2\rho} t_{\underline{\alpha}_2} \underline{\alpha}_2 + f(\alpha) \quad (\text{A.3})$$

où  $\delta_1$  et  $\delta_2$  sont deux constantes matérielles positives et  $f$  une fonction convexe de  $\alpha$ .

Dans le cadre d'un comportement indépendant des vitesses et en supposant un processus dissipatif normal, la dissipation intrinsèque peut être représentée par une fonction  $\Pi_p(\underline{\varepsilon}^e, \underline{\alpha}_1, \underline{\alpha}_2, \alpha)$  positivement homogène de degré un. La transformée de Legendre-Fenchel  $\Pi_p^*(\underline{\sigma}, \underline{X}_1, \underline{X}_2, R)$  est alors la fonction indicatrice du domaine convexe  $\{\underline{\sigma}, \underline{X}_1, \underline{X}_2, R / f_p(\underline{\sigma}, \underline{X}_1, \underline{X}_2, R) \leq 0\}$ , où  $f_p$  est la fonction de charge telle que :

$$\begin{cases} f_p(\underline{\sigma}, \underline{X}_1, \underline{X}_2, R) = (\underline{\sigma} - \underline{X}) - R - R_0 \\ (\underline{\sigma} - \underline{X}) = \sqrt[t]{(\underline{\sigma} - \underline{X}) \underline{M} (\underline{\sigma} - \underline{X})} \\ \underline{X} = \underline{X}_1 + \underline{X}_2 \end{cases} \quad (\text{A.4})$$

où  $R_0$  est une constante et  $\underline{M}$  un tenseur de quatrième ordre tel que  $tr[\underline{M}(\underline{\sigma} - \underline{X})] = 0$ . Ce tenseur prend la forme suivante :

$$\underline{M} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (\text{A.5})$$

La simplicité de forme de ce tenseur résulte du fait que seul le cisaillement peut conduire à des déformations plastiques de frottement.

Les cinétiques  $\underline{\dot{\varepsilon}}^p$ ,  $\dot{\underline{\alpha}}_1$ ,  $\dot{\underline{\alpha}}_2$  et  $\dot{\alpha}$  appartiennent au sous-différentiel  $\partial \Pi_p^*(\underline{\sigma}, \underline{X}_1, \underline{X}_2, R)$  de  $\Pi_p^*$ . En introduisant la fonction [Delobelle 88] :

$$F_p(\underline{\sigma}, \underline{X}_1, \underline{X}_2, R) = f_p(\underline{\sigma}, \underline{X}_1, \underline{X}_2, R) + \frac{\gamma_1}{2\delta_1} t_{\underline{X}_1} \underline{M} \underline{X}_1 - \frac{\gamma_1 \delta_1}{2} t_{\underline{X}_1} \underline{M} \underline{X}_1 t_{\underline{\alpha}_1} \underline{M} \underline{\alpha}_1 \quad (\text{A.6})$$

Nous obtenons les cinétiques suivantes :

$$\frac{\partial Lag_p}{\partial \underline{\sigma}} = -\underline{\dot{\varepsilon}}^p + \dot{\lambda}^p \frac{\partial F_p}{\partial \underline{\sigma}} = 0 \quad (\text{A.7})$$

$$\frac{\partial Lag_p}{\partial \underline{X}_1} = \dot{\underline{\alpha}}_1 + \dot{\lambda}^p \frac{\partial F_p}{\partial \underline{X}_1} = 0 \quad (\text{A.8})$$

$$\frac{\partial Lag_p}{\partial \underline{X}_2} = \dot{\alpha}_2 + \dot{\underline{\lambda}}^p \frac{\partial F_p}{\partial \underline{X}_2} = 0 \quad (\text{A.9})$$

$$\frac{\partial Lag_p}{\partial R} = -\dot{\alpha} + \dot{\underline{\lambda}}^p \frac{\partial F_p}{\partial R} = 0 \quad (\text{A.10})$$

$$\frac{\partial Lag_p}{\partial \dot{\underline{\lambda}}^p} = F_p = 0 \quad (\text{A.11})$$

$$\dot{\underline{\lambda}}^p \geq 0 \quad \dot{\underline{\lambda}}^p F_p = 0 \quad (\text{A.12})$$

où  $\dot{\underline{\lambda}}^p$  représente le multiplicateur de Lagrange de plasticité obtenu en vérifiant la condition de consistance  $\dot{f}_p = 0$ . À partir du potentiel énergie libre spécifique, la définition même des variables d'état donne les relations suivantes :

$$\begin{cases} \dot{\underline{X}}_1 = \delta_1 \dot{\alpha}_1 \\ \dot{\underline{X}}_2 = \delta_2 \dot{\alpha}_2 \end{cases} \quad (\text{A.13})$$

D'où finalement en utilisant les relations des équations A.7 à A.12 :

$$\begin{cases} \dot{\underline{X}}_1 = \delta_1 \dot{\underline{\varepsilon}}^p - \gamma \dot{\underline{\varepsilon}}^p \underline{M} \underline{X}_1 \\ \dot{\underline{X}}_2 = \delta_2 \dot{\underline{\varepsilon}}^p \end{cases} \quad (\text{A.14})$$

où  $\dot{\underline{\varepsilon}}^p$  représente la déformation plastique cumulée,  $\gamma$  est un paramètre matériau et  $\underline{\varepsilon}^p$  est donné par :

$$\underline{\varepsilon}^p = \dot{\underline{\lambda}}^p \underline{M} \frac{(\underline{\sigma} - \underline{X})}{(\underline{\sigma} - \underline{X})} \quad (\text{A.15})$$

L'implémentation de la plasticité nécessite donc trois paramètres matériau à identifier :  $\delta_1$ ,  $\delta_2$  et  $\gamma$ . Ces paramètres restent à ce jour inconnus à cause de la complexité des essais expérimentaux nécessaires à leur caractérisation dans le cas des fibres végétales.

### A.3 ENDOMMAGEMENT

La modélisation de l'endommagement proposée dans [Boubakar 03, Boubakar 02] ne prend en compte que le déclenchement et l'évolution des microfissures inter-fibres dans un stratifié, et non la rupture des fibres, ni la décohésion fibre-matrice. L'apparition de ces microfissures au sein du matériau affecte ses caractéristiques élastiques. Il est donc nécessaire d'exprimer le tenseur souplesse en fonction des variables qui caractérisent l'endommagement. Dans la paroi végétale, l'endommagement est modélisé comme nanofissures inter-microfibrilles. La formulation de l'endommagement est développée dans [Boubakar 03] en fonction du temps, de façon à prendre en compte l'éventuelle dépendance de la souplesse de la vitesse de chargement. Ici, nous nous limitons à résumer les étapes de la modélisation de ce phénomène en le considérant indépendant du temps [Boubakar 02].

L'endommagement représenté considère uniquement les fissures parallèles aux microfibrilles, comme montré en Figure A.1.

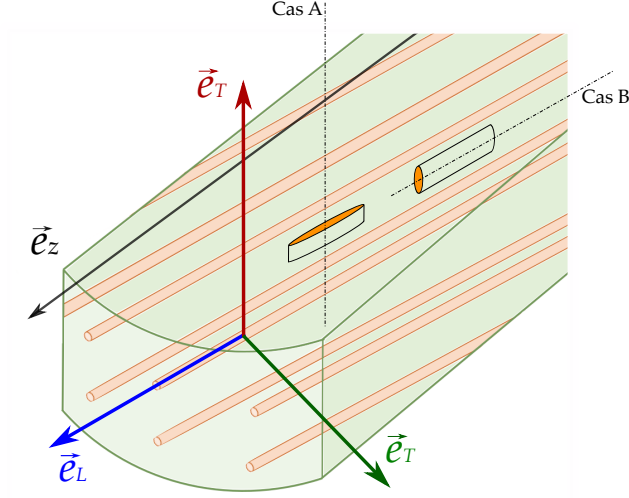


FIGURE A.1 – Représentation schématique des types de fissures prises en compte.

Selon le mode d'ouverture de ces fissures, les souplesses seront plus ou moins affectées, comme montré en Figure A.2. Les variables d'endommagement  $D_I$ ,  $D_{II}$  et  $D_{III}$  caractérisent la diminution respectivement du module d'Young transverse  $E_T$  et des modules de cisaillement  $G_{LT}$  et  $G_{TT}$ . Le tenseur des souplesses de la paroi endommagée  $\hat{\underline{\underline{S}}}$  peut donc s'exprimer en fonction du tenseur  $\underline{\underline{S}}$  du matériau non endommagé et d'un tenseur  $\underline{\underline{H}}$  de perturbation, qui caractérise la perte de rigidité de la paroi de la fibre en fonction du mode d'ouverture des fissures. Nous avons ainsi :

$$\hat{\underline{\underline{S}}} = \underline{\underline{S}} + \underline{\underline{H}} \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{H}} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & H_{22} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & H_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & H_{66} \end{bmatrix} \quad (\text{A.16})$$

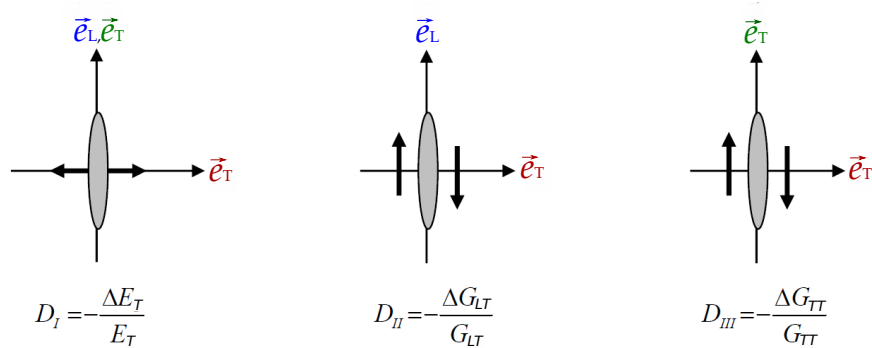


FIGURE A.2 – Modes d'ouverture des fissures et définition des variables d'endommagement [Carbillet 05].

Le tenseur  $\underline{\underline{H}}$  peut s'exprimer en fonction des variables  $D_I$ ,  $D_{II}$  et  $D_{III}$  et des composantes  $S_{22}$ ,  $S_{44}$  et  $S_{66}$  du tenseur des souplesses non endommagé  $\underline{\underline{S}}$  :

$$\begin{cases} H_{22} = \frac{D_I}{1-D_I} S_{22} \\ H_{44} = \frac{D_{II}}{1-D_{II}} S_{44} \\ H_{66} = \frac{D_{III}}{1-D_{III}} S_{66} \end{cases} \quad (\text{A.17})$$

Ces composantes peuvent être reliées à la densité de fissures [Perreux 93]. Avec l'introduction de la densité de fissures, et en moyennant des hypothèses concernant leur géométrie, il est possible d'établir des relations entre les différentes variables d'endommagement.

$$D_{II} = 1 - S_{44} \left[ S_{44} + \frac{D_I}{\sqrt{1-D_I}} \sqrt{S_{11}S_{22}} \right]^{-1} \quad (\text{A.18})$$

$$D_{III} = 1 - S_{66} \left[ S_{66} + \frac{D_I}{\sqrt{1-D_I}} S_{22} \right]^{-1} \quad (\text{A.19})$$

Ces relations montrent que  $D_{II}$  et  $D_{III}$  dépendent uniquement de la variable  $D_I$ . L'approche ici montrée nécessite donc une seule variable scalaire pour décrire un endommagement qui est anisotrope.

Dans le cadre thermodynamique, l'état du matériau est supposé complètement défini par la déformation élastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$  et par la variable d'endommagement  $D \equiv D_I$ . L'inégalité de Clausius-Dunham donne la loi d'état et la dissipation intrinsèque suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \frac{\partial \phi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e}, \quad In_d = Y \dot{D} \geq 0 \quad (\text{A.20})$$

où  $Y = -\rho \frac{\partial \phi}{\partial D}$  représente la force thermodynamique associée à l'endommagement. Pour que l'endommagement soit pris en compte en considérant son effet sur le comportement élastique, le potentiel énergie libre est choisi de la forme :

$$\phi(\underline{\underline{\varepsilon}}^e, D) = \frac{1}{2\rho} {}^t\underline{\underline{\varepsilon}}^e \hat{\underline{\underline{S}}}(D) \underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad (\text{A.21})$$

d'où :

$$\begin{cases} Y = \frac{1}{2} {}^t\underline{\underline{\sigma}} \underline{\underline{H}}' \underline{\underline{\sigma}} \\ \underline{\underline{H}}' = \frac{\partial}{\partial D} \underline{\underline{H}}(D) \end{cases} \quad (\text{A.22})$$

La dissipation intrinsèque peut être exprimée par une fonction  $\Pi_d(\dot{D})$  convexe, positivement homogène de degré I ( $\Pi_d(a\dot{D}) = a\Pi_d(\dot{D})$ ). La forme suivante est choisie pour  $\Pi_d$  :

$$\Pi_d(\dot{D}) = y(D) \dot{D} \quad (\text{A.23})$$

où  $y(D)$  est une fonction positive de la variable  $D$ .

La transformée de Legendre-Fenchel de la fonction  $\Pi_d$  donne :

$$\Pi_d^*(Y) = \sup_{\dot{D} \geq 0} \{ [Y \dot{D} - \Pi_d] \} = \sup_{\dot{D} \geq 0} \{ [Y - y(D)] \dot{D} \} = \begin{cases} 0 & \text{si } Y \leq y(D) \\ +\infty & \text{sinon} \end{cases} \quad (\text{A.24})$$



La fonction ainsi définie est la fonction indicatrice du convexe  $\{Y/Y - y(D) \leq 0\}$ .

$$\begin{cases} \dot{D} \geq 0 & \text{si } Y - y(D) = 0 \\ \dot{D} = 0 & \text{si } Y - y(D) < 0 \end{cases} \quad (\text{A.25})$$

$y(D)$  représente le seuil d'endommagement.

$\dot{D}$  appartenant au sous-différentiel  $\partial \Pi_d^*(Y)$  de  $\Pi_d$ , il vient alors :

$$\dot{D}(Y - Y^*) \geq 0, \quad Y^* \leq y(D) \quad (\text{A.26})$$

Cette inégalité signifie que, parmi toutes les forces thermodynamiques admissibles, la force réelle maximise la dissipation  $In_d$  pour une vitesse d'endommagement donnée. Soit :

$$In_d(Y; \dot{D}) = \max_{Y^* \leq y(D)} In_d(Y^*; \dot{D}) = \min_{Y^* \leq y(D)} - \{In_d(Y^*; \dot{D})\} \quad (\text{A.27})$$

Un tel problème de minimisation sous contrainte peut être transformé en un problème non contraint en introduisant la fonction lagrangienne :

$$\begin{cases} \text{Lag}_d(Y^*; \dot{\lambda}_d) = -In_d(Y^*; \dot{D}) + \dot{\lambda}_d f_d(Y^*; \dot{D}) \\ f_d(Y^*; \dot{D}) = Y^* - y(D) \end{cases} \quad (\text{A.28})$$

avec  $\dot{\lambda}_d$  multiplicateur de Lagrange du problème.

Les conditions de stationnarité de cette fonction permettent alors d'obtenir la loi d'évolution de  $D$  ainsi que les conditions de charges endommageantes :

$$\begin{cases} \frac{\partial \text{Lag}_d}{\partial Y^*} = -\dot{D} + \dot{\lambda}_d = 0 \\ \frac{\partial \text{Lag}_d}{\partial \dot{\lambda}_d} = f_d = 0 \end{cases} \quad (\text{A.29})$$

Le multiplicateur de Lagrange  $\dot{\lambda}_d$  est classiquement obtenu par la condition de cohérence  $\dot{f}_d = 0$ .

Dans le cas du stratifié, en accord avec les résultats expérimentaux, une loi de type puissance est choisie pour le seuil  $y(D)$  :

$$y(D) = Y_c + qD^p \quad (\text{A.30})$$

où  $p$  et  $q$  sont des constantes matérielles et  $Y_c$  le seuil d'endommagement initial.

Finalement, cette formulation permet de représenter le comportement élastique du monocouche du stratifié (où de la paroi végétale) en présence d'endommagement. La cinétique de la variable d'endommagement  $D$  est définie à partir de :

$$\begin{cases} f_d = Y - Y_c - qD^p \\ \dot{D} = 0 \quad \begin{cases} \text{si } f_d < 0 \\ \text{si } f_d = 0 \end{cases} \quad \text{et} \quad \frac{\partial f_d}{\partial Y} \dot{Y} \leq 0 \\ \dot{D} = \dot{\lambda}_d \quad \text{si } f_d = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial f_d}{\partial Y} \dot{Y} > 0 \\ f_d > 0 \quad \text{impossible} \end{cases} \quad (\text{A.31})$$

La modélisation de l'endommagement requiert donc la caractérisation expérimentale de trois paramètres matériaux :  $p$ ,  $q$  et  $Y_c$ . Ces paramètres sont à ce jour inconnus dans le cas de la paroi végétale.

# B

## ANALYSE DE SENSIBILITÉ GLOBALE : LES INDICES DE SOBOL

### B.1 DESCRIPTION DE LA MÉTHODE

Considérons le modèle  $Y$  de l'équation 4.1 :

$$Y = f(X_1, \dots, X_k)$$

Les méthodes d'analyse de sensibilité globales basées sur la décomposition de la variance sont issues du **théorème de la variance totale** :

*Soit un couple  $(X, Y)$  de variables aléatoires, où  $Y$  prend ses valeurs dans  $\mathbb{R}$  et  $X_i$  dans  $\mathbb{R}$  ou  $\mathbb{R}^k$ . Si la variance de  $Y$  est finie, alors :*

$$V(Y) = V(E[Y|X_i]) + E[V(Y|X_i)] \quad (\text{B.1})$$

Ce théorème indique que plus la variable  $X_i$  est importante, plus la valeur de  $V(E[Y|X_i])$  est élevée. L'indice qui quantifie la sensibilité de  $Y$  à  $X_i$  est défini par :

$$S_i = \frac{V(E[Y|X_i])}{V(Y)} = \frac{V_i}{V(Y)} \quad (\text{B.2})$$

Cet indice est appelé *indice du premier ordre* par Sobol [Sobol 93] et il estime la part de variance de  $Y$  due à la variance de  $X_i$ . Parallèlement à l'indice du premier ordre, Sobol propose les *indices d'ordre supérieur*, dont la définition est basée sur la décomposition de la variance ainsi formulée :

$$V(Y) = \sum_{i=1}^k V_i + \sum_{1 \leq i < j \leq k} V_{ij} + \dots + V_{1\dots k} \quad (\text{B.3})$$

où

$$V_{ij} = V(E[Y|X_i, X_j]) - V_i - V_j$$

$$V_{ijl} = V(E[Y|X_i, X_j, X_l]) - V_i - V_j - V_l - V_{ij} - V_{il} - V_{jl}$$

$$V_{1\dots k} = V - \sum_{i=1}^k V_i - \sum_{1 \leq i < j \leq k} V_{ij} - \dots - \sum_{1 \leq i_1 < \dots < i_{k-1} \leq k} V_{i_1 \dots i_{k-1}}$$

Tout comme les indices du premier ordre, les indices d'ordre deux (ou plus) peuvent être définis comme :

$$S_{ij} = \frac{V_{ij}}{V(Y)} \quad (\text{B.4})$$

$$S_{ijl} = \frac{V_{ijl}}{V(Y)} \quad (\text{B.5})$$

...

Les indices d'ordre supérieur à 1 expriment la sensibilité de la variance de  $Y$  à l'interaction des variables  $X_i, X_j, X_l \dots$  et ainsi de suite.

Ces indices sont facilement interprétables : leur somme est égale à 1 (cf. l'équation B.3) et il sont tous positifs, donc plus leur valeur se rapproche de l'unité, plus la ou les variables concernées seront influentes. En considérant les indices d'ordre supérieur à 1, le nombre total d'estimateurs d'importance à calculer s'élève à  $2^k - 1$ . Si le nombre de variables d'entrée est élevé, le nombre d'indices de sensibilité à déterminer augmente exponentiellement, ainsi que le nombre de calculs nécessaires à l'estimation. Des indices de sensibilité appelés *totaux* ont donc été introduits pour la première fois par Homma et Saltelli [Homma 96] , qui expriment la sensibilité totale de la variance  $Y$  à une variable, à savoir la sensibilité à cette variable sous toutes ses formes (sensibilité à la variable seule et sensibilité aux interactions de cette variable avec d'autres variables). L'indice de sensibilité total  $S_{T_i}$  à la variable  $X_i$  est défini comme la somme de tous les indices de sensibilité relatifs à cette variable :

$$S_{T_i} = S_i + S_{ij} + S_{ijl} + \dots + S_{i\dots k} \quad (\text{B.6})$$

L'interprétation des indices totaux est très intuitive : ils quantifient l'effet global d'une variable  $X_i$  sur la réponse du modèle comme étant la somme de la part de variabilité de  $Y$  due à la variance de cette variable et la part due exclusivement aux interactions entre  $X_i$  et les autres.

Les indices totaux s'avèrent particulièrement utiles lorsque le nombre de variables d'intérêt et/ou le temps de calcul nécessaire pour chaque appel au modèle (simulation) se révèlent trop importants pour l'estimation des indices d'ordre supérieur à 1. En effet, si la  $i$ -ème variable est caractérisée par un écart important entre les indices total et du premier ordre, cela indique, suivant la définition de l'indice total (équation B.6), que le modèle est sensible aux interactions de cette variables avec les autres.

## B.2 ESTIMATION DES INDICES

### B.2.1 MÉTHODE DE MONTE CARLO

Considérons un échantillon de taille  $N$  de réalisations des variables d'entrée  $(X_1, \dots, X_k)$  :

$$\tilde{X}_{(N)} = (x_{p1}, \dots, x_{pk}) \quad p = 1, \dots, N$$

L'espérance de  $Y$ ,  $E[Y] = f_0$  et sa variance  $V(Y)$  sont estimées par :

$$\hat{f}_0 = \frac{1}{N} \sum_{p=1}^N f(x_{p1}, \dots, x_{pk}) \quad (\text{B.7})$$

$$\hat{V} = \frac{1}{N} \sum_{p=1}^N f^2(x_{p1}, \dots, x_{pk}) - \hat{f}_0^2 \quad (\text{B.8})$$

L'estimation des indices de sensibilité nécessite l'estimation d'espérance de variance conditionnelle. L'estimation des indices de sensibilité de premier ordre (équation B.2) consiste à estimer la quantité :

$$V_i = V(E[Y|X_i]) = E[E[Y|X_i]^2] - E[E[Y|X_i]]^2 = U_i - E[Y]^2 \quad (\text{B.9})$$

la variance de  $Y$  étant estimée classiquement par l'équation B.8, Sobol [Sobol 93] propose d'estimer la quantité  $U_i$  comme une espérance classique, mais en tenant compte du conditionnement à  $X_i$  en faisant varier dans les deux appels à la fonction  $f$  toutes les variables sauf la variable  $X_i$ . Il est donc nécessaire d'utiliser deux échantillons de  $N$  réalisations des variables d'entrée, notés  $\tilde{X}_{(N)}^{(1)}$  et  $\tilde{X}_{(N)}^{(2)}$ .  $U_i$  est donc estimée par :

$$\hat{U}_i = \frac{1}{N} \sum_{p=1}^N f(x_{p1}^{(1)}, \dots, x_{pi}^{(1)}, \dots, x_{pk}^{(1)}) \times f(x_{p1}^{(2)}, \dots, x_{pi}^{(2)}, \dots, x_{pk}^{(2)}) \quad (\text{B.10})$$

Les indices de sensibilité de premier ordre sont alors estimés par :

$$\hat{S}_i = \frac{\hat{V}_i}{\hat{V}} = \frac{\hat{U}_i - \hat{f}_0^2}{\hat{V}} \quad (\text{B.11})$$

Concernant les indices du deuxième ordre, les quantités  $U_{ij} = E[E[Y|X_i, X_j]^2]$  sont estimées de la même façon, en faisant varier toutes les variables sauf  $X_i$  et  $X_j$ . L'indice du deuxième ordre est donc obtenu par :

$$\hat{S}_{ij} = \frac{\hat{U}_{ij} - \hat{f}_0^2 - \hat{V}_i - \hat{V}_j}{\hat{V}} \quad (\text{B.12})$$

Et ainsi de suite pour les indices d'ordre supérieur.

Concernant les indices totaux, ceux-ci peuvent être estimés de façon directe via la

même démarche utilisée pour les autres indices [Sobol 93]. En effet il est possible d'écrire :

$$S_{T_i} = 1 - \frac{V(E[Y|\mathbf{X}_{\sim i}])}{V(Y)} = 1 - \frac{V_{\sim i}}{V} \quad (\text{B.13})$$

où  $V_{\sim i}$  est la variance de l'espérance de  $Y$  conditionnellement à toutes les variables sauf  $X_i$ .

En utilisant un échantillon de taille  $N$ , le nombre réel de simulations des variables d'entrée nécessaires à l'estimation des indices de sensibilité est  $2N$ , puisque cette estimation nécessite deux plans d'expérience. Le nombre d'appels au modèle est alors  $N \times (k + 1)$ , où  $k$  est le nombre d'indices estimés. Pour un modèle à  $k$  variables d'entrée, l'estimation de tous les indices de sensibilité nécessite  $N \times (2^k)$  appels au modèle. En revanche, n'estimer que les indices du premier ordre et les indices totaux ne demande que  $N \times (2k + 1)$  simulations.

### B.2.2 TECHNIQUES D'ACCÉLÉRATION DE L'ESTIMATION DES INDICES

L'utilisation de la méthode de Monte Carlo n'étant pas optimale d'un point de vue de la convergence, plusieurs techniques ont été proposées pour réduire le temps nécessaire au calcul des indices de sensibilité. Parmi les plus répandues il est possible d'en citer deux : la méthode de Quasi-Monte Carlo [Niederreiter 92], l'échantillonnage préférentiel (*Importance Sampling*, [Hesterberg 88]) et l'échantillonnage stratifié (type hyper cube latin, LHS) [McKay 79].

Les techniques dites Quasi-Monte Carlo représentent la version déterministe des méthodes de Monte Carlo. Le but de ces méthodes est de définir des séquences de paramètres qui couvrent l'espace des variables d'entrée de façon plus homogène.

L'échantillonnage préférentiel peut être utilisé dans le cadre de la méthode de Monte Carlo : le principe de la méthode consiste essentiellement à "guider" le tirage à travers la définition d'une densité de probabilité biaisée de façon à privilégier les variables d'entrée que l'on sait être les plus influentes sur la réponse observée.

L'échantillonnage stratifié consiste à découper l'espace des variables d'entrée en petits espaces séparés, puis à échantillonner au sein de chacun de ces sous espaces. L'échantillonnage LHS s'assure que la division ait défini des espaces équiprobables, et que chaque espace est ensuite bien échantillonné.

L'avantage de ces méthodes est lié au balayage plus efficace de l'espace des variables d'entrée, ce qui a pour conséquence une réduction du nombre de calculs nécessaires pour l'estimation des indices de sensibilité.

## CONTRIBUTIONS

### *Publications*

**A. Del Masto**, F. Trivaudey, V. Guicheret-Retel, V. Placet, L. Boubakar, (2017), *Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres : a numerical investigation of the relationships between 3D geometry and tensile behaviour*, Journal of Materials Science, 52, 6591–6610.

### *Actes de conférence*

**A. Del Masto**, F. Trivaudey, V. Guicheret-Retel, V. Placet, L. Boubakar, *A multiscale stochastic approach for the study of the nonlinear tensile behaviour of plant fibre composites*, 21st International Conference on Composite Materials (ICCM-21), Xi'an, China, 20-25 August 2017.

**A. Del Masto**, V. Placet, F. Trivaudey, *Vers la caractérisation de la propagation du comportement non-linéaire en traction de la fibre végétale élémentaire aux renforts unidirectionnels : une approche numérique*, JNC 20 – Journées Nationales sur les Composites, École des Ponts ParisTech, Paris, France, 28-30 juin 2017.

### *Conférences sans actes*

**A. Del Masto**, F. Trivaudey, V. Guicheret-Retel, V. Placet, L. Boubakar, *Relationships between 3D geometry and tensile behaviour of plant fibres : a numerical study based on anisotropic viscoelastic model*, EUROMECH 569 Multiscale Modeling of Fibrous and Textile Materials, 5–7 April 2016, Chatenay-Malabry, France.

**A. Del Masto**, F. Trivaudey, V. Guicheret-Retel, V. Placet, L. Boubakar, *Propagation du comportement non-linéaire en traction de la fibre végétale élémentaire aux faisceaux de fibres : caractérisation des effets morphologiques par simulation numérique*, 2ème édition JJC - Journées Jeunes Chercheurs Eco-composites et Composites Bio-sourcés 6 et 7 avril 2016, IFMA Clermont-Ferrand, France.

**A. Del Masto**, V. Placet, F. Trivaudey, *Modelling the influence of 3D plant fibres morphology on their tensile behaviour*, 5th International Conference on Innovative Natural Fibre Composites for Industrial Applications, Università La Sapienza, Rome, Italy, October 15 -16, 2015.



## BIBLIOGRAPHIE

- [Abdul Khalil 00] H. P. Abdul Khalil & H. Ismail. *Effect of acetylation and coupling agent treatments upon biological degradation of plant fibre reinforced polyester composites*. Polymer Testing, vol. 20, no. 1, pages 65–75, 2000. 130
- [Alcock 18] M. Alcock, S. Ahmed, S. Du Charme & C. Ulven. *Influence of stem diameter on fiber diameter and the mechanical properties of technical flax fibers from linseed flax*. Fibers, vol. 6, no. 1, 2018. 155
- [Allegra 86] G. Allegra. *Strain-Induced Crystallization in Rubbers*, pages 303–314. Springer US, Boston, MA, 1986. 26
- [Altaner 08] C. M. Altaner & M. C. Jarvis. *Modelling polymer interactions of the 'molecular Velcro' type in wood under mechanical stress*. Journal of Theoretical Biology, vol. 253, no. 3, pages 434–445, 2008. 21, 24, 28
- [Andersons 15] J. Andersons, J. Modniks & E. Spārniņš. *Modeling the nonlinear deformation of flax-fiber-reinforced polymer matrix laminates in active loading*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, vol. 34, no. 3, pages 248–256, 2015. 46, 49, 228
- [Andersson 06] S. Andersson. *A Study of the Nanostructure of the Cell Wall of the Tracheids of Conifer Xylem by X-Ray Scattering*. PhD thesis, University of Helsinki, Finland, 2006. 22
- [ANSES 15] ANSES. *Effets sanitaires et identification des fragments de clivage d'amphiboles issus des matériaux de carrière*. Rapport technique, 2015. 18
- [Arnould 17] O. Arnould, D. Siniscalco, A. Bourmaud, A. Le Duigou & C. Baley. *Better insight into the nano-mechanical properties of flax fibre cell walls*. Industrial Crops and Products, vol. 97, no. March, pages 224–228, 2017. 58, 62
- [Aslan 11] M. Aslan, G. Chinga-Carrasco, B. F. Sørensen & B. Madsen. *Strength variability of single flax fibres*. Journal of Materials Science, vol. 46, no. 19, pages 6344–6354, 2011. 11, 37
- [Aslan 12] M. Aslan. *Characterisation of flax fibers and flax fiber composites. Being cellulose based sources of materials*. PhD thesis, Technical University of Denmark DTU, 2012. 11, 23
- [Astley 01] O. M. Astley & A. M. Donald. *A small-angle X-ray scattering study of the effect of hydration on the microstructure of flax fibers*. Biomacromolecules, vol. 2, no. 3, pages 672–680, 2001. 26
- [Astley 03] O. M. Astley & A. M. Donald. *The tensile deformation of flax fibres as studied by X-ray scattering*. Journal of Materials Science, vol. 38, no. 1, pages 165–171, 2003. 26
- [Azzi 65] V. D. Azzi & S. W. Tsai. *Anisotropic strength of composites - Investigation aimed at developing a theory applicable to laminated as well as unidirectional composites, employing simple material properties derived from unidirectional specimens alone*. Experimental Mechanics, vol. 5, no. 9, pages 283–288, 1965. 109



- [Baley 02] C. Baley. *Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase*. Composites - Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 33, no. 7, pages 939–948, 2002. 28, 74, 103, 109, 124
- [Baley 05] C. Baley. *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*. Techniques de l'ingénieur Surfaces et structures fonctionnelles, vol. base docum, no. ref. article : n2220, 2005. 103
- [Baley 06] C. Baley, Y. Perrot, F. Busnel, H. Guezenoc & P. Davies. *Transverse tensile behaviour of unidirectional plies reinforced with flax fibres*. Materials Letters, vol. 60, no. 24, pages 2984–2987, 2006. 10
- [Barbulée 17] A. Barbulée & M. Gomina. *Variability of the mechanical properties among flax fiber bundles and strands*. Procedia Engineering, vol. 200, pages 487–493, 2017. 185
- [Beaugrand 17] J. Beaugrand, S. Guessasma & J. E. Maigret. *Damage mechanisms in defected natural fibers*. Scientific Reports, vol. 7, no. 1, pages 1–7, 2017. 28, 29, 227
- [Bensadoun 17] F. Bensadoun, I. Verpoest, J. Baets, J. Müssig, N. Graupner, P. Davies, M. Gomina, A. Kervoele & C. Baley. *Impregnated fibre bundle test for natural fibres used in composites*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, vol. 36, no. 13, pages 942–957, 2017. 35
- [Bergander 02] A. Bergander & L. Salmén. *Cell wall properties and their effects on the mechanical properties of fibers*. Journal of Materials Science, vol. 37, no. 1, pages 151–156, 2002. 38, 39, 44, 103, 228
- [Berges 17] M. Berges, B. Piezel, V. Person, S. Corn, S. Fontaine, P. Ienny, V. Placet & R. Léger. *Microstructure et vieillissement hygrothermique de composites renforcés de fibres de lin unidirectionnelles*. In Journées Nationales sur les Composites 2017, 2017. 9
- [Bergfjord 10] C. Bergfjord & B. Holst. *A procedure for identifying textile bast fibres using microscopy : Flax, nettle/ramie, hemp and jute*. Ultramicroscopy, vol. 110, no. 9, pages 1192–1197, 2010. 103
- [Berveiller 05] M. Berveiller. *Éléments finis stochastiques : approches intrusive et non intrusive pour des analyses de fiabilité*. 2005. 161, 162, 163
- [Berveiller 06] M. Berveiller, B. Sudret & M. Lemaire. *Stochastic finite element : a non intrusive approach by regression*. Revue européenne de mécanique numérique, vol. 15, no. 1-2-3, pages 81–92, 2006. 160, 161, 162
- [Biagiotti 04a] J. Biagiotti, D. Puglia & J. M. Kenny. *A Review on Natural Fibre- Based Composites — Part II*. Journal of Natural Fibers, vol. 1, no. 2, pages 37–68, 2004. 36
- [Biagiotti 04b] J. Biagiotti, D. Puglia & J. M. Kenny. *A Review on Natural Fibre Based Composites— Part I : Structure, Processing and Properties of Vegetable Fibres*. Journal of Natural Fibers, vol. 1, no. 2, 2004. 21
- [Bilisik 13] K. Bilisik. *Three-dimensional braiding for composites : A review*. Textile Research Journal, vol. 83, no. 13, pages 1414–1436, 2013. 31, 227
- [Blake 08] A. W. Blake, S. E. Marcus, J. E. Copeland, R. S. Blackburn & J. P. Knox. *In situ analysis of cell wall polymers associated with phloem fibre cells in stems of hemp, Cannabis sativa L.* Planta, vol. 228, no. 1, pages 1–13, 2008. 74
- [Bledzki 99] A. Bledzki. *Composites reinforced with cellulose based fibres*. Progress in Polymer Science, vol. 24, no. 2, pages 221–274, 1999. 36

- 
- [Bodros 08] E. Bodros & C. Baley. *Study of the tensile properties of stinging nettle fibres (Urtica dioica)*. Materials Letters, vol. 62, no. 14, pages 2147–2149, 2008. 74, 122, 124
- [Bornert 01a] M. Bornert, T. Bretheau & P. Gilormini. Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques. Hermes science, 2001. 132
- [Bornert 01b] M. Bornert, T. Bretheau & P. Gilormini. Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 2 : Comportements non linéaires et problèmes ouverts. Hermes science, 2001. 132
- [Bos 04] H. Bos. *The Potential of Flax Fibres as Reinforcement for Composite Materials*. PhD thesis, Technische Universiteit Eindhoven, Netherlands, 2004. 36, 103, 155
- [Boubakar 02] M. L. Boubakar, F. Trivaudey, D. Perreux & L. Vang. *A meso-macro finite element modelling of laminate structures part I : Time-independent behaviour*. Composite Structures, vol. 58, no. 2, pages 271–286, 2002. 57, 64, 199
- [Boubakar 03] M. L. Boubakar, L. Vang, F. Trivaudey & D. Perreux. *A meso-macro finite element modelling of laminate structures Part II : Time-dependent behaviour*. Composite Structures, vol. 60, no. 3, pages 275–305, 2003. 57, 64, 197, 199
- [Bourmaud 10] A. Bourmaud & C. Baley. *Effects of thermo mechanical processing on the mechanical properties of biocomposite flax fibers evaluated by nanoindentation*. Polymer Degradation and Stability, vol. 95, no. 9, pages 1488–1494, 2010. 130
- [Bourmaud 11] A. Bourmaud, V. Keryvin, L. Charleux & C. Baley. *Approche du comportement viscoélastique d’une fibre de lin par analyse du recouvrement d’empreintes de nanoindentation*. In 17èmes Journées Nationales sur les Composites, JNC17, pages 1–8, 2011. 58, 62
- [Bourmaud 13a] A. Bourmaud, G. Ausias, G. Lebrun, M. L. Tachon & C. Baley. *Observation of the structure of a composite polypropylene/flax and damage mechanisms under stress*. Industrial Crops and Products, vol. 43, no. 1, pages 225–236, 2013. 130, 135
- [Bourmaud 13b] A. Bourmaud, C. Morvan, A. Bouali, V. Placet, P. Perré & C. Baley. *Relationships between micro-fibrillar angle, mechanical properties and biochemical composition of flax fibers*. Industrial Crops and Products, vol. 44, pages 343–351, 2013. 11, 23, 98
- [Bourmaud 15] A. Bourmaud, M. Gibaud, A. Lefeuvre, C. Morvan & C. Baley. *Influence of the morphology characters of the stem on the lodging resistance of Marylin flax*. Industrial Crops and Products, vol. 66, no. 1, pages 27–37, 2015. 20, 227
- [Bourmaud 17] A. Bourmaud, J. Malvestio, N. Lenoir, D. Siniscalco, A. Habrant, A. King, D. Legland, C. Baley & J. Beaugrand. *Exploring the mechanical performance and in-planta architecture of secondary hemp fibres*. Industrial Crops and Products, vol. 108, no. April, pages 1–5, 2017. 74
- [Bourmaud 18] A. Bourmaud, J. Beaugrand, D. U. Shah, V. Placet & C. Baley. *Towards the design of high-performance plant fibre composites*. Progress in Materials Science, vol. 97, no. May, pages 347–408, 2018. 18, 20, 42, 227
- [Bunsell 09] A. R. Bunsell. Handbook of Tensile Properties of Textile and Technical Fibres. 2009. 103
-

- [Cadu 18] T. Cadu, M. Berges, O. Sicot, V. Person, B. Piezel, L. Van Schoors, V. Placet, S. Corn, R. Léger, L. Divet, P. Ienny & S. Fontaine. *What are the key parameters to produce a high-grade bio-based composite ? Application to flax/epoxy UD laminates produced by thermocompression*. Composites Part B : Engineering, vol. 150, pages 36–46, 2018. 11
- [Campolongo 07] F. Campolongo, J. Cariboni & A. Saltelli. *An effective screening design for sensitivity analysis of large models*. Environmental Modelling and Software, vol. 22, no. 10, pages 1509–1518, 2007. 106
- [Cantero 03] G. Cantero, A. Arbelaiz, R. Llano-Ponte & I. Mondragon. *Effects of fibre treatment on wettability and mechanical behaviour of flax/polypropylene composites*. Composites Science and Technology, vol. 63, no. 9, pages 1247–1254, 2003. 130
- [Carbillet 05] S. Carbillet. *Contribution aux calculs fiabilistes sur des structures composites*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, 2005. 56, 57, 200, 228, 231
- [Carbillet 17] S. Carbillet, F. Trivaudey, F. Richard & M. L. Boubakar. *Identification of non-linear behavior models with restricted or redundant data*. 2017. 62
- [Charlet 08] K. Charlet. *Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques*. page 184, 2008. 11, 20, 28, 35, 36, 37, 99, 122, 124, 181
- [Charlet 09] K. Charlet, S. Eve, J. P. Jernot, M. Gomina & J. Breard. *Tensile deformation of a flax fiber*. Procedia Engineering, vol. 1, no. 1, pages 233–236, 2009. 11, 23, 185
- [Charlet 10] K. Charlet, J. P. Jernot, J. Breard & M. Gomina. *Scattering of morphological and mechanical properties of flax fibres*. Industrial Crops and Products, vol. 32, no. 3, pages 220–224, 2010. 21, 37, 74, 80, 98, 103, 109, 124, 155, 227
- [Chen 04] W. Chen, G. C. Lickfield & C. Q. Yang. *Molecular modeling of cellulose in amorphous state. Part I : Model building and plastic deformation study*. Polymer, vol. 45, no. 3, pages 1063–1071, 2004. 103
- [Christensen 13] R. Christensen. *The Thoery of Materials failure*. page 298, 2013. 109
- [Cisse 14] O. Cisse. *Caractérisation du comportement hygro-mécanique des fibres libériennes élémentaires issues du chanvre*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, Besançon, 2014. 11, 23, 62, 66, 77, 100, 102, 228
- [Cisse 15] O. Cisse, V. Placet, V. Guicheret-Retel, F. Trivaudey & M. L. Boubakar. *Creep behaviour of single hemp fibres. Part I : viscoelastic properties and their scattering under constant climate*. Journal of Materials Science, vol. 50, no. 4, pages 1996–2006, 2015. 27, 62, 227
- [Cook 01] J. G. Cook. *Handbook of Textile Fibres. Volume 1 : Natural Fibres*. Woodhead Publishing Limited, Cambridge England, 5th editio edition, 2001. 21, 99
- [Coroller 13] G. Coroller, A. Lefeuvre, A. Le Duigou, A. Bourmaud, G. Ausias, T. Gaudry & C. Baley. *Effect of flax fibres individualisation on tensile failure of flax/epoxy unidirectional composite*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 51, pages 62–70, 2013. 130, 135, 181
- [Crônier 05] D. Crônier, B. Monties & B. Chabbert. *Structure and chemical composition of bast fibers isolated from developing hemp stem*. Journal of Agricultural and Food Chemistry, vol. 53, no. 21, pages 8279–8289, 2005. 77, 103

- [Cukier 73] R. I. Cukier, C. M. Fortuin, K. E. Shuler, A. G. Petschek & J. H. Schaibly. *Study of the sensitivity of coupled reaction systems to uncertainties in rate coefficients. I Theory.* The Journal of Chemical Physics, vol. 59, no. 8, pages 3873–3878, 1973. 106
- [Cukier 75] R. I. Cukier, J. H. Schaibly & K. E. Shuler. *Study of the sensitivity of coupled reaction systems to uncertainties in rate coefficients. III. Analysis of the approximations.* The Journal of Chemical Physics, vol. 63, no. 3, pages 1140–1149, aug 1975. 106
- [de Rocquigny 08] E. de Rocquigny, N. Devictor & S. Tarantola. *Uncertainty in Industrial Practice : A Guide to Quantitative Uncertainty Management.* Wiley, 2008. 103, 104, 105, 159, 229
- [Delobelle 88] P. Delobelle. *Sur les lois de comportement viscoplastique à variables internes. Exemple de deux alliages industriels : inoxydable 17-12 SPH et superalliage INCO 718.* Revue de Physique Appliquée, vol. 23, pages 1–61, 1988. 198
- [Dinh 09] H. M. Dinh, C. Paris, P. Colomban & B. Mauchamp. *Structure, micro-et nanomécanique de fibres de soie.* Rapport technique, 2009. 18
- [Dixon 06] P. M. Dixon. *Ripley's K Function*, 2006. 146
- [Dong 10] F. Dong, A.-M. Olsson & L. Salmén. *Fibre morphological effects on mechano-sorptive creep.* Wood Science and Technology, vol. 44, pages 475–483, 2010. 27
- [Doroudgarian 16] N. Doroudgarian. *Mechanical and Environmental Durability of High Performance Bio-based Composites.* PhD thesis, Luleå University of Technology, 2016. 9
- [Doumbia 15] A. S. Doumbia, M. Castro, D. Jouannet, A. Kervoëlen, T. Falher, L. Cauret & A. Bourmaud. *Flax/polypropylene composites for lightened structures : Multiscale analysis of process and fibre parameters.* Materials and Design, vol. 87, pages 331–341, 2015. 9, 18, 130
- [Dufresne 12] A. Dufresne. *Cellulose and potential reinforcement.* In Nanocellulose. From Nature to High Performance Tailored Materials, numéro c, pages 1–42. 2012. 21, 103, 111
- [Duval 11] A. Duval, A. Bourmaud, L. Augier & C. Baley. *Influence of the sampling area of the stem on the mechanical properties of hemp fibers.* Materials Letters, vol. 65, no. 4, pages 797–800, 2011. 11, 23, 37, 74, 81, 109, 122, 124
- [Eichhorn 01] S. J. Eichhorn, C. A. Baillie, N. Zafeiropoulos, L. Y. Mwaikambo, M. P. Ansell, A. Dufresne, K. M. Entwistle, P. J. Herrera-Franco, G. C. Escamilla, L. Groom, M. Hughes, C. Hill, T. G. Rials & P. M. Wild. *Current international research into cellulosic fibres and composites.* Journal of Materials Science, vol. 36, no. 9, pages 2107–2131, 2001. 22
- [EL-Wazery 17] M. EL-Wazery, M. EL-Elamy & S. Zoalfakar. *Mechanical properties of glass fiber reinforced polyester composites.* International Journal of Applied Science and Engineering, vol. 14, no. 3, pages 121–131, 2017. 10, 227
- [Emons 98] A. M. C. Emons & B. M. Mulder. *The making of the architecture of the plant cell wall : How cells exploit geometry.* Proceedings of the National Academy of Sciences, vol. 95, no. 12, pages 7215–7219, 1998. 22, 227
- [Fahlén 05] J. Fahlén. *The cell wall ultrastructure of wood fibres – effects of the chemical pulp fibre line.* PhD thesis, Royal Institute of Technology (KTH), Stockholm, Sweden, 2005. 22

- [Fan 10] M. Fan. *Characterization and performance of elementary hemp fibers : factors influencing tensile strength*. Bioresources, vol. 5, no. 4, pages 2307 – 2322, 2010. 11, 23, 109, 124
- [FAO 12] FAO. *Unlocking the commercial potential of natural fibres*. Rapport technique, Trade and Market Division, 2012. 19
- [FAO 15] FAO. *Future Fibres*, 2015. 19
- [Feng 03] Y. T. Feng, K. Han & D. R. Owen. *Filling domains with disks : An advancing front approach*. International Journal for Numerical Methods in Engineering, vol. 56, no. 5, pages 699–713, 2003. 141
- [Feyel 98] F. Feyel. Application du calcul parallèle aux modèles à grand nombre de variables internes. Note technique. ONERA, 1998. 136
- [Feyel 00] F. Feyel & J.-L. Chaboche. *FE2 multiscale approach for modelling the elastoviscoplastic behaviour of long fibre SiC/Ti composite materials*. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 183, no. 3-4, pages 309–330, 2000. 132
- [François 15] C. François. *Caractérisation des fibres extra-xylémiennes de chanvre*. Rapport de projet de fin d’études, ENSMM, page 63, 2015. 20, 76, 159, 227
- [Fuentes 17] C. A. Fuentes, P. Willekens, J. Petit, C. Thouminot, J. Müssig, L. M. Trindade & A. W. Van Vuure. *Effect of the middle lamella biochemical composition on the non-linear behaviour of technical fibres of hemp under tensile loading using strain mapping*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 101, pages 529–542, 2017. 28, 29, 30, 54, 121, 227
- [Gassan 01] J. Gassan, A. Chate & A. K. Bledzki. *Calculation of elastic properties of natural fibers*. Journal of Materials Science, vol. 36, no. 15, pages 3715–3720, 2001. 42, 44, 74, 78, 81, 86, 103, 228
- [Geuzaine 09] C. Geuzaine & J. F. Remacle. *Gmsh : A 3-D finite element mesh generator with built-in pre- and post-processing facilities*. International Journal for Numerical Methods in Engineering, vol. 79, no. 11, pages 1309–1331, 2009. 142
- [Ghanem 90] R. Ghanem & P. D. Spanos. *Polynomial Chaos in Stochastic Finite Elements*. Journal of Applied Mechanics, vol. 57, no. 1, page 197, 1990. 161, 174
- [Ghosh 11] S. Ghosh. *Micromechanical Analysis and Multi-Scale Modeling Using the Voronoi Cell Finite Element Method*. 2011. 132
- [Gitman 07] I. M. Gitman, H. Askes & L. J. Sluys. *Representative volume : Existence and size determination*. Engineering Fracture Mechanics, vol. 74, no. 16, pages 2518–2534, 2007. 134
- [Goutianos 03] S. Goutianos & T. Peijs. *The optimisation of flax fibre yarns for the development of high-performance natural fibre composites*. Advanced Composites Letters, vol. 12, no. 6, pages 237–241, 2003. 32
- [Goutianos 06] S. Goutianos, T. Peijs, B. Nystrom & M. Skrifvars. *Development of flax fibre based textile reinforcements for composite applications*. Applied Composite Materials, vol. 13, no. 4, pages 199–215, 2006. 32
- [Griffith 21] A. A. Griffith. *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*. Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences, vol. 221, no. 582-593, pages 163–198, 1921. 66
- [Grishanov 06] S. A. Grishanov, R. J. Harwood & I. Booth. *A method of estimating the single flax fibre fineness using data from the LaserScan system*. Industrial Crops and Products, vol. 23, no. 3, pages 273–287, 2006. 100, 103, 155

- 
- [Guicheret-Retel 15] V. Guicheret-Retel, O. Cisse, V. Placet, J. Beaugrand, M. Pernes & M. L. Boubakar. *Creep behaviour of single hemp fibres. Part II : Influence of loading level, moisture content and moisture variation*. Journal of Materials Science, vol. 50, no. 5, pages 2061–2072, 2015. 27, 61, 62, 227
- [Gurunathan 15] T. Gurunathan, S. Mohanty & S. K. Nayak. *A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives*, 2015. 18
- [Habeger 01] C. C. Habeger, D. W. Coffin & B. Hojjatie. *Influence of humidity cycling parameters on the moisture-accelerated creep of polymeric fibers*. Journal of Polymer Science, Part B : Polymer Physics, vol. 39, no. 17, pages 2048–2062, 2001. 27
- [Hamad 02] W. Hamad. *Cellulosic Materials : Fibers, Networks and Composites*. 2002. 103
- [Hashin 80] Z. Hashin. *Failure Criteria for Unidirectional Fiber Composites*. Journal of Applied Mechanics, vol. 47, no. 2, page 329, 1980. 109
- [Hearle 63] J. W. Hearle. *The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers*. Journal of Applied Polymer Science, vol. 7, no. 4, pages 1207–1223, 1963. 22, 103
- [Hernandez-Estrada 16] A. Hernandez-Estrada, H. J. Gusovius, J. Müssig & M. Hughes. *Assessing the susceptibility of hemp fibre to the formation of dislocations during processing*. Industrial Crops and Products, vol. 85, pages 382–388, 2016. 22
- [Hesterberg 88] T. C. Hesterberg. *Advances in importance sampling*. PhD thesis, Stanford University, 1988. 206
- [Hill 50] R. Hill. *The mathematical theory of plasticity*. Oxford engineering science series. Clarendon Press, Oxford, 1950. 109
- [Ho 12] M.-p. Ho, H. Wang, J.-H. Lee, C.-K. Ho, K.-T. Lau, J. Leng & D. Hui. *Critical factors on manufacturing processes of natural fibre composites*. Composites Part B, vol. 8, no. 8, pages 3549–3562, 2012. 19, 130
- [Homma 96] T. Homma & A. Saltelli. *Importance measures in global sensitivity analysis of nonlinear models*. Reliability Engineering & System Safety, vol. 52, no. 1, pages 1–17, 1996. 204
- [Hosseini 15] N. Hosseini, S. Javid, A. Amiri, C. Ulven, D. C. Webster & G. Karami. *Micromechanical Viscoelastic Analysis of Flax Fiber Reinforced Bio-Based Polyurethane Composites*. Journal of Renewable Materials, vol. 3, no. 3, pages 205–215, 2015. 47, 49
- [Hughes 07] M. Hughes, J. Carpenter & C. Hill. *Deformation and fracture behaviour of flax fibre reinforced thermosetting polymer matrix composites*. Journal of Materials Science, vol. 42, no. 7, pages 2499–2511, 2007. 10, 35, 181
- [Hughes 12] M. Hughes. *Defects in natural fibres : Their origin, characteristics and implications for natural fibre-reinforced composites*. Journal of Materials Science, vol. 47, no. 2, pages 599–609, 2012. 22
- [Illian 08] J. Illian, A. Penttinen, H. Stoyan & D. Stoyan. *Statistical Analysis and Modelling of Spatial Point Patterns*, volume 76. John Wiley & Sons, Ltd., 2008. 146
- [Ishikawa 97] A. Ishikawa, T. Okano & J. Sugiyama. *Fine structure and tensile properties of ramie fibres in the crystalline form of cellulose I, II, III and IVI*. Polymer, vol. 38, no. 2, pages 463–468, 1997. 111
-

- [Islam 11] M. S. Islam, K. L. Pickering & N. J. Foreman. *Influence of Alkali Fiber Treatment and Fiber Processing on the Mechanical Properties of Hemp/Epoxy Composites*. Journal of Applied Polymer Science, vol. 119, pages 3696–3707, 2011. 11, 36
- [Isukapalli 99] S. S. Isukapalli. *Uncertainty Analysis of Transport-Transformation Models*. page 218, 1999. 162, 163, 174
- [Jayne 60] B. Jayne. *Some mechanical properties of wood fibres in tension*. Forest Products Journal, vol. 10, no. 6, pages 316–322, 1960. 66
- [Jodrey 85] W. S. Jodrey & E. M. Tory. *Computer simulation of close random packing of equal spheres*. Physical Review A, vol. 32, no. 4, pages 2347–2351, 1985. 141
- [Joffre 14] T. Joffre, A. Miettinen, F. Berthold & E. K. Gamstedt. *X-ray micro-computed tomography investigation of fibre length degradation during the processing steps of short-fibre composites*. Composites Science and Technology, vol. 105, pages 127–133, 2014. 74
- [Joffre 16] T. Joffre, P. Isaksson, P. J. Dumont, S. R. du Roscoat, S. Sticko, L. Orgéas & E. K. Gamstedt. *A Method to Measure Moisture Induced Swelling Properties of a Single Wood Cell*. Experimental Mechanics, vol. 56, no. 5, pages 723–733, 2016. 40, 41, 44, 228
- [Joseph 95] E. Joseph. *Modélisation du comportement en fatigue d'un composite stratifié verre-époxy : aspects théorique et expérimental*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, Besançon, 1995. 56
- [Joshi 04] S. V. Joshi, L. T. Drzal, A. K. Mohanty & S. Arora. *Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 35, no. 3, pages 371–376, 2004. 19
- [Kabir 12] M. M. Kabir, H. Wang, K. T. Lau & F. Cardona. *Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites : An overview*. Composites Part B : Engineering, vol. 43, no. 7, pages 2883–2892, 2012. 130
- [Kanouté 09] P. Kanouté, D. P. Boso, J. L. Chaboche & B. A. Schrefler. *Multiscale methods for composites : A review*. Archives of Computational Methods in Engineering, vol. 16, no. 1, pages 31–75, 2009. 132
- [Keckes 03] J. Keckes, I. Burgert, K. Frühmann, M. Müller, K. Kölln, M. Hamilton, M. Burghammer, S. V. Roth, S. Stanzl-Tschegg & P. Fratzl. *Cell-wall recovery after irreversible deformation of wood*. Nature Materials, vol. 2, no. 12, pages 810–813, 2003. 24, 28
- [Keller 03] A. Keller. *Compounding and mechanical properties of biodegradable hemp fibre composites*. Composites Science and Technology, vol. 63, no. 9, pages 1307–1316, 2003. 81
- [Keryvin 15] V. Keryvin, M. Lan, A. Bourmaud, T. Parenteau, L. Charleux & C. Bailey. *Analysis of flax fibres viscoelastic behaviour at micro and nano scales*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 68, pages 219–225, 2015. 27, 58, 59, 228
- [Khalfallah 14] M. Khalfallah, B. Abbès, F. Abbès, Y. Q. Guo, V. Marcel, A. Duval, F. Vanfleteren & F. Rousseau. *Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites : A new alternative for automotive applications*. Materials and Design, vol. 64, pages 116–126, 2014. 11, 33, 34, 35
- [Kölln 05] K. Kölln, I. Grotkopp, M. Burghammer, S. V. Roth, S. S. Funari, M. Dommach & M. Müller. *Mechanical properties of cellulose fibres and wood*.

- Orientational aspects in situ investigated with synchrotron radiation.* In Journal of Synchrotron Radiation, volume 12, pages 739–744, 2005. 25
- [Kulasinski 14] K. Kulasinski, S. Keten, S. V. Churakov, R. Guyer, J. Carmeliet & D. Derome. *Molecular mechanism of moisture-induced transition in amorphous cellulose.* ACS Macro Letters, vol. 3, no. 10, pages 1037–1040, 2014. 111
- [Ladevèze 92] P. Ladevèze. *A damage computational method for composite structures.* Computers and Structures, vol. 44, no. 1-2, pages 79–87, 1992. 46
- [Lazuardi 98] D. Lazuardi. *Une approche du rôle des contraintes internes liées à l'élaboration sur le comportement des composites stratifiés.* PhD thesis, Université de Franche-Comté, Besançon, 1998. 56, 57
- [Le Duigou 12] A. Le Duigou, A. Bourmaud, E. Balnois, P. Davies & C. Baley. *Improving the interfacial properties between flax fibres and PLLA by a water fibre treatment and drying cycle.* Industrial Crops and Products, vol. 39, no. 1, pages 31–39, 2012. 29, 227
- [Le Duigou 14] A. Le Duigou, C. Baley, Y. Grohens, P. Davies, J. Y. Cognard, R. Créach-Cadec & L. Sohier. *A multi-scale study of the interface between natural fibres and a biopolymer.* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 65, pages 161–168, 2014. 28
- [Le Gratiet 17] L. L. Le Gratiet, S. Marelli & B. Sudret. *Metamodel-based sensitivity analysis : Polynomial chaos expansions and gaussian processes.* In Handbook of Uncertainty Quantification, pages 1289–1325. Springer International Publishing, Cham, 2017. 164
- [Le Moal 93] P. Le Moal. *Comportement viscoélastique de stratifiés verre-epoxy : Des propriétés des constituants à celles du matériau composite.* PhD thesis, Université de Franche-Comté, Besançon, 1993. 56, 57
- [Lebrun 13] G. Lebrun, A. Couture & L. Laperrière. *Tensile and impregnation behavior of unidirectional hemp/paper/epoxy and flax/paper/epoxy composites.* Composite Structures, vol. 103, pages 151–160, 2013. 10, 35, 36
- [Lefeuvre 14a] A. Lefeuvre, A. Bourmaud, C. Morvan & C. Baley. *Elementary flax fibre tensile properties : Correlation between stress-strain behaviour and fibre composition.* Industrial Crops and Products, vol. 52, pages 762–769, 2014. 11, 23, 37, 98, 111, 122, 165, 233
- [Lefeuvre 14b] A. Lefeuvre, A. Bourmaud, C. Morvan & C. Baley. *Tensile properties of elementary fibres of flax and glass : Analysis of reproducibility and scattering.* Materials Letters, vol. 130, pages 289–291, 2014. 23, 37
- [Lennholm 94] H. Lennholm, T. Larsson & T. Iversen. *Determination of cellulose Ia and Ib in lignocellulosic materials.* Carbohydrate Research, vol. 261, no. 1, pages 119–131, 1994. 21
- [Liese 85] W. Liese. *Anatomy and properties of bamboo.* In Bamboo Workshop Hangzhou, pages 196–207, 1985. 19
- [Liu 16a] M. Liu, A. S. Meyer, D. Fernando, D. A. S. Silva, G. Daniel & A. Thygesen. *Effect of pectin and hemicellulose removal from hemp fibres on the mechanical properties of unidirectional hemp/epoxy composites.* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 90, pages 724–735, 2016. 36, 54
- [Liu 16b] M. Liu, D. A. S. Silva, D. Fernando, A. S. Meyer, B. Madsen, G. Daniel & A. Thygesen. *Controlled retting of hemp fibres : Effect of hydrothermal pre-treatment and enzymatic retting on the mechanical properties of unidirectional hemp/epoxy composites.* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 88, pages 253–262, 2016. 36



- [Lucintel 11] Lucintel. *Opportunities in Natural Fiber Composites*, 2011. 32
- [Madsen 04] B. Madsen. *Properties of Plant Fibre Yarn Polymer Composites*. Thesis, page 218, 2004. 36, 37, 103, 150, 227
- [Madsen 09] B. Madsen, A. Thygesen & H. Lilholt. *Plant fibre composites - porosity and stiffness*. Composites Science and Technology, vol. 69, no. 7-8, pages 1057–1069, 2009. 133
- [Mahboob 17a] Z. Mahboob, Y. Chemisky, F. Meraghni & H. Bougherara. *Mesoscale modelling of tensile response and damage evolution in natural fibre reinforced laminates*. Composites Part B : Engineering, vol. 119, pages 168–183, 2017. 46, 47, 49, 228
- [Mahboob 17b] Z. Mahboob, I. El Sawi, R. Zdero, Z. Fawaz & H. Bougherara. *Tensile and compressive damaged response in Flax fibre reinforced epoxy composites*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 92, pages 118–133, 2017. 12
- [Maire 92] J.-F. Maire. *Etudes théorique et expérimentale du comportement de matériaux composites en contraintes planes*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, 1992. 56, 61
- [Malliavin 97] P. Malliavin. *Stochastic Analysis*. Springer, 1997. 161
- [Marklund 09a] E. Marklund & J. Varna. *Modeling the effect of helical fiber structure on wood fiber composite elastic properties*. Applied Composite Materials, vol. 16, no. 4, pages 245–262, 2009. 40
- [Marklund 09b] E. Marklund & J. Varna. *Modeling the hygroexpansion of aligned wood fiber composites*. Composites Science and Technology, vol. 69, no. 7-8, pages 1108–1114, 2009. 9, 40
- [Marrot 13] L. Marrot, A. Lefeuvre, B. Pontoire, A. Bourmaud & C. Baley. *Analysis of the hemp fiber mechanical properties and their scattering (Fedora 17)*. Industrial Crops and Products, vol. 51, pages 317–327, 2013. 11, 37, 185
- [Marrot 14] L. Marrot, A. Bourmaud, P. Bono & C. Baley. *Multi-scale study of the adhesion between flax fibers and biobased thermoset matrices*. Materials and Design, vol. 62, pages 47–56, 2014. 99, 122, 124, 233
- [Martinschitz 08] K. J. Martinschitz, P. Boesecke, C. J. Garvey, W. Gindl & J. Keckes. *Changes in microfibril angle in cyclically deformed dry coir fibers studied by in-situ synchrotron X-ray diffraction*. Journal of Materials Science, vol. 43, no. 1, pages 350–356, 2008. 25
- [Mattrand 14] C. Mattrand, A. Béakou & K. Charlet. *Numerical modeling of the flax fiber morphology variability*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 63, pages 10–20, 2014. 74, 100, 103, 194, 231
- [McKay 79] M. D. McKay, R. J. Beckman & W. J. Conover. *A Comparison of Three Methods for Selecting Values of Input Variables in the Analysis of Output From a Computer Code*. Technometrics, vol. 21, no. May, pages 239–245, 1979. 206
- [Miranda 15] H. D. Miranda. *Computational Generation and Homogenization of Random Close Packed Materials*. PhD thesis, 2015. 141
- [Mohanty 05] A. K. Mohanty, L. T. Drzal & F. Group. *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*. 2005. 20, 21, 103
- [Morris 91] M. D. Morris. *Factorial Sampling Plans for Preliminary Computational Experiments*. Technometrics, vol. 33, no. 2, pages 161–174, 1991. 105, 112

- 
- [Morris 06] M. D. Morris. *An overview of group factor screening*. Screening : Methods for Experimentation in Industry, Drug Discovery, and Genetics, pages 191–206, 2006. 160
- [Morvan 03] C. Morvan, C. Andème-Onzighi, R. Girault, D. S. Himmelsbach, A. Driouich & D. E. Akin. *Building flax fibres : More than one brick in the walls*. Plant Physiology and Biochemistry, vol. 41, no. 11-12, pages 935–944, 2003. 54
- [Müssig 10] J. Müssig & C. Stevens. *Industrial Applications of Natural Fibres : Structure, Properties and Technical Applications*. John Wiley & Sons, 2010. 18
- [Muzic 95] B. Muzic. *Modélisation du comportement plastique endommagé d'un unidirectionnel et application au calcul des stratifiés*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, Besançon, 1995. 56, 57
- [Neagu 07] R. C. Neagu & E. K. Gamstedt. *Modelling of effects of ultrastructural morphology on the hygroelastic properties of wood fibres*. Journal of Materials Science, vol. 42, no. 24, pages 10254–10274, 2007. 39, 40, 41, 44, 228
- [Niederreiter 92] H. Niederreiter. *Random Number Generation and Quasi-Monte Carlo Methods*. Society for Industrial and Applied Mathematics, Philadelphia, 1992. 206
- [Nilsson 07] T. Nilsson & P. J. Gustafsson. *Influence of dislocations and plasticity on the tensile behaviour of flax and hemp fibres*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 38, no. 7, pages 1722–1728, 2007. 22, 23, 28, 42, 43, 44, 228
- [Nishino 04] T. Nishino. *Natural fibre sources*. In Green Composites : Polymer Composites and the Environment, pages 49–80. Elsevier, 2004. 21, 99, 103
- [Ntenga 11] R. Ntenga & A. Beakou. *Structure, morphology and mechanical properties of Rhextophyllum camerunense (RC) plant-fiber. Part I : Statistical description and image-based reconstruction of the cross-section*. Computational Materials Science, vol. 50, no. 4, pages 1442–1449, 2011. 74
- [Oksman 01] K. Oksman. *High Quality Flax Fibre Composites Manufactured by the Resin Transfer Moulding Process*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, vol. 20, no. 7, pages 621–627, 2001. 36
- [Oksman 02] K. Oksman, L. Wallström, L. A. Berglund & R. D. Toledo Filho. *Morphology and mechanical properties of unidirectional sisal-epoxy composites*. Journal of Applied Polymer Science, vol. 84, no. 13, pages 2358–2365, 2002. 36
- [Olesen 99] P. Olesen & D. Plackett. *Perspectives on the performance of natural plant fibres*. Proceedings of the Natural Fibres Performance Forum, 1999. 21
- [Olsson 07] A. M. Olsson, L. Salmén, M. Eder & I. Burgert. *Mechano-sorptive creep in wood fibres*. Wood Science and Technology, vol. 41, no. 1, pages 59–67, 2007. 27
- [Orso 06] S. Orso, U. G. K. Wegst & E. Arzt. *The elastic modulus of spruce wood cell wall material measured by an in situ bending technique*. Journal of Materials Science, vol. 41, no. 16, pages 5122–5126, 2006. 58, 59, 228
- [Ostoja-Starzewski 02] M. Ostoja-Starzewski. *Microstructural Randomness Versus Representative Volume Element in Thermomechanics*. Journal of Applied Mechanics, vol. 69, no. 1, pages 25–35, 2002. 134
- [Otsu 79] N. Otsu. *A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms*. IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics, vol. 9, no. 1, pages 62–66, 1979. 77

- [Pagano 68] N. J. Pagano, J. C. Halpin & J. M. Whitney. *Tension Buckling of Anisotropic Cylinders*. Journal of Composite Materials, vol. 2, no. 2, pages 154–167, 1968. 91
- [Page 71] D. H. Page, F. El-Hosseiny & K. Winkler. *Behaviour of single wood fibres under axial tensile strain*. Nature, vol. 229, no. 5282, pages 252–3, 1971. 23, 66
- [Page 83] D. Page & F. El-Hosseiny. *The Mechanical Properties of Single Wood Pulp Fibres. Part VI. Fibril Angle and the Shape of the Stress-strain Curve*. Journal of Pulp and Paper Science, vol. 9, no. 4, pages 99–100, 1983. 91, 92
- [Panamoottil 16] S. M. Panamoottil, R. Das & K. Jayaraman. *Anisotropic continuum damage model for prediction of failure in flax/polypropylene fabric composites*. Polymer Composites, vol. 37, no. 8, pages 2588–2597, 2016. 48
- [Panamoottil 17] S. Panamoottil, R. Das & K. Jayaraman. *Towards a multiscale model for flax composites from behaviour of fibre and fibre/polymer interface*. Journal of Composite Materials, vol. 51, no. 6, pages 859–873, 2017. 48, 49, 228
- [Perreux 89] D. Perreux. *Prévision de la durée de vie de matériaux composites verre-epoxy unidirectionnels stratifiés et tissés en contraintes complexes*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, Besançon, 1989. 56
- [Perreux 93] D. Perreux & C. Oytana. *Continuum damage mechanics for microcracked composites*. Composites Engineering, vol. 3, no. 2, pages 115–122, jan 1993. 201
- [Persson 00] K. Persson. *Micromechanical Modelling of Wood and Fibre Properties*. PhD thesis, 2000. 20
- [Phoon 03] K. K. Phoon. *Representation of random variables using orthogonal polynomials*. In Applications of Statistics and Probability in Civil Engineering, pages 97–104, 2003. 162
- [Pickering 16] K. Pickering, M. A. Efendy & T. Le. *A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 83, pages 98–112, 2016. 9, 11, 31, 36
- [Pil 16] L. Pil, F. Bensadoun, J. Pariset & I. Verpoest. *Why are designers fascinated by flax and hemp fibre composites ?* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 83, pages 193–205, 2016. 19, 32
- [Placet 09] V. Placet. *Characterization of the thermo-mechanical behaviour of Hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 40, no. 8, pages 1111–1118, 2009. 24, 37
- [Placet 11a] V. Placet, A. Bouali & P. Perré. *The possible role of microfibril angle of Hemp fibre during fatigue tests and its determination using Wide-Angle X-ray diffraction*. Matériaux & Techniques, vol. 99, pages 683–689, 2011. 103
- [Placet 11b] V. Placet & A. Bouali. *Suivi par DRX des réarrangements microstructuraux induits par sollicitations mécaniques dans les fibres végétales tirées du chanvre Abstract* : 20ème Congrès Français de Mécanique, pages 1–6, 2011. 25, 26, 227
- [Placet 12a] V. Placet, O. Cisse & M. L. Boubakar. *Influence of environmental relative humidity on the tensile and rotational behaviour of hemp fibres*. Journal of Materials Science, vol. 47, no. 7, pages 3435–3446, 2012. 11, 23, 24, 227

- 
- [Placet 12b] V. Placet, F. Trivaudey, O. Cisse, V. Gucheret-Retel & M. L. Boubakar. *Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres : A morphological, structural or ultrastructural effect ?* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 43, no. 2, pages 275–287, 2012. 55, 59, 74, 81, 98, 103, 114, 175
- [Placet 14] V. Placet, O. Cissé & M. Lamine Boubakar. *Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part I : Investigation of the possible origins using repeated progressive loading with in situ microscopic observations.* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 56, pages 319–327, 2014. 24, 25, 26, 37, 74, 86, 112, 227
- [Poilâne 14] C. Poilâne, Z. E. Cherif, F. Richard, A. Vivet, B. Ben Doudou & J. Chen. *Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material.* Composite Structures, vol. 112, no. 1, pages 100–112, 2014. 35, 45, 49, 149, 227, 228
- [Poilâne 18] C. Poilâne, F. Gehring, H. Yang & F. Richard. *About Nonlinear Behavior of Unidirectional Plant Fibre Composite.* Advances in Natural Fibre Composites, pages 69–79, 2018. 10, 12, 45, 49, 227
- [Puig 02] B. Puig, F. Poirion & C. Soize. *Non-Gaussian simulation using Hermite polynomial expansion : Convergences and algorithms.* Probabilistic Engineering Mechanics, vol. 17, no. 3, pages 253–264, 2002. 162
- [Quan 15] Z. Quan, A. Wu, M. Keefe, X. Qin, J. Yu, J. Suhr, J. H. Byun, B. S. Kim & T. W. Chou. *Additive manufacturing of multi-directional preforms for composites : Opportunities and challenges*, 2015. 31, 227
- [Ramesh 17a] M. Ramesh, K. Palanikumar & K. H. Reddy. *Plant fibre based bio-composites : Sustainable and renewable green materials*, 2017. 9, 31
- [Ramesh 17b] M. Ramesh, K. Palanikumar & K. H. Reddy. *Plant fibre based bio-composites : Sustainable and renewable green materials.* Renewable and Sustainable Energy Reviews, vol. 79, pages 558–584, 2017. 18
- [Rask 12] M. Rask, B. Madsen, B. F. Sørensen, J. L. Fife, K. Martyniuk & E. M. Lauridsen. *In situ observations of microscale damage evolution in unidirectional natural fibre composites.* In Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, volume 43, pages 1639–1649, 2012. 130, 135
- [Renard 87] M. Renard & F. Marmonier. *Etude de l'initiation de l'endommagement dans la matrice d'un matériau composite par une méthode d'homogénéisation.* Aerospace Science and Technology, no. 9, pages 37–51, 1987. 132
- [Réquillé 18] S. Réquillé, C. Goudenhooft, A. Bourmaud, A. Le Duigou & C. Baley. *Exploring the link between flexural behaviour of hemp and flax stems and fibre stiffness.* Industrial Crops & Products, vol. 113, pages 179–186, 2018. 11, 37
- [Richard 99] F. Richard. *Identification du comportement et évaluation de la fiabilité des composites stratifiés.* PhD thesis, Université de Franche-Comté, 1999. 45, 56, 57, 62
- [Ripley 81] B. D. Ripley. *Spatial Statistics.* John Wiley & Sons, 1981. 146
- [Roudier 12] A. Roudier. *Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des bres de lin.* PhD thesis, Université Blaise Pascal - Clermont II, Clermont-Ferrand, 2012. 43, 44
- [Rousseau 97] J. Rousseau. *Une approche expérimentale et théorique de l'effet du procédé de fabrication sur les performances d'une structure composite : cas de l'enroulement filamentaire.* PhD thesis, Université de Franche-Comté, Besançon, 1997. 56, 57
-

- [Rowell 00] R. M. Rowell, J. S. Han & J. S. Rowell. *Characterization and Factors Effecting Fiber Properties*. Natural Polymers an Agrofibers Composites, pages 115–134, 2000. 155
- [Rowell 08] R. M. Rowell. *Natural fibres : Types and properties*. In Properties and Performance of Natural-Fibre Composites, pages 3–66. Woodhead Publishing, jan 2008. 18
- [Ruelle 11] J. Ruelle, J. Beauchêne, H. Yamamoto & B. Thibaut. *Variations in physical and mechanical properties between tension and opposite wood from three tropical rainforest species*. Wood Science and Technology, vol. 45, no. 2, pages 339–357, 2011. 20, 227
- [Rui Melro 11] A. Rui Melro. *Analytical and Numerical Modelling of Damage and Fracture of Advanced Composites*. no. February, pages 1–316, 2011. 141
- [Saavedra Flores 16] E. I. Saavedra Flores & S. Haldar. *Micro–macro mechanical relations in Palmetto wood by numerical homogenisation*. Composite Structures, vol. 154, pages 1–10, 2016. 40, 41, 44, 228
- [Sakurada 66] I. Sakurada, K. Kaji, K. Nakamae & S. Wadano. *Experimental Determination of the Elastic Moduli of Polymer Crystals in the Direction Perpendicular to the Chain Axis*. Bulletin of the Institute for Chemical Research, Kyoto University, vol. 44, no. 2, pages 168–182, 1966. 103, 111
- [Saltelli 99] A. Saltelli, S. Tarantola & K. Chan. *A Quantitative Model-Independent Method for Global Sensitivity Analysis of Model Output*. Technometrics, vol. 41, no. 1, pages 39–56, 1999. 106, 107, 108
- [Saltelli 00] A. Saltelli, S. Tarantola & F. Campolongo. *Sensitivity Anaysis as an Ingredient of Modeling*. Statistical Science, vol. 15, no. 4, pages 377–395, 2000. 99
- [Saltelli 06] A. Saltelli, M. Ratto, S. Tarantola & F. Campolongo. *Sensitivity analysis practice : A guide to scientific models*, volume 91. 2006. 103
- [Saltelli 08a] A. . Saltelli, K. Chan & E. M. Scott. *Sensitivity Analysis*. John Wiley & Sons, Ltd., 2008. 103, 106
- [Saltelli 08b] A. Saltelli, M. Ratto, T. Andres, F. Campolongo, J. Cariboni, D. Gatelli, M. Saisana & S. Tarantola. *Global Sensitivity Analysis. The Primer*. 2008. 103
- [Sankari 00] H. S. Sankari. *Comparison of bast fibre yield and mechanical fibre properties of hemp (Cannabis sativa L.) cultivars*. Industrial Crops and Products, vol. 11, no. 1, pages 73–84, 2000. 77
- [Schäfer 06] T. Schäfer & B. Honermeier. *Effect of sowing date and plant density on the cell morphology of hemp (Cannabis sativa L.)*. Industrial Crops and Products, vol. 23, no. 1, pages 88–98, 2006. 77, 103
- [Scida 17] D. Scida, A. Bourmaud & C. Baley. *Influence of the scattering of flax fibres properties on flax/epoxy woven ply stiffness*. Materials and Design, vol. 122, pages 136–145, 2017. 37
- [Sedighi Gilani 06] M. Sedighi Gilani. . . . *Micromechanical Approach To the Behaviour of Single Wood Fibers and Wood Fracture At Cellular Level*. PhD thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2006. 23, 39, 40, 44, 228
- [Sedlachek 95] K. Sedlachek. *The Effect Of Hemicelluloses and Cyclic Humidity on the Creep of Singel Fibers*. PhD thesis, Institute of Paper Science and Technology, Atlanta, Georgia, 1995. 27
- [Shah 12a] D. U. Shah, P. J. Schubel, M. J. Clifford & P. Licence. *The tensile behavior of off-axis loaded plant fiber composites : An insight on the nonlinear stress-strain response*. Polymer Composites, vol. 33, no. 9, pages 1494–1504, 2012. 10, 35

- 
- [Shah 12b] D. U. Shah, P. J. Schubel, P. Licence & M. J. Clifford. *Hydroxyethylcellulose surface treatment of natural fibres : The new 'twist' in yarn preparation and optimization for composites applicability*. Journal of Materials Science, vol. 47, no. 6, pages 2700–2711, 2012. 149
- [Shah 13a] D. U. Shah. *Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters : A critical review*, 2013. 9, 18, 31, 150
- [Shah 13b] D. U. Shah, P. J. Schubel & M. J. Clifford. *Can flax replace E-glass in structural composites ? A small wind turbine blade case study*. Composites Part B : Engineering, vol. 52, pages 172–181, 2013. 32
- [Shah 13c] D. U. Shah. *Characterisation and optimisation of the mechanical performance of plant fibre composites for structural applications*. PhD thesis, The University of Nottingham, 2013. 9, 32
- [Shah 14] D. U. Shah. *Natural fibre composites : Comprehensive Ashby-type materials selection charts*. Materials & Design (1980-2015), vol. 62, pages 21–31, oct 2014. 18
- [Shah 16] D. U. Shah. *Damage in biocomposites : Stiffness evolution of aligned plant fibre composites during monotonic and cyclic fatigue loading*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 83, pages 160–168, 2016. 10, 35, 36, 227
- [Silva 08] F. d. A. Silva, N. Chawla & R. D. d. T. Filho. *Tensile behavior of high performance natural (sisal) fibers*. Composites Science and Technology, vol. 68, no. 15-16, pages 3438–3443, 2008. 74
- [Smit 98] R. Smit, W. Brekelmans & H. Meijer. *Prediction of the mechanical behavior of nonlinear heterogeneous systems by multi-level finite element modeling*. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 155, no. 1-2, pages 181–192, 1998. 132
- [Sobol 93] I. Sobol. *Sensitivity estimates for non linear mathematical models*. Mathematical Modelling and Computational Experiments, vol. 1, pages 407–414, 1993. 106, 203, 205, 206
- [Spārniņš 06] E. Spārniņš. *Mechanical Properties of Flax Fibers and Their Composites*. PhD thesis, Luleå University of Technology, Sweden, 2006. 37, 155
- [Sreekumar 08] P. Sreekumar & S. Thomas. *Properties and Performance of Natural-Fibre Composites*. 2008. 181
- [Stanciu 16] M. D. Stanciu, A. Harapu, H. T. DrĂghicescu, I. Curtu & A. Savin. *Comparison between viscous elastic plastic behaviour of the composites reinforced with plain glass fabric and chopped strand mat*. IOP Conference Series : Materials Science and Engineering, vol. 147, no. 1, 2016. 35
- [Stapleton 16] S. E. Stapleton, L. Appel, J. W. Simon & S. Reese. *Representative volume element for parallel fiber bundles : Model and size convergence*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 87, pages 170–185, 2016. 141
- [Sudret 00] B. Sudret & a. D. Kiureghian. *Stochastic Finite Element Methods and Reliability : A State-of-the-Art Report*. University of Calif Ornia Berkeley, no. November, page 189, 2000. 163
- [Sudret 08] B. Sudret. *Global sensitivity analysis using polynomial chaos expansions*. Reliability Engineering and System Safety, vol. 93, no. 7, pages 964–979, 2008. 160, 164
- [Summerscales 13] J. Summerscales, A. Virk & W. Hall. *A review of bast fibres and their composites : Part 3 - Modelling*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 44, no. 1, pages 132–139, 2013. 11
-

- [Talbot 91] J. Talbot, P. Schaaf & G. Tarjus. *Random sequential addition of hard spheres*. Molecular Physics, vol. 72, no. 6, pages 1397–1406, 1991. 141
- [Testoni 16] G. A. Testoni. *In situ long-term durability analysis of biocomposites in the marine environment*. page 234, 2016. 9
- [Thiébaud 94] F. Thiébaud. *Modélisation du comportement global en sollicitations quasi-statiques d'un composite stratifié verre-epoxy : aspects théorique et expérimental*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, Besançon, 1994. 56, 57
- [Thuault 11] A. Thuault. *Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin*. PhD thesis, Université de Caen Basse Normandie, 2011. 28, 37
- [Thuault 14] A. Thuault, J. Bazin, S. Eve, J. Bréard & M. Gomina. *Numerical study of the influence of structural and mechanical parameters on the tensile mechanical behaviour of flax fibres*. Journal of Industrial Textiles, vol. 44, no. 1, pages 22–39, 2014. 43, 44, 228
- [Thygesen 07a] L. G. Thygesen. *Quantification of dislocations in hemp fibers using acid hydrolysis and fiber segment length distributions*. 2007. 22
- [Thygesen 07b] L. G. Thygesen, M. Eder & I. Burgert. *Dislocations in single hemp fibres-investigations into the relationship of structural distortions and tensile properties at the cell wall level*. Journal of Materials Science, vol. 42, no. 2, pages 558–564, 2007. 22, 23, 103, 227
- [Torquato 00] S. Torquato, T. M. Truskett & P. G. Debenedetti. *Is Random Close Packing of Spheres Well Defined ?* Physical Review Letters, vol. 84, no. 10, pages 2064–2067, 2000. 141
- [Torres 17] J. Torres, L.-J. Vandi, M. Veidt & M. Heitzmann. *The mechanical properties of natural fibre composite laminates : A statistical study*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 98, pages 99–104, 2017. 36
- [Trivaudey 15] F. Trivaudey, V. Placet, V. Guicheret-Retel & M. L. Boubakar. *Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part II : Modelling using an anisotropic viscoelastic constitutive law in a material rotating frame*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 68, pages 346–355, 2015. 26, 55, 56, 63, 64, 68, 73, 197, 228
- [Tsai 71] S. W. Tsai & E. M. Wu. *A General Theory of Strength for Anisotropic Materials*. Journal of Composite Materials, vol. 5, no. 1, pages 58–80, 1971. 109
- [van Dam 03] J. E. G. van Dam & T. A. Gorshkova. *Cell walls and Fibers / Fiber formation*. In Encyclopedia of Applied Plant Sciences, numéro 1995, pages 87–96. Elsevier, 2003. 54, 155
- [Van de Weyenberg 06] I. Van de Weyenberg, T. Chi Truong, B. Vangrimde & I. Verpoest. *Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment*. Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 37, no. 9, pages 1368–1376, 2006. 10, 36
- [Vang 02] L. Vang. *Contribution à la modélisation méso-macro des structures composites stratifiés*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, Besançon, 2002. 56, 57
- [Virk 10] S. Virk. *Numerical models for natural fibre composites with stochastic properties*. PhD thesis, University of Plymouth, School of Marine Science and Engineering, Faculty of Science and Technology, 2010. 11, 74

- 
- [Wambua 03] P. Wambua, J. Ivens & I. Verpoest. *Natural fibres : Can they replace glass in fibre reinforced plastics ?* Composites Science and Technology, vol. 63, no. 9, pages 1259–1264, 2003. 36
- [Wang 01] H. H. Wang, J. G. Drummond, S. M. Reath, K. Hunt & P. A. Watson. *An improved fibril angle measurement method for wood fibres.* Wood Science and Technology, vol. 34, no. 6, pages 493–503, 2001. 22, 103
- [Wang 16] W. Wang, Y. Dai, C. Zhang, X. Gao & M. Zhao. *Micromechanical Modeling of Fiber-Reinforced Composites with Statistically Equivalent Random Fiber Distribution.* Materials, vol. 9, no. 8, pages 1–14, 2016. 134
- [Watson 61] G. S. Watson. *A Study of the Group Screening Method.* Technometrics, vol. 3, no. 3, pages 371–388, 1961. 159
- [Weaver 03] P. M. Weaver. *The effect of extension/twist anisotropy on compression buckling in cylindrical shells.* Composites Part B : Engineering, vol. 34, no. 3, pages 251–260, apr 2003. 91
- [Wei Nan 04] E. Wei Nan & M. Ping Bing. *Analysis of Multiscale Methods.* Journal of Computational Mathematics, vol. 22, no. 2, pages 210–219, 2004. 132
- [Weibull 39] W. Weibull. *A Statistical Theory of the Strength of Materials.* 1939. 124
- [Wiener 38] N. Wiener. *The Homogenous Chaos.* American Journal of Mathematics, vol. 60, no. 4, pages 897–936, 1938. 161
- [Wiener 03] J. Wiener, V. Kovačič & P. Dejlová. *Differences Between Flax and Hemp.* AUTEX Research Journal, vol. 3, 2003. 99
- [Wongsto 05] A. Wongsto & S. Li. *Micromechanical FE analysis of UD fibre-reinforced composites with fibres distributed at random over the transverse cross-section.* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 36, no. 9, pages 1246–1266, 2005. 134, 141
- [Xiu 02] D. Xiu & G. E. Karniadakis. *The Wiener–Askey Polynomial Chaos for Stochastic Differential Equations.* SIAM Journal on Scientific Computing, vol. 24, no. 2, pages 619–644, 2002. 162
- [Yu 11] Y. Yu, Z. Jiang, B. Fei, G. Wang & H. Wang. *An improved microtensile technique for mechanical characterization of short plant fibers : A case study on bamboo fibers.* Journal of Materials Science, vol. 46, no. 3, pages 739–746, 2011. 27, 66, 228
- [Yu 14] Y. Yu, H. Wang, F. Lu, G. Tian & J. Lin. *Bamboo fibers for composite applications : A mechanical and morphological investigation.* Journal of Materials Science, vol. 49, no. 6, pages 2559–2566, 2014. 66
- [Yu 15] B. Yu, R. Bradley, C. Soutis, P. Hogg & P. Withers. *2D and 3D imaging of fatigue failure mechanisms of 3D woven composites.* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 77, pages 37–49, 2015. 31, 227
- [Zafeiropoulos 07] N. E. Zafeiropoulos & C. A. Baillie. *A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres : Part II. Application of Weibull statistics.* Composites Part A : Applied Science and Manufacturing, vol. 38, no. 2, pages 629–638, 2007. 74
- [Zahn 72] C. T. Zahn & R. Z. Roskies. *Fourier descriptors for plane closed curves.* IEEE Transactions on Computers, vol. C-21, no. 3, pages 269–281, 1972. 100
- [Zhong 17] Y. Zhong, L. Q. N. Tran, U. Kureemun & H. P. Lee. *Prediction of the mechanical behavior of flax polypropylene composites based on multi-scale finite element analysis.* Journal of Materials Science, vol. 52, no. 9, pages 4957–4967, 2017. 47, 48, 49, 228





## LISTE DES FIGURES

|      |                                                                                                                                                                                                                                                                                          |    |
|------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1    | Comparaison entre le comportement en traction des composites renforcés par fibres de verre (GFRP) [EL-Wazery 17] et fibres végétales (PFC) [Poilâne 18]. . . . .                                                                                                                         | 10 |
| 2    | Représentation de la pyramide de la transition d'échelle au sein d'un composite UD biosourcé. . . . .                                                                                                                                                                                    | 12 |
| 1.1  | Représentation schématique de la structure de différents types de fibres, extrait de [Bourmaud 18]. . . . .                                                                                                                                                                              | 20 |
| 1.2  | Images microscopiques de fibres de lin (a) [Bourmaud 15], chanvre (b) [François 15] et bois (c) [Ruelle 11]. . . . .                                                                                                                                                                     | 20 |
| 1.3  | Images MEB d'une fibre de lin capturées en correspondance de différentes positions le long de l'axe (a-d). Profil de diamètre correspondant (e) [Charlet 10]. . . . .                                                                                                                    | 21 |
| 1.4  | Représentation schématique des constituants de la paroi végétale (a), avec mise en évidence des microfibrilles et de leur organisation en hélice [Emons 98](b). . . . .                                                                                                                  | 22 |
| 1.5  | Mise en évidence des zones de dislocations dans une fibre de chanvre d'après [Thygesen 07b].                                                                                                                                                                                             | 23 |
| 1.6  | Comportement en traction de fibres de chanvre : essais monotones [Placet 12a](a) et essais cycliques [Placet 14](b). . . . .                                                                                                                                                             | 24 |
| 1.7  | Comportement <i>Type III</i> (a) et scénario proposé par Placet et al. [Placet 14] (b) pour expliquer le comportement en traction non-linéaire exprimé par les fibres de chanvre.                                                                                                        | 25 |
| 1.8  | Représentation de la réorientation des microfibrilles sous chargement de traction de la fibre (a). Évaluation de la variation de l'AMF pendant un essai de traction <i>in situ</i> combinée à la diffraction aux rayons x sur un faisceau de fibres de chanvre (b) [Placet 11b]. . . . . | 26 |
| 1.9  | Évolution de la déformation par fluage de 25 fibres de chanvre sous environnement constant [Cisse 15] (a). Évolution de la déformation différée en fonction du temps pour une fibre de chanvre soumise à deux différents cycles d'humidité [Guicheret-Retel 15].                         | 27 |
| 1.10 | D'après [Beaugrand 17], mise en évidence des mécanismes d'endommagement dans la paroi cellulaire par microtomographie synchrotron aux rayons x sur faisceau de fibres de chanvre (a). Rôle des défauts dans la rupture des fibres (b). . . . .                                           | 28 |
| 1.11 | Mise en évidence du délaminage entre couches dans la paroi de fibres de lin [Le Duigou 12].                                                                                                                                                                                              | 29 |
| 1.12 | Mesure des champs de déformation sur fibres techniques de chanvre [Fuentes 17]. . .                                                                                                                                                                                                      | 30 |
| 1.13 | Représentation schématique de la classification des renforts continus de composites selon la dimension et l'orientation [Quan 15, Yu 15, Bilisik 13]. . . . .                                                                                                                            | 31 |
| 1.14 | Représentation de la structure multi-échelle d'un composite UD à fibres végétales. .                                                                                                                                                                                                     | 33 |
| 1.15 | Fil torsadé (a) et mèche non torsadée (b). . . . .                                                                                                                                                                                                                                       | 33 |
| 1.16 | Exemples de composites unidirectionnels : pur UD <i>FlaxTape</i> <sup>®</sup> (a,c) et quasi UD <i>FlaxPly</i> <sup>®</sup> (b,d). Vue dans le plan du renfort (a,b) et coupe transversale (c,d). . . . .                                                                                | 34 |
| 1.17 | Comportement en traction (essais monotones) de composites UD à base de fibres de lin [Poilâne 14]. . . . .                                                                                                                                                                               | 35 |
| 1.18 | Essais cycliques charge-décharge sur composites à base de fibres végétales [Shah 16] : réponse observée (a) et évolution de la rigidité (b). . . . .                                                                                                                                     | 36 |
| 1.19 | Comportement en traction longitudinale à l'échelle des fils (a) et du composites (b) renforcés par fibres de chanvre (trois espèces différentes, [Madsen 04]). . . . .                                                                                                                   | 37 |

|      |                                                                                                                                                                                                        |    |
|------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1.20 | Modèle multicouche de la paroi des fibres de bois proposé par [Bergander 02]. . . . .                                                                                                                  | 39 |
| 1.21 | Fibre de bois (a) et schématisation de la fibre (b) avec mise en évidence des non-uniformités d'AMF [Sedighi Gilani 06]. . . . .                                                                       | 40 |
| 1.22 | Schématisation de la fibres de bois, considérée comme un tube multicouche [Neagu 07].                                                                                                                  | 41 |
| 1.23 | Représentation de la méthode mixte numérique-expérimentale pour l'identification des coefficients d'hygroexpansion [Joffre 16]. . . . .                                                                | 41 |
| 1.24 | VERs utilisés pour modéliser la réponse du bois de palmier à différentes échelles : (a) microfibrilles; (b) et (c) micro fibre de bois et (d) bois massif [Saavedra Flores 16].                        | 41 |
| 1.25 | Modèle de fibre multicouche proposé par [Gassan 01]. . . . .                                                                                                                                           | 42 |
| 1.26 | Modèle EF de fibre avec mise en évidence des dislocations [Nilsson 07]. . . . .                                                                                                                        | 43 |
| 1.27 | Modèle de fibre multicouche (a), mise en évidence de l'arrangement des microfibrilles (b) [Thuault 14]. . . . .                                                                                        | 44 |
| 1.28 | Comparaison entre résultats expérimentaux et comportement de composites UD à base de fibres de lin obtenu via le modèle phénoménologique [Poilâne 14] : essais cycliques (a) et de fluage (b). . . . . | 45 |
| 1.29 | Comparaison entre résultats expérimentales et comportement de composites UD à base de fibres de lin obtenu via le modèle semi-empirique [Andersons 15] : stratifié [0/90°] (a) et [±45°] (b). . . . .  | 46 |
| 1.30 | Comparaison calculs-essais monotones ((a) et (c)) et cycliques ((b) et (d)) sur composites lin / époxy avec différentes stratifications [Mahboob 17a]. . . . .                                         | 47 |
| 1.31 | Schéma de la démarche multi-échelle proposée par [Zhong 17]. . . . .                                                                                                                                   | 48 |
| 1.32 | Modèle de toron de fibres de lin enrobé dans une matrice PP utilisé comme VER dans [Panamoottil 17]. . . . .                                                                                           | 49 |
| 2.1  | Schéma simplifié de la structure multi-couche de la paroi d'une fibre extra-xylémienne.                                                                                                                | 55 |
| 2.2  | Représentation schématique des échelles matérielles du stratifié [Carbillet 05]. . . . .                                                                                                               | 56 |
| 2.3  | Matérialisation des directions d'anisotropie de la paroi de la fibre. . . . .                                                                                                                          | 57 |
| 2.4  | Essais de caractérisation des parois des fibres : flexion de morceaux de paroi (a,b) [Orso 06] et nanoindentation (c) [Keryvin 15]. . . . .                                                            | 59 |
| 2.5  | Spectres des temps de relaxation de type triangle (a) et triangle tronqué (b). . . . .                                                                                                                 | 61 |
| 2.6  | Représentation de la variation de la direction des microfibrilles pendant la traction [Trivaudey 15]. . . . .                                                                                          | 64 |
| 2.7  | Nœuds (a) et éléments (b) du maillage surfacique. . . . .                                                                                                                                              | 65 |
| 2.8  | Représentation de la démarche de génération du maillage et de la géométrie 3D des fibres. . . . .                                                                                                      | 65 |
| 2.9  | Configurations expérimentales modélisées : fibre collée sur support papier [Cisse 14] (a) et goutte de résine aux extrémités [Yu 11] (b). . . . .                                                      | 66 |
| 2.10 | Différents modèles de conditions aux limites appliquées à la fibre. . . . .                                                                                                                            | 67 |
| 2.11 | Configurations d'application du chargement, avec (a) ou sans (b) colle. . . . .                                                                                                                        | 68 |
| 2.12 | Comportement en traction global obtenu avec différentes conditions aux limites appliquées. . . . .                                                                                                     | 68 |
| 2.13 | Schématisation du processus de calcul automatisé. . . . .                                                                                                                                              | 70 |
| 2.14 | Schéma de synthèse de l'approche numérique utilisée dans la thèse. . . . .                                                                                                                             | 71 |
| 3.1  | Reconstruction 3D d'un faisceau de deux fibres de lin par nanotomographie aux rayons X (a). Estimation des porosités intra-fibre (b). (Tomographe : <i>EasyTom RX Solutions</i> ) . . . . .            | 75 |
| 3.2  | Section transversale de la tige de chanvre (a). Zoom sur les fibres primaires (b). . . . .                                                                                                             | 76 |
| 3.3  | Image microscopique originale de la coupe de tige (a), niveaux de gris (b), contraste amélioré (c) et seuillage obtenu via l'application de la méthode de Otsu (d). . . . .                            | 77 |
| 3.4  | Modèle de section de fibre simplifiée. . . . .                                                                                                                                                         | 78 |
| 3.5  | Reconstruction morphologique de la section transversale de trois fibres libériennes primaires de chanvre. . . . .                                                                                      | 79 |

|      |                                                                                                                                                                                                                                                                                      |     |
|------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 3.6  | Reconstruction des contours réels d'une section de fibre et discrétisation. . . . .                                                                                                                                                                                                  | 80  |
| 3.7  | Exemple de modèles de fibres à section variable dans la longueur. . . . .                                                                                                                                                                                                            | 81  |
| 3.8  | Comportement en traction pour des fibres à morphologie complexe et simplifiée. . .                                                                                                                                                                                                   | 83  |
| 3.9  | Champs de contraintes (von Mises) dans une fibre à morphologie simplifiée (a) et réelle (b), avec $\alpha = 0.3$ . . . . .                                                                                                                                                           | 84  |
| 3.10 | Comportement en traction de fibres à section constante ou variable dans la longueur.                                                                                                                                                                                                 | 84  |
| 3.11 | Champs de contraintes (von Mises) obtenus dans une fibre à section circulaire (a) et elliptique (b) avec section variable dans la longueur ( $\Delta S_{Max} = 20\%$ ). . . . .                                                                                                      | 85  |
| 3.12 | Courbes contrainte-déformation et module tangent apparent-déformation obtenues avec différentes valeurs de $e$ . . . . .                                                                                                                                                             | 86  |
| 3.13 | Comparaison de comportements en traction obtenus avec différentes lois de comportement élastiques. . . . .                                                                                                                                                                           | 88  |
| 3.14 | Courbes contrainte-déformation obtenues pour des fibres à section circulaire (a) ou elliptique (b) avec différents AMF initiaux. . . . .                                                                                                                                             | 89  |
| 3.15 | Comparaison de courbes contrainte-déformation (a-b) et module tangent apparent-déformation (c-d) obtenues pour des fibre à paroi élastique (a-c) et viscoélastique (b-d) : résultats pour deux différentes valeurs de $e$ . . . . .                                                  | 90  |
| 3.16 | Champs de contraintes et déformations dans la section elliptique à 4% de déformation globale : contraintes (a-c) et déformations (b-d) normales (a-b) et de cisaillement (c-d).                                                                                                      | 91  |
| 3.17 | Contraintes (a-b) et déformations (c-d) de cisaillement le long du périmètre extérieur (a-c) et intérieur (b-d) de la section de la fibre à 4% de déformation : comparaison entre section circulaire et elliptique. . . . .                                                          | 92  |
| 3.18 | Fibre à section elliptique pendant une simulation de l'essai de traction piloté en pression. . . . .                                                                                                                                                                                 | 93  |
| 3.19 | Contraintes (a-b) et déformations (c-d) de cisaillement le long du périmètre extérieur (a-c) et intérieur (b-d) de la section de la fibre : comparaison entre résultats obtenus avec différents AMF. . . . .                                                                         | 94  |
| 4.1  | Diagramme d'aide au choix de la méthode d'analyse de sensibilité [de Rocquigny 08].                                                                                                                                                                                                  | 105 |
| 4.2  | Comportements <i>Type II</i> et <i>Type III</i> : mise en évidence des zones de non-linéarité. .                                                                                                                                                                                     | 112 |
| 4.3  | Évolution des indices de Morris pendant l'essai de traction : comparaison fibres de lin et chanvre. . . . .                                                                                                                                                                          | 113 |
| 4.4  | Évolution des indices de sensibilité obtenus avec la méthode Ex FAST pendant l'essai de traction : comparaison fibres de lin et chanvre. Sortie observée : module tangent apparent. . . . .                                                                                          | 115 |
| 4.5  | Indices de sensibilité obtenus avec la méthode Ex FAST : comparaison fibres de lin et chanvre. Sortie observée : contrainte à rupture . . . . .                                                                                                                                      | 118 |
| 4.6  | Indices de sensibilité obtenus avec la méthode Ex FAST : comparaison fibres de lin et chanvre. Sortie observée : ratio $\eta$ . . . . .                                                                                                                                              | 119 |
| 4.7  | Comparaison entre les comportements en traction obtenus pour les fibres de lin et de chanvre : prise en compte de la rupture. Courbes contrainte-déformation (a et b) et module tangent apparent-déformation (c et d) obtenues pour les lin (a et c) et le chanvre (b et d). . . . . | 120 |
| 4.8  | Allures du coefficient de variation (CoV) du module apparent pour lin et chanvre tracée en fonction du niveau de déformation. . . . .                                                                                                                                                | 121 |
| 4.9  | Relation entre module tangent apparent initial et contrainte à rupture pour lin et chanvre. . . . .                                                                                                                                                                                  | 122 |
| 4.10 | Relation entre le ratio $\eta$ et la contrainte à rupture pour lin et chanvre. . . . .                                                                                                                                                                                               | 123 |
| 4.11 | Relation entre le ratio $\eta$ et le module tangent initial pour lin et chanvre. . . . .                                                                                                                                                                                             | 123 |
| 4.12 | Représentation de la contrainte à rupture (a) et du module tangent apparent initial (b) en fonction du diamètre de fibre pour lin et chanvre. . . . .                                                                                                                                | 124 |

## LISTE DES FIGURES

---

|      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |     |
|------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 4.13 | Lien entre les distributions de probabilité de certains paramètres morphologiques et ultrastructuraux (diamètre de fibre (a) et fraction massique de cellulose cristalline (c)) et propriétés mécaniques (rigidité apparente initiale (b) et résistance (d)) pour le lin et le chanvre. . . . .                                            | 125 |
| 5.1  | Schéma du principe de la méthode $EF^2$ . . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 132 |
| 5.2  | Coupe transversale de pli de composite UD à fibres de lin : les constituants du matériau. . . . .                                                                                                                                                                                                                                          | 134 |
| 5.3  | Schématisation de la microstructure de deux composites petrosourcés. (a) Structure périodique et cellule unitaire représentative. (b) Structure aléatoire et volume élémentaire statistiquement représentatif. . . . .                                                                                                                     | 135 |
| 5.4  | Coupe transversale de pli de composite UD à fibres de lin (a), toron de fibres isolé (b) et section transversale du modèle géométrique de VE (c). . . . .                                                                                                                                                                                  | 136 |
| 5.5  | Schéma de la démarche multi-échelle stochastique. Le modèle de VE permet l'évaluation de l'impact des incertitudes géométriques et matérielles aux niveaux nano et microscopique sur le comportement en traction aux échelles supérieures (méso et macroscopique). . . . .                                                                 | 137 |
| 5.6  | Schématisation des deux stades de paramétrage du VE. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                               | 139 |
| 5.7  | Organigramme des phases de l'analyse (a) et détail de l'algorithme pour la génération des fibres (b). . . . .                                                                                                                                                                                                                              | 140 |
| 5.8  | Modélisation des discontinuités au sein du VE. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 142 |
| 5.9  | Conditions aux limites appliquées aux VEs pour simuler l'essai de traction. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                        | 143 |
| 5.10 | Validation <i>à posteriori</i> de la géométrie des VEs. Distributions des paramètres géométriques obtenues (a-b) et comparaison des comportements exprimés (c-d) par trois VEs équivalent. . . . .                                                                                                                                         | 147 |
| 5.11 | Validation <i>à posteriori</i> de l'arrangement aléatoire de fibres. Fonctions de Ripley (a) et de distribution radial (b) obtenues pour les VEs de Figure 5.10. . . . .                                                                                                                                                                   | 148 |
| 5.12 | Comparaison des allures du comportement en traction (contrainte-déformation et module tangent apparent déformation) de différents composites UD à fibres végétales proposées dans la littérature à partir d'essais et de simulations effectuées à partir du volume représentatif d'un pli chanvre-époxy présenté dans cette étude. . . . . | 149 |
| 5.13 | Comportement en traction global de VE avec microstructures à dimensions de fibres variables. Réponses en traction et évolutions du module tangent apparent. . . . .                                                                                                                                                                        | 150 |
| 5.14 | Comparaison des courbes module tangent apparent-déformation obtenues à l'échelle des fibres et des VEs . . . . .                                                                                                                                                                                                                           | 151 |
| 6.1  | Démarche suivie pour la définition des distributions des facteurs d'entrée et pour la mise en données des VEs. . . . .                                                                                                                                                                                                                     | 157 |
| 6.2  | Paramètres pris en compte, organisés par échelle d'appartenance. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                   | 158 |
| 6.3  | Comportement typique d'un VE : mise en évidence de la première zone de non-linéarité. . . . .                                                                                                                                                                                                                                              | 166 |
| 6.4  | Groupe de paramètres d'entrée pour l'analyse de Morris : premier stade. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                            | 168 |
| 6.5  | Évolution des indices de sensibilité obtenus avec la méthode de Morris par groupes pendant l'essai de traction sur le VE : premier stade. . . . .                                                                                                                                                                                          | 169 |
| 6.6  | Groupe de paramètres d'entrée pour l'analyse de Morris : deuxième stade. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                           | 170 |
| 6.7  | Évolution des indices de sensibilité obtenus avec la méthode de Morris par groupes pendant l'essai de traction sur le VER : deuxième stade. . . . .                                                                                                                                                                                        | 171 |
| 6.8  | Paramètres d'entrée pour l'analyse de Morris : dernier stade. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                      | 172 |
| 6.9  | Évolution des indices de sensibilité obtenus avec la méthode de Morris classique pendant l'essai de traction sur le VER : dernier stade. . . . .                                                                                                                                                                                           | 173 |
| 6.10 | Évolution des indices de sensibilité totaux et du premier ordre obtenus à partir des coefficients du chaos. Sortie observée : rigidité apparente . . . . .                                                                                                                                                                                 | 176 |
| 6.11 | Évolution des indices de sensibilité d'ordre deux obtenus à partir des coefficients du chaos. Sortie observée : module tangent apparent. Sortie observée : rigidité apparente . . . . .                                                                                                                                                    | 177 |

|      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |     |
|------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 6.12 | Indices de sensibilité totaux et du premier ordre obtenus à partir des coefficients du chaos : sortie ratio $\eta$ . . . . .                                                                                                                                                                                                        | 178 |
| 6.13 | Indices de sensibilité totaux et d'ordre deux obtenus à partir des coefficients du chaos : sortie ratio $\eta$ . . . . .                                                                                                                                                                                                            | 178 |
| 6.14 | Enveloppes de comportements des VEs obtenues. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                               | 179 |
| 6.15 | Types de comportement V1 et V2 et microstructures associées. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                | 180 |
| 6.16 | Évolution des coefficients de variation du module tangent apparent relatifs aux fibres de lin et aux VEs en fonction du niveau de déformation (sans critère de rupture). . .                                                                                                                                                        | 182 |
| 6.17 | Enveloppes de comportement obtenues à l'aide du métamodèle en faisant varier les moyennes des paramètres matériaux et ultrastructuraux : $J_1$ ) module longitudinal de la cellulose cristalline (a-b), $J_2$ ) fraction massique de cellulose (c-d) et $J_3$ ) complémentaire de l'angle initial des microfibrilles (e-f). . . . . | 184 |
| 6.18 | Enveloppes de comportement obtenues à l'aide du métamodèle en faisant varier les moyennes des paramètres morphologiques : $J_4$ ) diamètre des fibres (a-b) et $J_5$ ) diamètre des <i>lumens</i> (c-d). . . . .                                                                                                                    | 185 |
| 6.19 | Abaque 3D de la rigidité initiale du volume en fonction des paramètres $E_{L_{cc}}$ , $\psi$ et $d$ (a) et exemple de trois comportements obtenus à partir de l'extraction de trois jeux de paramètres de l'abaque (b). . . . .                                                                                                     | 187 |
| 6.20 | Couple de points ( $E_{L_{cc}}$ , $\psi$ ) produisant le même niveau de rigidité initiale (a) et courbes module tangent apparent-déformation associées (b). . . . .                                                                                                                                                                 | 188 |
| 6.21 | Reconstruction d'une morphologie complexe aléatoire de fibre [Mattrand 14] et implémentation dans un VE. . . . .                                                                                                                                                                                                                    | 194 |
| A.1  | Représentation schématique des types de fissures prises en compte. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                          | 200 |
| A.2  | Modes d'ouverture des fissures et définition des variables d'endommagement [Carbillet 05].                                                                                                                                                                                                                                          | 200 |



## LISTE DES TABLES

|     |                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |     |
|-----|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 1.1 | Synthèse des données de la littérature concernant les propriétés mécaniques des composites renforcés par fibres longues de lin et de chanvre. . . . .                                                                                                                                           | 36  |
| 1.2 | Synthèse des modèles de la littérature pour les fibres végétales. . . . .                                                                                                                                                                                                                       | 44  |
| 1.3 | Synthèse des modèles de la littérature pour les composites renforcés par fibres végétales. . . . .                                                                                                                                                                                              | 49  |
| 3.1 | Paramètres géométriques déterminés à partir des morphologies réelles de fibres. . . . .                                                                                                                                                                                                         | 78  |
| 3.2 | Paramètres élastiques et viscoélastiques utilisés pour les simulations EF. . . . .                                                                                                                                                                                                              | 82  |
| 3.3 | Paramètres géométriques des sections avec différentes valeurs de $e$ et pour une surface utile de fibre constante et égale à $493 \mu m^2$ . . . . .                                                                                                                                            | 86  |
| 3.4 | Paramètres matériaux utilisés pour les simulations avec loi de comportement de la paroi purement élastique. . . . .                                                                                                                                                                             | 87  |
| 4.1 | Tableau récapitulatif des paramètres utilisés pour l'analyse de sensibilité . . . . .                                                                                                                                                                                                           | 102 |
| 4.2 | Tableau récapitulatif des références utilisées pour la détermination des plages de paramètres. . . . .                                                                                                                                                                                          | 103 |
| 4.3 | Comparaison entre propriétés mécaniques de lin et chanvre issues de la littérature et des simulations de ces travaux de thèse. Les données de la littérature sont issues de [Lefeuvre 14a] sur <i>M1 (2009)</i> pour le lin et [Marrot 14] sur <i>Fedora 17 (2007)</i> pour le chanvre. . . . . | 122 |
| 4.4 | Paramètres de la loi puissance $y = ax^b$ utilisée pour ajuster les relations entre propriétés mécaniques des fibres de lin et de chanvre . . . . .                                                                                                                                             | 124 |
| 5.1 | Paramètres des lois de probabilités estimées sur les mesures des surfaces de fibres et <i>lumens</i> de chanvre. Écart sur les paramètres des lois de distributions estimées sur les VE générés par rapport à celle expérimentales. . . . .                                                     | 145 |
| 6.1 | Moyennes, écarts-types et intervalles relatifs au diamètre des fibres de lin. Données de la littérature. . . . .                                                                                                                                                                                | 155 |
| 6.2 | Intervalles de $\mu$ et $\sigma$ utilisés dans l'étape de criblage. . . . .                                                                                                                                                                                                                     | 167 |
| 6.3 | Moyennes et écarts-types des distributions normales affectées aux variables d'entrée. . . . .                                                                                                                                                                                                   | 174 |
| 6.4 | Paramètres morphologiques et matériaux au sein des microstructure exprimant un comportement de type <i>V1</i> ou <i>V2</i> . Valeurs moyennes. . . . .                                                                                                                                          | 180 |
| 6.5 | Propriétés obtenues pour les VEs et les fibres élémentaires de lin à partir des simulations de l'essai de traction. . . . .                                                                                                                                                                     | 181 |
| 6.6 | Jeux de paramètres d'entrée utilisés pour l'application du métamodèle. . . . .                                                                                                                                                                                                                  | 183 |







**Titre :** Transition d'échelle entre fibre végétale et composite UD : propagation de la variabilité et des non-linéarités

**Mots clés :** Fibres végétales, Composites, Approche multi-échelle, Approche stochastiques, Modélisation numérique, Comportement non-linéaire

**Résumé :** Bien que les matériaux composites renforcés par fibres végétales (PFCs) représentent une solution attractive pour la conception de structures légères, performantes et à faible coût environnemental, leur développement nécessite des études approfondies concernant les mécanismes à la base du comportement non-linéaire en traction exprimé, ainsi que de la variabilité des propriétés mécaniques. Compte tenu de leur caractère multi-échelle, ces travaux de thèse visent à contribuer, via une approche numérique, à l'étude de la propagation de comportement à travers les échelles des PFCs. Dans un premier temps, l'étude se focalise sur l'échelle de la fibre : un modèle 3D de comportement de la paroi est d'abord implémenté dans un calcul EF, afin d'établir l'influence de la morphologie de la fibre sur le comportement exprimé.

Une fois l'impact non négligeable de la morphologie déterminé, une étude des liens entre morphologie, matériau et ultrastructure et comportement en traction est menée via une analyse de sensibilité dans le cas du lin et du chanvre. La deuxième partie du travail est dédiée à l'échelle du pli de composite. Une nouvelle approche multi-échelle stochastique est développée et implémentée. Elle est basée sur la définition d'un volume élémentaire (VE) à microstructure aléatoire pour décrire le comportement du pli. L'approche est ensuite utilisée pour étudier la sensibilité du comportement du VE aux paramètres nano, micro et mésoscopiques. L'analyse de sensibilité, menée via le développement de la réponse sur la base du chaos polynomial, nous permet ainsi de construire un métamodèle du comportement du pli.

**Title :** Scale transition between plant fibre and UD composite: propagation of variability and nonlinearities

**Keywords :** Plant fibres, Composites, Multiscale methods, Stochastic methods, Numerical modelling, Nonlinear behaviour

**Abstract :** Although plant-fibre reinforced composites (PFCs) represent an attractive solution for the design of lightweight, high performance and low environmental cost structures, their development requires in-depth studies of the mechanisms underlying their nonlinear tensile behaviour, as well as variability of mechanical properties. Given their multi-scale nature, this thesis aims to contribute, using a numerical approach, to the study of the propagation of behaviour across the scales of PFCs. Firstly, the study focuses on the fibre scale: a 3D model of the behaviour of the wall is first implemented in an EF calculation, in order to establish the influence of fibre morphology on the tensile behaviour.

Once the non-negligible impact of the morphology has been determined, a study of the links between morphology, material and ultrastructure and tensile behaviour is conducted via a sensitivity analysis in the case of flax and hemp. The second part of the work is dedicated to the composite ply scale. A new stochastic multi-scale approach is developed and implemented. It is based on the definition of an elementary volume (VE) with random microstructure to describe the behaviour of the ply. The approach is then used to study the sensitivity of VE behaviour to nano, micro and mesoscopic parameters. Sensitivity analysis, conducted via the development of the response on the basis of polynomial chaos, allows us to construct a metamodel of the tensile behaviour of the ply.