



**HAL**  
open science

# Sandwiches à fibres de lin et anas de lin : optimisation structure-imprégnation-propriétés

Safa Essid

► **To cite this version:**

Safa Essid. Sandwiches à fibres de lin et anas de lin : optimisation structure-imprégnation-propriétés. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Normandie Université, 2020. Français. NNT : 2020NORMLH05 . tel-02943012

**HAL Id: tel-02943012**

**<https://theses.hal.science/tel-02943012>**

Submitted on 18 Sep 2020

**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

**Pour obtenir le diplôme de doctorat**

**en Mécanique spécialité Matériaux**

**Préparée au sein de l'« Université Le Havre Normandie »**

## **Sandwiches à fibres et anas de lin : optimisation structure- imprégnation-propriétés**

**Présentée et soutenue par  
Safa ESSID**

**Thèse soutenue publiquement le 08 juillet 2020  
devant le jury composé de**

M. Abdellatif IMAD	PU, Polytech'Lille, Université Lille 1	Rapporteur
M. Pierre OUAGNE	PU, Ecole Nationale d'Ingénieur de Tarbes	Rapporteur
M. Christophe BALEY	PU, IRDL, UBS, Lorient	Examineur
M. Moussa GOMINA	Chargé de Recherche CNRS, CRISMAT, Caen	Examineur
M. Mustapha ASSARAR	Maitre de Conférences HDR, ITheMM, URCA, Reims	Examineur
Mme. Angélique MAHIEU	Maitre de Conférences, UniLaSalle, Rouen	Examineur
M. Davy DURIATTI	Dr-Ingénieur de recherche, GpeDepestele	Invité
M. Laurent BIZET	Maitre de Conférences, LOMC, ULHN, Le Havre	Co-encadrant
M. Abdelghani SAOUAB	PU, LOMC, ULHN, Le Havre	Directeur de thèse

**Thèse dirigée par Abdelghani SAOUAB, Laboratoire Ondes et Milieux Complexes**





*Pour ceux qui, soit par leur amour et leur soutien,  
soit par leur savoir et leur passion, ont enflammé  
mon ambition d'excellence et m'ont inculqué la  
persévérance...*



# Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à remercier vivement toutes les personnes qui ont contribué à sa réalisation.

Tout d'abord, je tiens à remercier **M. Imad ABDELLATIF** et **M. Pierre OUAGNE** pour avoir accepté de rapporter mon mémoire de thèse et **M. Christophe BALEY** pour avoir accepté de présider ma soutenance de thèse. Également, j'adresse toutes mes gratitude à **M. Moussa GOMINA**, **Mme. Angélique MAHIEU**, **M. Mustapha ASSARAR** et **M. Davy DURIAATTI**, membres de jury, pour l'attention qu'ils ont contribué à cette mémoire de thèse en acceptant de l'examiner.

J'exprime toutes mes reconnaissance et gratitude à mon directeur de thèse **M. Abdelghani SAOUAB** et à mon co-encadrant **M. Laurent BIZET** de m'avoir offert cette opportunité de thèse. Je les remercie également pour leur intérêt, leurs conseils et leur suivi.

Je tiens aussi à remercier la région de la Normandie pour son support financier, ainsi que tous les membres du projet TIGRE pour les échanges et les travaux réalisés.

De même, je remercie tous mes collègues de bureau Bouchra, Jean Baptiste, Anthony, Céline, Thimothé, Benoit, Nezha, Cheikh, Sandor, Tassidit, Michal et Benjamin, ainsi que tous les collègues des autres bureaux Abdessamad, Valentin, Jonathon, Ragav, Rachid, Ahmed, Hassan, Hoan, Emérance, Marc, Elyne, Sixtine, Mélanie pour leur soutien, leurs conseils et leurs services et un remerciement particulier à Nihad, avec qui j'ai partagé avec plaisir tous les détails liés à ma thèse. Nihad, je n'oublierai jamais nos pauses café, nos discussions, nos soirées et nos souhaits.

Dans l'impossibilité de citer tous les noms, je remercie vivement tout le personnel du Laboratoire Ondes et Milieux Complexes pour leurs services et leur gentillesse. Mes remerciements vont aussi aux stagiaires que j'ai encadrés, pour leurs contributions dans mes travaux de recherche.

Je ne trouve pas les mots pour exprimer mes reconnaissance et gratitude envers mon père **Noureddine ESSID**, ma mère **Latifa GRIRA**, mes deux adorables sœurs **Chaima** et **Takoua** ainsi que tous mes proches, qui m'ont tellement soutenu par leur amour et m'ont toujours

encouragé à aller jusqu'au bout de mes rêves. Une mention particulière pour ma petite nièce **Mayar** que j'adore. Je la souhaite toute la réussite.

Enfin, j'adresse un remerciement tout particulier à mon cher mari **Montassar KHAMMASSI**, pour son soutien, ses sacrifices durant ces années de thèse, sa gentillesse et son grand cœur.





# Table des matières

Introduction générale.....	14
<i>Chapitre I. Etat de l'art.....</i>	<i>18</i>
I.1.Matériaux composites à fibres végétales .....	19
I.1.1.Généralités.....	19
I.1.2.Procédés de mise en œuvre des composites à fibres végétales .....	26
I.1.2.a.avec matrice thermoplastique .....	27
I.1.2.b.avec matrice thermodurcissable.....	28
I.1.2.c.Discussion.....	30
I.1.3.Evaluation des propriétés mécaniques des composites à fibres végétales .....	32
I.2.Structures sandwiches.....	36
I.2.1.Généralités.....	36
I.2.1.a.Les peaux.....	38
I.2.1.b.L'âme .....	38
I.2.2.Procédés de mise en œuvre des structures sandwiches.....	39
I.2.3.Propriétés liées aux structures sandwiches.....	40
I.2.4.Domaines d'application des structures sandwiches.....	44
I.3.Conclusion.....	45
<i>Chapitre II. Sélection des constituants du sandwich et propriétés induites.....</i>	<i>47</i>
II.1.Matériaux constituant les structures sandwiches .....	49
II.1.1.Renforts utilisés.....	49
II.1.2.Sélection de la matrice de peau .....	51
II.1.3.Sélection de l'âme .....	53
II.2.Etat de l'art et propriétés induites des matériaux sélectionnés .....	54
II.2.1.Fibres de lin.....	54
II.2.1.a.Extraction des fibres de lin.....	54
II.2.1.b.Structure des fibres de lin .....	55
II.2.1.c.Composition chimique des fibres de lin.....	57
II.2.1.d.Propriétés mécaniques des fibres de lin .....	59
II.2.2.Résine SR GreenPoxy56 : matrice partiellement biosourcée .....	63
II.2.2.a.Comportement en traction de la résine .....	63

II.2.3. Anas de lin : âme végétale .....	66
II.2.3.a. Origine et utilisation .....	66
II.2.3.b. Composition chimique des anas de lin .....	66
II.2.3.c. Structure des anas de lin .....	67
II.2.3.d. Comportement hygroscopique des anas de lin .....	68
II.2.3.e. Compressibilité des anas de lin .....	69
II.3. Interface entre anas de lin/SR GreenPoxy 56 .....	71
II.3.1. Analyse micromécanique : essai de Pull-out .....	72
II.3.2. Analyse thermodynamique : mouillabilité .....	74
II.3.2.a. Dispositif expérimental : tensiomètre .....	75
II.3.2.b. Choix des liquides de caractérisation .....	76
II.4. Etude en statique de la mouillabilité des anas de lin .....	77
II.5. Dynamique de la mouillabilité : méthode de Washburn .....	89
II.6. Conclusion .....	94
 <i>Chapitre III. Procédés de mise en œuvre et propriétés induites des peaux et de l'âme..</i> 97	
III.1. Peaux en matériaux composites à fibres de lin .....	99
III.1.1. Procédé de mise en œuvre des peaux .....	99
III.1.2. Taux volumique de renfort et taux de porosité .....	100
III.1.3. Comportement en traction des peaux composites .....	102
III.1.3.a. Protocole expérimental .....	102
III.1.3.b. Comportement en traction des stratifiés UD-0 .....	103
III.1.3.c. Comportement en traction des stratifiés UD-90 et UD-45 .....	105
III.1.3.d. Comportement en traction des stratifiés CR[0/90] <sub>s</sub> et CR[+45/-45] <sub>s</sub> .....	107
III.1.3.e. Discussion .....	108
III.2. Ame en panneaux agglomérés d'anas de lin .....	110
III.2.1. Procédés de mise en œuvre des panneaux agglomérés .....	110
III.2.2. Caractérisation des panneaux agglomérés .....	114
III.2.2.a. Comportement en compression .....	114
III.2.2.b. Comportement en flexion 3-points .....	116
III.2.2.c. Comportement en traction perpendiculaire .....	117
III.2.2.d. Conductivité thermique .....	118
III.2.2.e. Comportement hydrique .....	118
III.2.2.f. Résultats et discussion .....	118

III.3.Conclusion .....	121
<i>Chapitre IV. Relations entre procédés de mise en œuvre et comportement en statique des structures sandwiches .....</i>	
IV.1.Procédés de mise en œuvre des structures sandwiches en lin .....	125
IV.1.1.Infusion.....	125
IV.1.2.Moulage par thermocompression.....	127
IV.1.3.Moulage sous vide .....	128
IV.1.4.Santé-matière des structures sandwiches .....	128
IV.2.Résistance de l'interface entre peaux et âme mesurée par traction perpendiculaire..	131
IV.2.1.Protocole expérimental.....	132
IV.2.2.Résultats et discussion.....	132
IV.3.Comportement des structures sandwiches en flexion 3-points quasi-statique .....	134
IV.3.1.Formalisme lié à la rigidité équivalente en flexion.....	134
IV.3.2.Modes de rupture en flexion 3-points des structures sandwiches.....	138
IV.4.Caractérisation expérimentale des structures sandwiches en flexion .....	141
IV.4.1.Protocole expérimental.....	141
IV.4.2.Evaluation du comportement en flexion du sandwich à base de lin .....	142
IV.3.3.Mécanismes d'endommagement des structures sandwiches en lin .....	147
IV.5.Conclusion .....	155
<i>Chapitre V. Optimisation de la conception des structures sandwiches en lin .....</i>	
V.1.Modélisation du comportement élastique des anas de lin .....	160
V.2.Modélisation du comportement élastique des panneaux agglomérés .....	165
V.3.Optimisation d'une structure sandwich en lin: méthode analytique .....	169
V.3.1.Pour une rigidité donnée.....	170
V.3.2.Pour une résistance donnée.....	174
V.4.Optimisation d'une structure sandwich en lin : méthode graphique .....	180
V.5.Optimisation d'une structure sandwich en lin : méthode algorithmique .....	182
V.5.1.Présentation de la méthode d'optimisation par essais particuliers .....	183
V.5.2.Application de l'OEP dans l'optimisation de structures sandwiches.....	186
V.6.Discussion sur les résultats des différentes méthodes .....	190
V.7. Conclusion.....	194
Conclusion générale et perspectives.....	197

Liste des figures.....	204
Liste des tableaux.....	210
Bibliographie.....	213



# Introduction générale

Ces dernières décennies, nos sociétés sont confrontées à des perturbations climatiques et des utilisations de ressources entraînant une dégradation des écosystèmes. Afin de lutter contre ces changements menaçants, la communauté internationale s'est engagée à trouver de nouvelles manières de produire et de créer de la valeur dont l'allègement des structures et la valorisation de la biomasse lignocellulosique comme solutions possibles vers l'innovation durable. En effet, l'allègement implique une réduction de l'énergie de production, de matières premières produites et de matières à gérer en fin de vie. La réduction de masse entraîne également une diminution de la consommation d'énergie des moyens de transport et de leurs émissions de polluants.

Pour ces raisons, les structures sandwiches sont de plus en plus utilisées à la place des structures monolithiques dans différentes applications, grâce à leur légèreté, leurs performances mécaniques en flexion et leurs fonctionnalités thermiques, vibratoires et acoustiques.

Largement cultivée en France, la fibre de lin constitue une alternative puissante à certains renforts synthétiques pour l'élaboration des matériaux composites offrant des performances mécaniques spécifiques, en harmonie avec l'innovation durable.

Il devient alors évident que des structures sandwiches à peaux renforcées par des fibres de lin permet de résoudre certaines problématiques liées aux contraintes environnementales. La question qui se pose est celle du potentiel mécanique de ce type de structures sandwiches notamment par rapport aux structures sandwiches classiques.

Dans ce contexte, le sujet de cette thèse s'inscrit dans le cadre du projet régional TIGRE (sStructures composites à fibres et GRanulésvEgétaux), financé par la région Normandie et conduit par les laboratoires (LOMC) de l'Université du Havre, (Agri'Terr) d'UniLaSalle et (Analyses et Surface). Les travaux de cette thèse se décomposent en trois grandes étapes :

1. Elaboration de structures sandwiches avec peaux renforcées de fibres longues de lin avec des objectifs mécaniques, économiques et environnementaux. Pour cela, une valorisation du sous-produit de la plante de lin que sont les anas de lin est effectuée dans ce travail avec le

développement de panneaux agglomérés à base de ces particules. Ces panneaux serviront d'âme aux structures sandwiches développées dans cette étude.

2. Etude de comportement en flexion trois-points en quasi-statique des structures sandwiches avec peaux renforcées de fibres longues de lin et âme en anas de lin.

3. Optimisation des épaisseurs de chacun des composants et de la densité d'âme des structures sandwiches, suivant trois approches analytique, graphique et numérique. Cette procédure d'optimisation devra contrôler d'une manière systématique les caractéristiques recherchés des sandwichs en lin.

Cette thèse s'articule en cinq chapitres.

Le premier chapitre présente une analyse des principales recherches réalisées dans la littérature sur les matériaux composites et les structures sandwiches, particulièrement ceux à fibres de lin. Le but est de constituer une base des données sur les éléments contribuant à l'amélioration du comportement de ces fibres au sein des matériaux composites. Cette base sera utile au deuxième chapitre pour choisir les matériaux ayant le potentiel de constituer avec les fibres de lin une structure sandwich, qui peut répondre à des contraintes fonctionnelle, économique et écologique.

Le deuxième chapitre décrit les différents matériaux constitutifs de la structure sandwich à étudier dans ce travail en s'appuyant sur une revue de la littérature sur le comportement mécanique des fibres de lin et sur des caractérisations mécaniques réalisées dans ce travail sur la matrice sélectionnée et sur les anas de lin. Une caractérisation de l'interface entre anas de lin et résine époxyde est également réalisée afin de quantifier leur adhésion et prédire la tenue des panneaux de particules développés.

Le troisième chapitre relie les procédés de mise en œuvre utilisés pour fabriquer les peaux et les panneaux agglomérés qui serviront d'âmes et leurs propriétés mécaniques induites. Des analyses microstructurales par microscopie électronique à balayage et micro-tomographie à rayons X sont réalisées pour corrélérer la distribution des anas de lin et de la porosité, l'interface entre les particules et la résine et les propriétés induites des panneaux agglomérés.

Le quatrième chapitre relie différents procédés de mise en œuvre manipulés pour élaborer des structures sandwiches avec peaux renforcées par des fibres de lin et âme à base des anas de lin agglomérés par la résine époxyde et les propriétés en flexion 3-points induites. Un intérêt est porté également au mode de rupture de ces structures sandwiches. Pour évaluer leur potentiel en tant que structures fortement bio-sourcées et économiquement viables, une structure sandwich référence composée de peaux en fibres de verre et matrice polyester et d'âme en nid d'abeille polypropylène, typiquement utilisée en transport (murs et planchers des camions) est utilisée

pour la comparaison. L'élancement est semblable entre les différentes structures sandwiches afin de comparer correctement.

Le cinquième chapitre décrit les méthodologies analytique, graphique et numérique abordées dans la résolution du problème d'optimisation de la conception de structure sandwich, sous contraintes de rigidité et de résistance à la rupture imposées. La démarche d'optimisation consiste à trouver la masse minimale de structure sandwich en lin, qui permet de répondre aux contraintes exigées. Considérant l'expression de la masse comme fonction objectif, la résolution du problème consiste à déterminer les épaisseurs des constituants et la densité de l'âme optimales.



## *Chapitre I. Etat de l'art*

## **I.1. Matériaux composites à fibres végétales**

### **I.1.1. Généralités**

Un matériau composite est un matériau résultant de l'assemblage d'au moins deux matériaux de natures différentes dont les performances se complètent pour former un matériau aux qualités supérieures aux matériaux simples. Un des constituants est appelé renfort, le plus courant sous forme fibreuse ou filamentaire, assure l'essentiel des propriétés mécaniques et l'autre, la matrice joue le rôle de liant afin de protéger le renfort de l'environnement, de le maintenir dans sa position initiale et d'assurer la transmission des efforts.

L'association de constituants totalement naturels tels que des fibres naturelles ou des granulats dérivés de la biomasse et des bio-polymères, ou de constituants synthétiques et naturels, ou de matériaux recyclés, dans une démarche globale de limitation des impacts environnementaux, forme un composite bio-sourcé, aussi appelé éco-composite. En effet, jusqu'aujourd'hui il n'existe pas de cadre normatif précis pour définir de façon exacte un produit bio-sourcé, que ce soit en termes de définition ou de détermination du contenu bio-sourcé. Seule la norme de référence américaine ASTM D6866<sup>1</sup> prend en compte la teneur en carbone organique total dans le produit.

Les éco-composites sont exploités depuis la préhistoire et dans l'antiquité avec, par exemple, les Egyptiens qui mélangeaient les pailles et la boue pour fabriquer des briques ou les mongols qui fabriquaient des arcs en bois comme âme contrecollée de tendons au dos et de corne sur la face interne (2000 ans avant J.C).

Historiquement, ces matériaux composites issus de la nature ont connu une marginalisation face à l'essor des matériaux métalliques jusqu'à la seconde guerre mondiale. Puis, les matériaux composites à fibres synthétiques ont pris de l'ampleur dans beaucoup de secteurs : en construction navale militaire depuis 1946[1], en automobile depuis 1955[2], en sport depuis 1964 [3] et en aéronautique depuis 1965 [4].

En raison de leur légèreté, de leurs performances mécaniques, de leur aptitude à l'intégration de fonctions, de leur résistance physico-chimique et de leur facilité de mise en œuvre, les matériaux composites ont considérablement progressé en volume et régné pratiquement tous les secteurs (Figure I.1).

---

<sup>1</sup>ASTM D 6866: Standard Test Methods for Determining the Biobased Content of Solid, Liquid, and Gaseous Samples Using Radiocarbon Analysis.

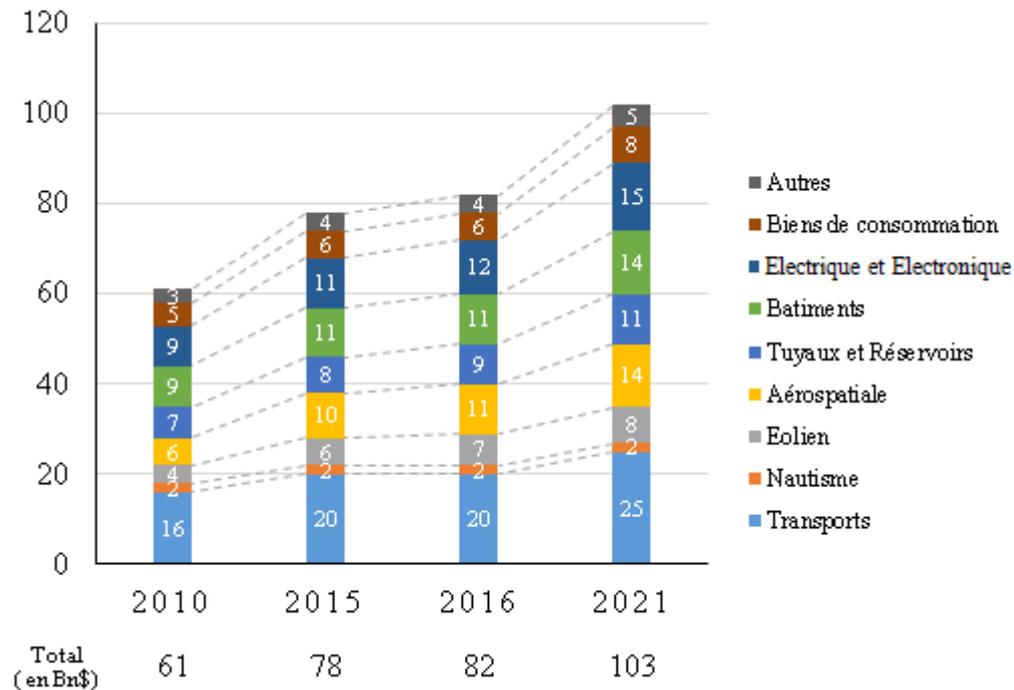


Figure I.1. Evolution du marché mondial des composites par domaine d'application entre 2010 et 2021 exprimé en milliards de dollars américains [5].

En construction navale, les fibres de verre E prédominent comme renforts et, en aéronautique, les matériaux composites sont essentiellement fabriqués par des fibres de carbone imprégnées de résine époxy. L'utilisation préférentielle des fibres synthétiques dans les composites est justifiée par leur bonne résistance aux agressions chimiques, leur compatibilité avec la plupart des résines d'imprégnation et leurs performances mécaniques et thermiques. Néanmoins, l'utilisation de ce type de renforts ne demeure plus satisfaisante : Ils sont d'une part pénalisés par une masse volumique relativement élevée ; d'autre part menacent la santé et l'environnement.

Depuis les années 80, ces problèmes environnementaux envahissent les préoccupations et le champ médiatique de notre société. Et depuis, la valorisation et l'optimisation industrielle des éco-composites est en plein essor grâce à leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées. Les limites des applications sont constamment repoussées à travers le développement de préformes de fibres et d'adaptation des procédés de mise en œuvre (Tableau I.1).

<b>Applications des Eco-composites</b>	<b>Procédés d'élaboration</b>	<b>2012 (Tonnes)</b>	<b>2017 (Tonnes)</b>
Planchers, revêtements et cloisons	Extrusion	190 000	200 000
Automobile	Moulage par compression	150 000	150 000
Applications techniques, fournitures et consommation de biens	Injection, Moulage par compression, RTM	17 000	60 000
<b>Total</b>		<b>357 000</b>	<b>410 000</b>

*Tableau I.1. Augmentation du volume du marché des éco-composites (composites bois-plastique et composites à fibres naturelles) en Europe de 2012 à 2017 dans différents domaines d'applications[5].*

Largement cultivée en Europe, la fibre de lin s'intègre dans la bio-économie et l'industrie du lin s'est adaptée et propose désormais une large gamme de produits finis démontrant le potentiel technologique du lin dans l'industrie des composites (Figure I.2).



Figure I.2. Différents exemples de produits finis [5].

Particulièrement, l'industrie automobile a prouvé un réel engagement envers les enjeux économiques et écologiques à travers l'utilisation des fibres naturelles dans divers composants non-structuraux (tableaux de bord, panneaux de porte, capot de roue de secours, etc.) avec les objectifs de réduire la masse, la consommation de carburant et les émissions de CO<sub>2</sub> et de garantir la recyclabilité des pièces (Figure I.3).

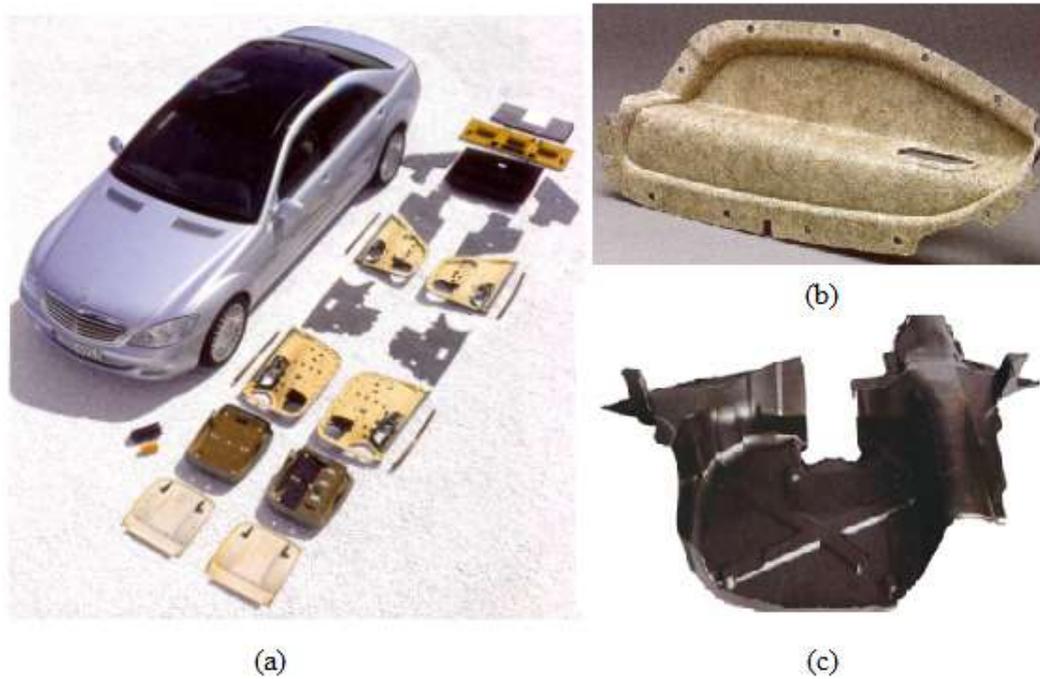


Figure I.3. (a) Les 45 kg de fibres naturelles dans une Mercedes Classe S. (b) Panneau de porte de voiture en fibres naturelles. (c) Capot de roue de secours en fibres naturelles [5].

En excluant le bois et le coton, les fibres de lin représentaient en 2012 plus de la moitié (51% avec 15 000 tonnes) des fibres naturelles utilisées dans l'automobile en Europe (Figure I.4)[5].

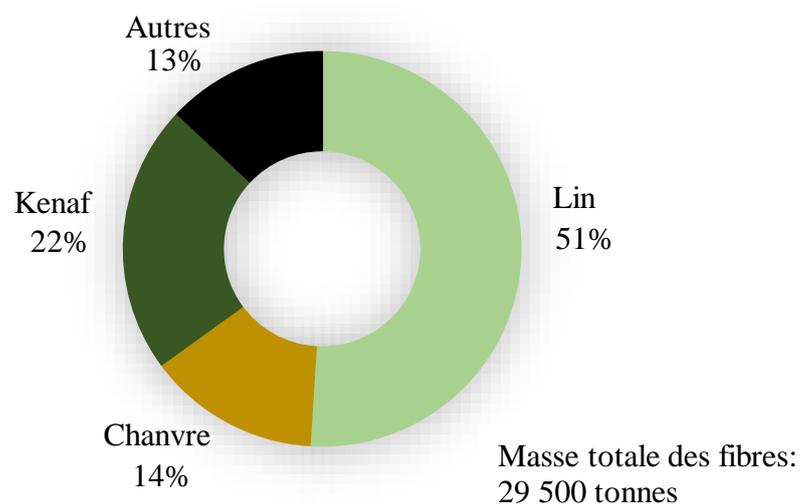


Figure I.4. L'utilisation des fibres naturelles autres que le bois et coton dans l'industrie automobile en Europe (2012) [5].

Selon la Confédération Européenne du Lin et du Chanvre CELC, la culture annuelle du lin en Europe contribue à la capture de 250 000 tonnes de CO<sub>2</sub>. En terme d'économie de l'énergie,

la production d'1kg de fibres de lin nécessite moins de 10MJ, soit 5 et 25 fois moins respectivement que pour les fibres de verre et de carbone[5]. A l'échelle des neuf indicateurs environnementaux sur la production des composites, une comparaison menée par Le Duigou et al. a montré que des biocomposites Lin/PLLA sont plus respectueux de l'environnement que les composites verre/polyester (Figure I.5) [6].

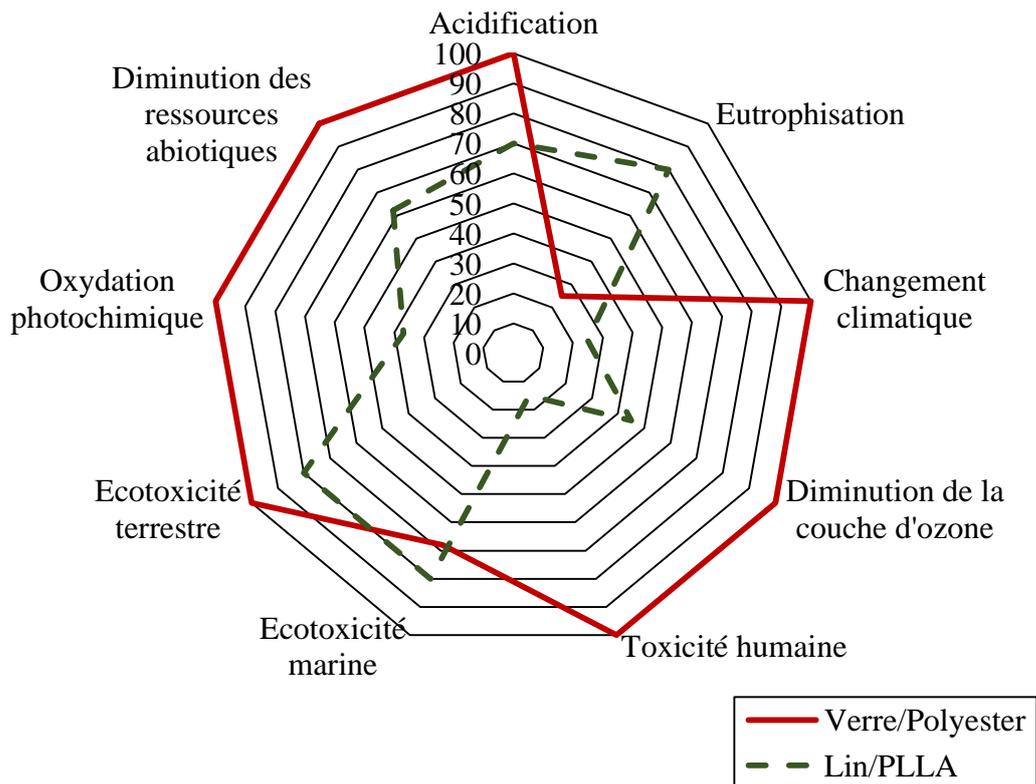


Figure I.5. Comparaison des impacts environnementaux de la production de biocomposites lin/PLLA et composite verre/polyester [6].

Bayerl et al. ont montré que les teneurs en masse élevés des fibres de lin dans les composites accélèrent la biodégradabilité des composites lin/PLA car les fibres agissent comme des chaînes de distribution de l'eau et des micro-organismes dans le composite. Le processus de dégradation est ainsi réalisé par décomposition des fibres et hydrolyse du PLA [7].

Les fibres naturelles ont également montré d'autres performances. En amortissement des vibrations, Duc et al. ont montré que les composites en époxy renforcés des fibres unidirectionnelles de lin ont un facteur de perte supérieur d'environ 100% par rapport aux mêmes composites renforcés des fibres de verre ou de carbone [8]. A l'égard de ce caractère amortissant des fibres de lin, Assarar et al. ont développé des composites hybrides qui combinent les fibres de carbone et de lin afin de bénéficier à la fois de la rigidité élevée du

premier renfort et l'amortissement du second [9]. En fatigue, Mahboob et al. ont montré que les fibres de lin offrent une résistance à la fatigue comparable à celles du sisal et de jute et meilleure que celle des fibres de chanvre [10]. Shah et al. ont constaté que, malgré les performances absolues en fatigue des composites en polyester renforcés de fibres de verre E sont nettement supérieures à celles des composites renforcés de fibres naturelles, les taux de dégradation de la résistance à la fatigue des composites à fibres naturelles sont plus faibles que ceux des composites à fibres de verre [11]. En résistance à l'impact, Park et al. ont récemment étudié l'impact sur un capot d'automobile à base de vinylester renforcé des fibres de lin fabriqué selon le règlement européen pour la protection des piétons. Ils ont montré que les fibres de lin imprégnées de vinylester ont diminué la masse de la structure de 31,7% et peuvent remplacer l'acier ordinaire [12]. Egalement, des toits et capots de voitures de sport en époxy renforcé de fibres de lin à armure sergé 2/2 ont montré un bon comportement à l'impact et une intégrité qui permettent de maintenir les fragments ensemble suite à un crash par rapport aux composites en carbone (Figure I.2). En absorption acoustique, Lee et al. ont montré que le renforcement des composites en époxy par des fibres unidirectionnelles de lin augmente le coefficient d'absorption acoustique de 0,095 à 0,11 par rapport à ceux renforcés de verre [13]. Au niveau de la résistance à la fatigue et à l'impact et de l'absorption acoustique, il existe très peu de références. Des recherches plus approfondies sont nécessaires afin de mieux comprendre la réponse des fibres naturelles.

Cependant, la reproductibilité des propriétés mécaniques et physiques des composites à fibres naturelles n'est pas toujours garantie : d'une part, la nature hydrophile des fibres naturelles et le caractère hydrophobe de la plupart des polymères affaiblissent la compatibilité entre les fibres et la matrice [14]. D'autre part, la sensibilité des fibres naturelles vis-à-vis des conditions climatiques du milieu affecte leur stabilité dimensionnelle [15]. Le caractère durable des composites à fibres naturelles ne peut être justifié qu'avec des matrices totalement bio-sourcées.

Dans l'industrie des éco-composites, plusieurs bio-polymères sont utilisés tels que le Polyamide 11 (PA11) d'origine végétale dérivé d'huile de ricin, dont les domaines d'applications sont larges et exigeants allant de l'industrie automobile aux conduites des fluides et lunettes de sport [16], l'Acide Polylactique (PLA) entièrement biodégradable à base d'amidon utilisé dans l'emballage alimentaire et dans les sutures médicales [17] et l'Acétate de Cellulose, dont la cellulose est extraite du bois ou du coton. Couture et al. ont montré que la résistance spécifique d'un composite en PLA renforcé de fibres unidirectionnelles de lin est

comparable à celle d'un composite en époxy et verre tissé et supérieure à celle de l'aluminium, mais inférieure à celle d'un composite UD verre/époxy [18]. Divers traitements chimiques [14][19][20] et thermiques [21] sont développés afin d'améliorer l'adhésion interfaciale entre les fibres naturelles et la matrice polymère au moment de la mise en œuvre du composite.

### I.1.2. Procédés de mise en œuvre des composites à fibres végétales

Les techniques de mise en œuvre des composites à fibres végétales sont inspirées de celles développées pour les composites à fibres synthétiques. Le choix d'un procédé par rapport à l'autre dépend essentiellement de la résine utilisée, de la longueur des fibres, des propriétés du matériau composite souhaitées et de la série et cadence de fabrication. La

Figure I.6 présente les méthodes d'élaboration des éco-composites les plus utilisées, classifiées selon la nature de la matrice (thermoplastique ou thermodurcissable).

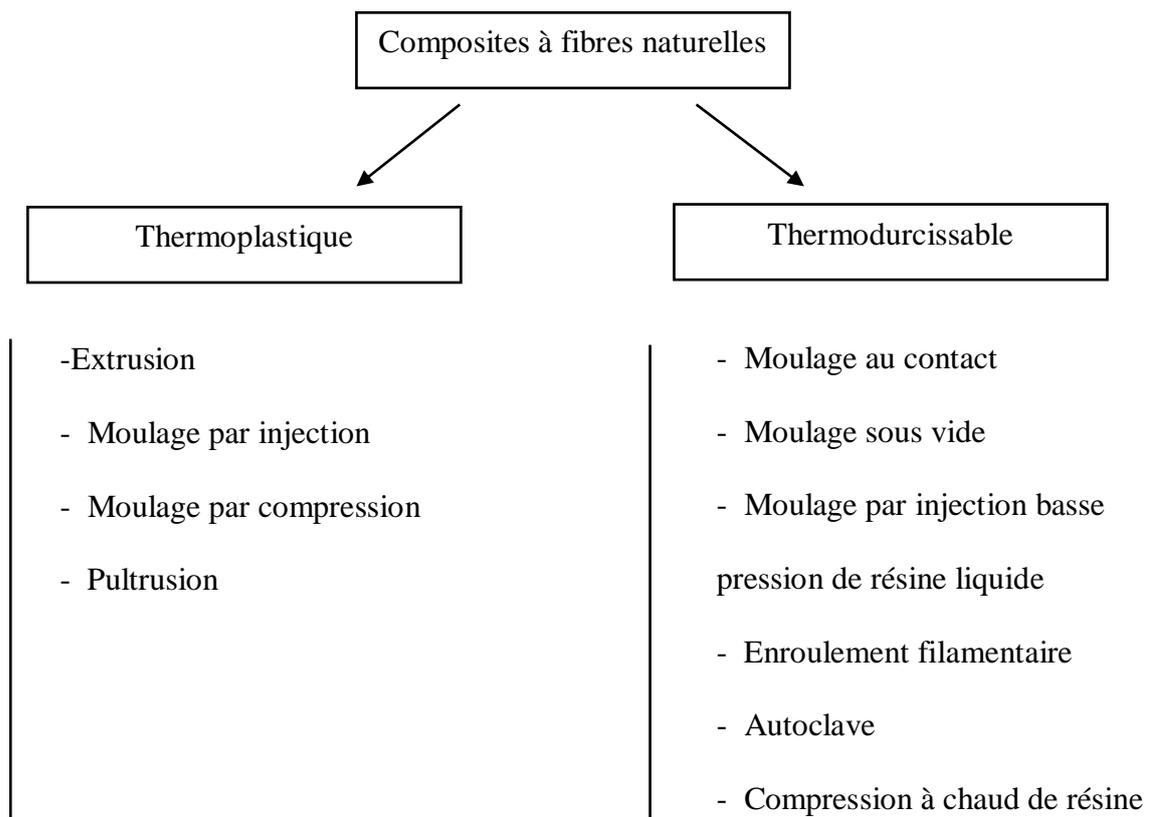


Figure I.6. Techniques de mise en œuvre des composites à fibres végétales.

### I.1.2.a. avec matrice thermoplastique

Les polymères thermoplastiques sont des macromolécules linéaires plus ou moins ramifiées, non réticulées, qui se ramollissent par chauffage et durcissent par refroidissement sans réactions chimiques, ce qui permet de les recycler. A l'état solide, elles se présentent généralement sous forme de poudre ou de granulés. En chauffant, les thermoplastiques prennent une forme liquide visqueuse, facilitant ainsi leur mise en œuvre par :

- Moulage par injection

Le moulage par injection est un procédé pour grande série. Il consiste à transformer des granulés de résine thermoplastique chargés de fibres courtes en un produit fini tout en suivant ces principales étapes :

- la plastification de la résine chargée des fibres par l'intermédiaire d'une vis d'Archimède,
- l'injection sous haute pression du mélange chauffé dans un moule chauffé,
- et le refroidissement et le maintien de la fermeture du moule, avant éjection afin de favoriser la consolidation de la pièce.

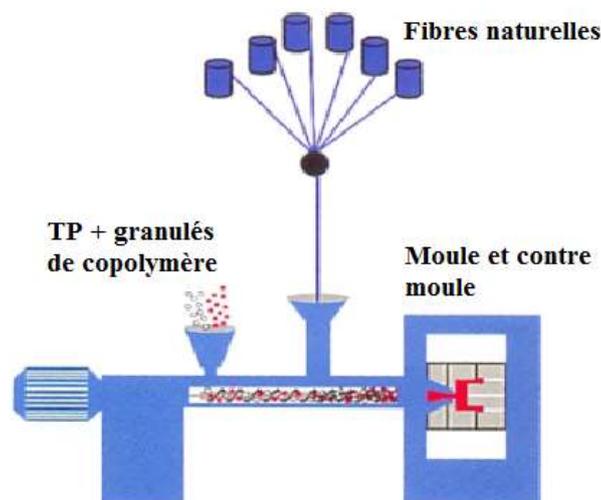


Figure I.7. Principe de moulage par injection d'un composite thermoplastique renforcé de fibres naturelles[5].

- Extrusion

L'extrusion est le procédé le plus utilisé pour la mise en forme de polymères chargés de fibres courtes ou de particules végétales. Ce procédé présente l'avantage de fonctionner en continu.

- Moulage par compression

Ce procédé utilise une presse hydraulique et un moule métallique chauffant. Son principe de mise en œuvre présenté en Figure I.8, est intimement lié à l'architecture ou la forme des fibres :

- si les fibres sont contenues dans des préformes sèches, la matrice sous forme de granulés ou liquide est alors versée sur le renfort déjà déposé dans un moule chauffé ouvert.
- s'il s'agit de préformes pré-imprégnées, dans ce cas la matrice est déjà en intime contact avec les fibres.

La fermeture du moule provoque le ramollissement du polymère et la compression des constituants, ce qui permet la pénétration de la matrice à travers les fibres et la mise en forme souhaitée de l'ensemble. Durant le maintien de la fermeture du moule sous pression lors du refroidissement, la matrice durcit. Enfin, le moule est ouvert et la pièce est éjectée.

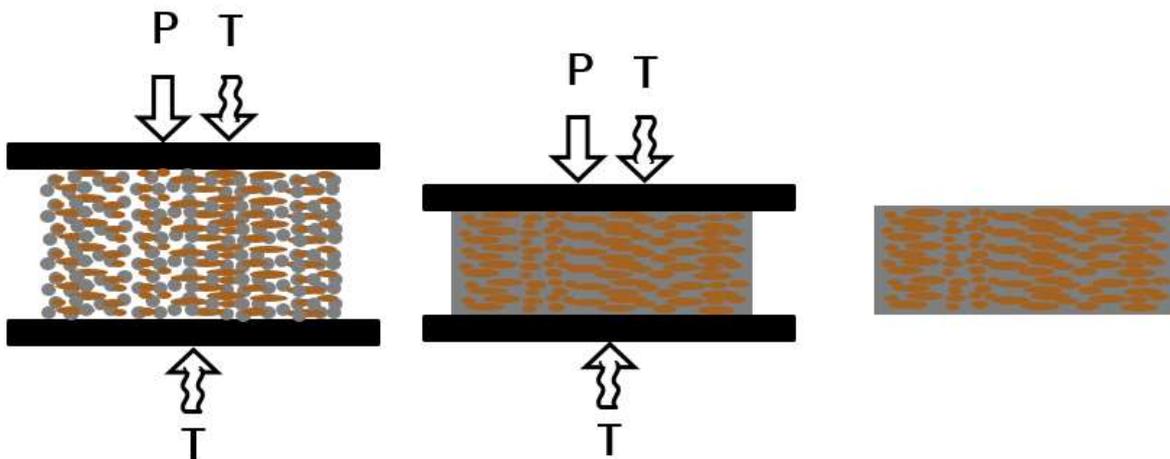


Figure I.8. Principe du procédé du moulage par compression.

Ce procédé permet la fabrication des pièces avec un taux volumique de fibres important, d'où son intérêt pour l'obtention des pièces dites « structurelles ». En revanche, cette technique est limitée aux formes simples.

### I.1.2.b. avec matrice thermdurcissable

Les thermdurcissables sont des macromolécules polymères liées sous l'effet de la chaleur, de la pression et des additifs chimiques (durcisseurs ou accélérateurs) par des liaisons fortes de type covalentes. Leur réticulation pendant la cuisson est irréversible, ainsi ils ne peuvent être ni modifiés, ni réutilisés, ni recyclés. Leur faible viscosité favorise l'imprégnation des fibres naturelles, ce qui améliore les propriétés physiques et mécaniques des composites obtenus.

Les principaux procédés d'élaboration des composites à base de résine thermodurcissable renforcée de fibres naturelles sont:

- Moulage au contact

C'est un procédé pour petites séries. Il consiste à déposer alternativement des couches de résine catalysée et des couches de tissus sur un moule préalablement ciré. Après l'imprégnation du renfort par la résine à l'aide d'un pinceau, un débullage est effectué avec un rouleau. Ces étapes sont répétées jusqu'à atteindre le nombre de couches souhaitées. Ce procédé est simple, peu onéreux et permet la réalisation des pièces de formes et dimensions quelconques avec un bel aspect de surface coté du moule. La pièce moulée par cette méthode dépend fortement du savoir-faire du mouleur.

- Moulage par projection simultanée

Cette technique est une évolution du procédé moulage au contact. Le moulage est effectué par projection simultanée de fibres coupées et mélangées avec de la résine catalysée sur un moule ciré. La couche projetée est ensuite compactée et débarrassée des bulles par l'intermédiaire d'un rouleau. Ce procédé permet de fabriquer des pièces de moyennes et grandes dimensions et de formes simples avec un faible coût. Néanmoins, ce type de moulage n'utilise que des fibres coupées, ce qui donne des pièces à propriétés mécaniques modestes.

- Moulage sous vide

C'est un procédé pour moyennes séries. Après la dépose des renforts et de la résine sur un moule rigide préalablement ciré, une membrane étanche est disposée sur l'ensemble. La dépression créée par une pompe à vide entre le moule et la membrane permet d'étaler et de débuller la résine (Figure I.9). La mise sous vide reste maintenue jusqu'à polymérisation de la résine.

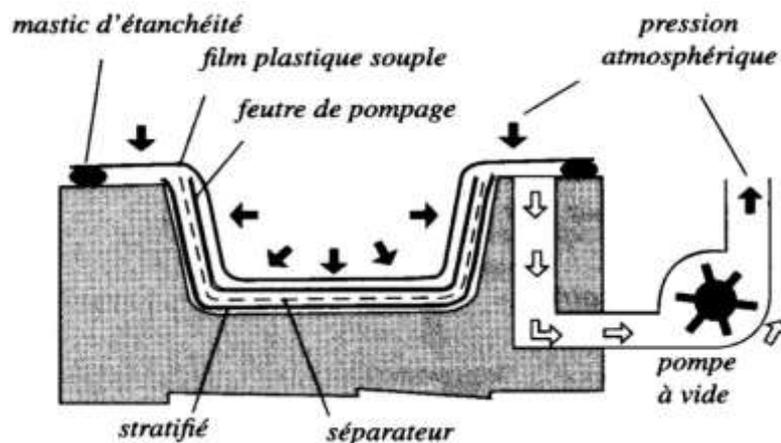


Figure I.9. Principe de moulage sous vide [22].

- Moulage par injection basse pression de résine liquide

Ce procédé est connu aussi par son appellation anglo-saxonne **RTM** (Resin Transfer Molding). Il consiste à mettre les renforts à l'intérieur d'un moule à deux faces, rigide, ciré et fermé. Ensuite, la résine catalysée est injectée à l'intérieur du moule sous une pression allant de 0,1 à 0,4 MPa.

- Moulage en autoclave

Le moulage en autoclave est nommé aussi le moulage au sac. Il consiste à compacter le renfort et la résine sur un moule rigide, à travers une membrane élastique, déformable formant avec l'outillage un sac étanche. Le moule est placé dans une enceinte fermée soumise à une pression interne de quelques mégapascals. Cette pression est appliquée sur la membrane par l'intermédiaire d'un fluide (air, eau, azote, vapeur d'eau), qui facilite la polymérisation de la résine.

- Enroulement filamentaire

Ce procédé automatisé est destiné au moulage des pièces de révolution de hautes performances telles que les tubes et les réservoirs de stockage des fluides sous hautes pressions. Cette technique consiste à immerger d'abord des rovings dans un bain de résine catalysée, puis à les enrouler autour d'un mandrin. Selon la vitesse de déplacement du va-et-vient du roving par rapport à l'angle et à la vitesse de rotation du mandrin, on distingue trois types d'enroulement : l'enroulement circonférentiel, l'enroulement polaire et l'enroulement hélicoïdal (Figure I.10).

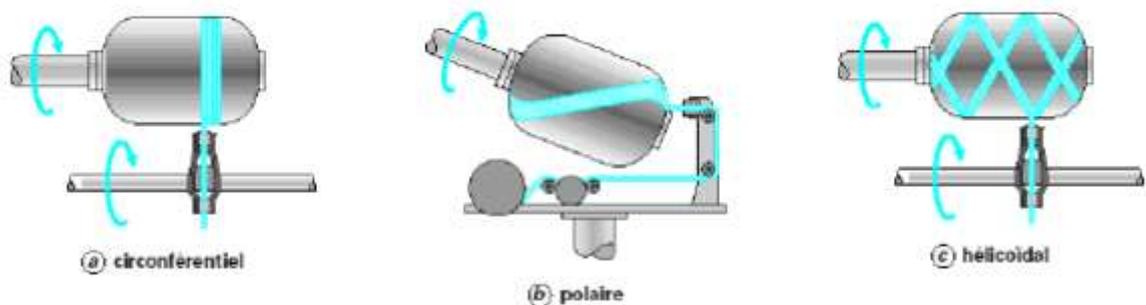


Figure I.10. Les différents types d'enroulement filamentaire[23].

### I.1.2.c. Discussion

Des études ont montré que, lors du procédé de mise en œuvre des composites, les limitations de chaque technique et les paramètres de fabrication utilisés peuvent introduire des défauts

internes indésirables dans le matériau, tels que des bulles ou vides, des régions pauvres ou riches en résine, délaminage, retrait, etc. [24]. Ces défauts peuvent ainsi affaiblir les propriétés mécaniques des matériaux composites. Plusieurs recherches ont été menées sur les composites renforcés de carbone ou de verre. Liu et al. ont étudié l'effet de cycle de pression lors du procédé autoclave sur la porosité à l'intérieur d'un composite croisé  $[0/90]_{3s}$  en carbone/époxy. Ils ont montré une forte sensibilité à la porosité de la résistance au cisaillement interlaminaire et des propriétés en flexion des composites en comparaison avec la résistance et le module de traction. Ils ont constaté que lorsque la porosité à l'intérieur des composites est inférieure à 4%, la résistance au cisaillement interlaminaire diminue d'environ 8 % avec chaque augmentation d'1% de la porosité [25]. Gu et al. ont étudié la formation des vides à travers la transformation à la fois de l'eau hygroscopique absorbée par les fibres de verre et de carbone et de l'air emprisonné en bulles de vapeur sous l'effet de l'élévation de la température durant le procédé de thermocompression [26].

Comparées aux fibres synthétiques, les problématiques associées aux procédés de mise en œuvre des composites à fibres végétales sont plus compliquées à cause de la particularité des caractéristiques de ce genre de fibres. L'utilisation des fibres végétales pour le renforcement des résines implique une attention particulière aux paramètres du procédé de mise en œuvre. La température et la durée du procédé sont les paramètres-clés permettant notamment le contrôle de la dégradation thermique des fibres. La température de moulage à chaud doit être supérieure au point de fusion de la résine afin d'abaisser sa viscosité et la durée doit être suffisamment longue pour permettre la pénétration de la résine fondue dans les fibres, assurant ainsi une forte adhésion entre le renfort et la matrice. En concurrence avec ces exigences, la température et la durée de fusion devraient être aussi basses que possible pour ralentir d'une part les déformations thermiques qui apparaissent et créent des fissures et des endommagements irréversibles au niveau des fibres et, d'autre part, la décomposition des pectines qui commence à partir de 180°C[27][28]. Li et al. ont investigué l'effet de la pression durant la mise en œuvre des matériaux composites en époxy renforcés des fibres unidirectionnelles de lin par le procédé de thermocompression. Ils ont montré que l'élévation de la pression de 0,5 MPa à 1,0 MPa entraîne la diminution de la porosité dans le composite de 2,42% à 1,53% et l'amélioration de la résistance au cisaillement interlaminaire et à la traction du matériau de l'ordre de 21,9% et 10,9% respectivement pour chaque 1,0% de baisse de porosité. Toutefois, l'élévation de la pression durant la fabrication de 1 MPa à 1,5 MPa n'entraîne qu'une faible diminution de la porosité de 1,53% à 1,51% sans amélioration de la

résistance au cisaillement et à la traction. Cela a permis de conclure sur l'importance de la porosité sur les propriétés mécaniques des composites à fibres de lin [29].

### I.1.3. Evaluation des propriétés mécaniques des composites à fibres végétales

La prédiction des propriétés théoriques des matériaux composites avant fabrication permet l'amélioration de la conception et du dimensionnement des pièces à travers un choix rationnel des constituants (nature des fibres, architecture de renfort, matrice et empilements) et la prévision de la convenance de pièces aux exigences de l'usage auquel ils sont destinés. La connaissance de la proportion relative de renfort et de matrice est un élément-clé pour la détermination des caractéristiques mécaniques du matériau composite. Ces proportions peuvent être exprimée soit en fraction massique, soit en fraction volumique. Pour les composites classiques unidirectionnels et continus, la méthode traditionnelle de prédiction de la rigidité longitudinale  $E_L$  et de la rigidité transversale  $E_T$  est la loi des mélanges, qui considère le matériau composite comme parfait et sans porosité [30] :

$$E_L = E_f \cdot V_f + (1 - V_f) \cdot E_m \quad \text{I.1}$$

$$E_T = \frac{E_f \cdot E_m}{(1 - V_f) \cdot E_f + V_f \cdot E_m} \quad \text{I.2}$$

avec  $E$  et  $V$  sont respectivement le module d'élasticité et la fraction volumique.

Les indices  $f$  et  $m$  désignent respectivement fibre et matrice.

Les mêmes équations peuvent servir à la détermination de la résistance  $\sigma$  du matériau composite en remplaçant  $E$  par  $\sigma$ .

Comparés aux matériaux composites à renfort synthétique, ceux à fibres végétales contiennent une porosité relativement élevée, qui peuvent affecter leurs propriétés mécaniques. Plusieurs investigations ont été réalisées pour étudier les effets de la porosité sur les propriétés mécaniques des matériaux en général et les éco-composites en particulier. Mackenzie a constaté des effets sur les propriétés élastiques d'un solide contenant des trous sphériques [31]. Wisnom et al. ont mis en évidence l'effet des porosités de diamètre équivalent supérieur à 0,2mm dans l'affaiblissement de surface de contact entre les fibres et la matrice, ce qui a mené à la rupture des composites par cisaillement interlaminaire [32]. Chambers et al. ont corrélé l'augmentation des surfaces de porosité ( $>0,03 \text{ mm}^2$ ) avec la baisse de la résistance en flexion et en fatigue des composites unidirectionnels de carbone par l'action d'initiation et propagation des fissures entre les plis [33]. Gager et al. ont montré la modification de la

microstructure des composites lin/PP en fonction de la porosité et leurs effets sur le comportement hygro-mécanique de ces matériaux[34].

A l'égard de la microstructure poreuse des fibres végétales (cavité luminale), il est essentiel de considérer la porosité dans le volume des composites à fibres végétales et d'utiliser une loi autre que la loi des mélanges.

De nombreux modèles ont été proposés afin d'évaluer les propriétés des matériaux composites en fonction de la porosité. Ces modèles sont des équations analytiques développées afin de simuler des représentations géométriques et mécaniques simplifiées du matériau réel. Madsen et al ont proposé un modèle qui prédit la porosité en fonction de la fraction massique des fibres et calculent alors les fractions volumiques de fibres et de matrice correspondantes. Le modèle fournit également une estimation des propriétés élastiques du matériau composite [35]. La base de ce modèle vient des deux relations sur les fractions massiques et volumiques, qui sont générales pour tous les matériaux composites:

$$m_c = m_f + m_m \Rightarrow 1 = \frac{m_f}{m_c} + \frac{m_m}{m_c} = M_f + M_m \quad \text{I.3}$$

$$\vartheta_c = \vartheta_f + \vartheta_m + \vartheta_p \Rightarrow 1 = \frac{\vartheta_f}{\vartheta_c} + \frac{\vartheta_m}{\vartheta_c} + \frac{\vartheta_p}{\vartheta_c} = V_f + V_m + V_p \quad \text{I.4}$$

avec  $m, \vartheta, M$  et  $V$  sont respectivement la masse, le volume, la fraction massique et la fraction volumique. Les indices  $c, f, m$  et  $p$  désignent respectivement matériau composite, fibre, matrice et porosité.

En combinant les deux équations I.3 et I.4, le volume total du composite devient égal à :

$$\vartheta_c = \frac{\frac{m_c \cdot M_f}{\rho_f} + \frac{m_c \cdot M_m}{\rho_m}}{1 - V_p} \quad \text{I.5}$$

Les fractions volumiques de fibres et de matrice sont alors données par :

$$V_f = \frac{\vartheta_f}{\vartheta_c} = \frac{\frac{M_f}{\rho_f}}{\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{M_m}{\rho_m}} \cdot (1 - V_p) \quad \text{I.6}$$

$$V_m = \frac{\vartheta_m}{\vartheta_c} = \frac{\frac{M_m}{\rho_m}}{\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{M_m}{\rho_m}} \cdot (1 - V_p) \quad \text{I.7}$$

Madsen et al. supposent que cette porosité est la somme de deux composantes indépendantes :  $V_{p(\text{proc})}$  et  $V_{p(\text{struc})}$ .  $V_{p(\text{proc})}$  représente les porosités créées au moment de la mise en œuvre du matériau composite.  $V_{p(\text{struc})}$  est un volume de porosité corrélé à un mécanisme structurel lié au degré de compactage des fibres. Pour une limite de degré de compactage d'assemblages de fibres végétales comprise entre 30 et 60% selon le type et l'orientation des fibres, la fabrication des composites avec une fraction volumique de fibres en-dessous de cette limite conduira à une porosité nulle [35]. En se basant sur l'étude théorique de Mackenzie sur les solides contenant des trous sphériques [31], les effets de porosité sur la rigidité de matériau composite sont estimés par :

$$E_p = E_d \cdot (1 - V_p)^2 \quad \text{I.8}$$

où  $E_p$  est la rigidité du matériau contenant de la porosité et  $E_d$  est la rigidité du matériau dense et parfait.

Dans un matériau composite unidirectionnel,  $E_L$  devient égal à :

$$E_L = (V_f * E_f + V_m * E_m) * (1 - V_p)^2 \quad \text{I.9}$$

L'isotropie des propriétés des fibres et de la matrice est la deuxième hypothèse sur laquelle se base la loi des mélanges, ce qui implique l'égalité des propriétés longitudinale et transversale de chaque composant du matériau composite. Cette hypothèse peut être vraie pour la matrice, mais inacceptable pour les fibres végétales, de carbone et d'aramide, dont les propriétés transverses sont inférieures aux longitudinales [36][37]. Dans leur modèle théorique, Madsen et al. ont proposé d'améliorer la loi des mélanges en multipliant le module d'élasticité transversal par un facteur d'anisotropie  $f_a$ , défini comme le rapport des propriétés transverses et longitudinales pour les fibres :

$$E_T = \left( \frac{(E_f * f_a) E_m}{V_m * (E_f * f_a) + V_f E_m} \right) * (1 - V_p)^2 \quad \text{I.10}$$

Dans la littérature, les données et les résultats sur l'anisotropie des fibres sont limités à une seule étude approfondie sur le jute, dont la valeur du facteur d'anisotropie à température ambiante est d'environ 1/7 [37].

Dans un matériau composite à renfort mat, l'expression d'estimation du module d'élasticité est développée à travers la considération des caractéristiques géométriques du renfort.

$$E_c = (\eta_\theta \eta_l V_f * E_f + V_m * E_m) * (1 - V_p)^2 \quad \text{I.11}$$

où  $\eta_\theta$  est le facteur d'efficacité d'orientation et  $\eta_l$  le facteur d'efficacité de longueur.

Le facteur d'efficacité d'orientation est égal à :

$$\eta_\theta = \sum a_i \cos^4(\theta_i) \quad \text{I.12}$$

où  $a_i$  est le rapport entre la fraction volumique de l' $i^{\text{ème}}$  fibre et celle de toutes les fibres.

$\theta_i$  est l'angle entre la direction de chargement et la direction de l' $i^{\text{ème}}$  fibre.

Les valeurs admises du facteur d'efficacité d'orientation  $\eta_\theta$  selon l'orientation du renfort et la direction du chargement par rapport aux fibres sont résumées dans le tableau I.2.

Type de renfort	$\eta_\theta$
UD chargement parallèle aux fibres	1
UD chargement perpendiculaire aux fibres	0
Mat 2D	3/8
Mat 3D	1/5
Bidirectionnel 0°/90°	1/2
Bidirectionnel ±45°	1/4

Tableau I.2. Valeurs du facteur d'efficacité d'orientation pour différents types de renforts [38].

Le facteur d'efficacité de longueur peut être déterminé à travers le modèle « shear-lag » développé par Cox [37] :

$$\eta_l = 1 - \frac{\tanh \frac{\beta L}{2}}{\frac{\beta L}{2}} \quad \text{I.13}$$

avec :

$$\frac{\beta L}{2} = 2 \frac{L}{D} \sqrt{\frac{G_m}{E_f \ln\left(\frac{k}{v_f}\right)}} \quad \text{I.14}$$

où  $L$  et  $D$  sont respectivement la longueur et le diamètre de la fibre.

$G_m$  est le module de cisaillement de la matrice

$K$  est une constante qui dépend de l'arrangement des fibres.

Le Tableau I.3 résume les différentes valeurs de  $K$  selon l'arrangement des fibres.

Arrangement des fibres		$K$
Cox		$2\pi/\sqrt{3}$
Cylindre		1
Hexagonal		$\pi/2\sqrt{3}$
Carré		$\pi/4$

Tableau I.3. Valeurs de la constante  $K$  pour différents arrangements des fibres [39].

Toutefois, quelque soit le modèle suivi, les résultats analytiques ne concordent jamais parfaitement avec les propriétés mesurées. Ceci est dû à la variabilité des paramètres liés au matériau et aux hypothèses simplificatrices considérées pour la formulation des équations, notamment celles concernant la géométrie et la répartition des défauts (porosités, inclusions, etc.).

## I.2.Structures sandwiches

### I.2.1. Généralités

Une structure sandwich représente une forme particulière de matériaux composites multicouches, distinguée par ses constituants et sa géométrie par rapport aux structures monolithiques et poutres en I. Le concept d'une structure sandwich est de relier d'une manière efficace des peaux rigides et résistantes en traction et en compression, par une âme légère et épaisse qui transmet l'effort. L'âme doit résister aux contraintes de cisaillement

générées par le mouvement de glissement des peaux sous charge et doit maintenir les peaux équidistantes.

Selon la théorie de la résistance des matériaux, cette adjonction permet d'optimiser les fonctions de chaque constituant de la structure et d'accroître la rigidité du stratifié à travers l'augmentation de son moment d'inertie. Par conséquent, la rigidité en flexion de toute la structure est significativement augmentée pour un accroissement faible de masse. Les Figure I.11 et Figure I.12 mettent en comparaison respectivement la distribution des contraintes et les performances mécaniques en flexion des structures sandwiches par rapport aux structures monolithiques. Cette comparaison met ainsi en relief l'intérêt de ces structures par rapport aux autres monocouches.

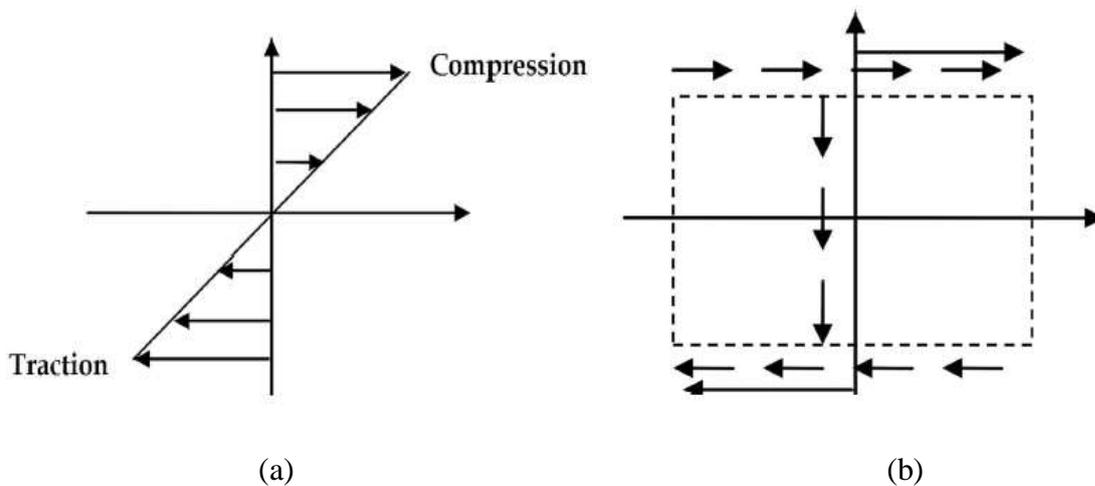


Figure I.11. Distribution des contraintes en flexion : (a) dans un panneau monolithique et (b) dans une structure sandwich.

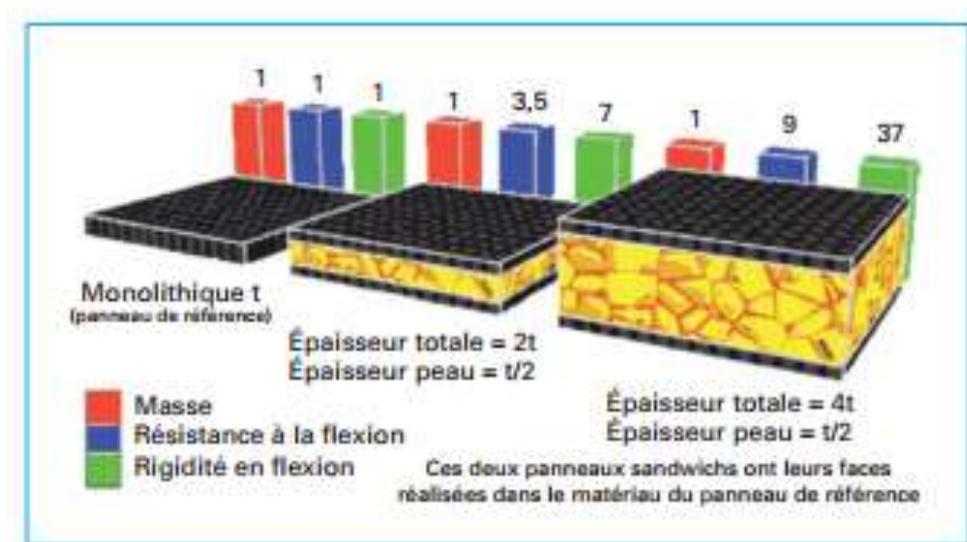


Figure I.12. Comparaison des performances mécaniques en flexion entre un panneau de référence et deux structures sandwiches d'épaisseurs différentes pour une même masse [40].

Une des premières utilisations moderne remarquable de panneaux sandwichs date de la deuxième guerre mondiale avec la fabrication d'un avion militaire britannique, le Mosquito [41]. Ce recours à ce genre de structure vient suite à une pénurie des matériaux métalliques en Angleterre pendant cette période. Les peaux ont été fabriquées en placage bois et l'âme en balsa, ce qui a amené légèreté et donc une vitesse plus élevée.

Au début, les structures en nid d'abeilles ont été développées pour servir d'âme aux panneaux sandwichs utilisés en aéronautique. Ensuite vers la fin des années cinquante et durant les années soixante, d'autres types d'âme en plastiques alvéolaires tels que le polystyrène et le polyuréthane ont été inventés pour pallier la corrosion des âmes en nid d'abeilles et ajouter d'autres qualités telles que l'isolation thermique et phonique, la résistance au feu, etc. Aujourd'hui, les structures sandwichs sont devenues un concept très utile et flexible, utilisées dans des domaines assez variés et stratégiques, notamment l'aérospatiale le transport et la construction navale.

#### **I.2.1.a. Les peaux**

La rigidité équivalente en flexion d'une structure sandwich est gouvernée par les peaux, qui doivent résister à la traction et compression pour éviter la rupture. Les peaux sont de faibles épaisseurs par rapport à l'âme. Le choix adéquat de leur composition dépend essentiellement des performances souhaitées des structures sandwichs. Pour les structures portantes, les peaux sont généralement des feuilles métalliques (Aluminium, acier, etc.) ou des empilements de couches de renfort imprégnées de résines thermodurcissables ou thermoplastiques. Sinon pour des applications semi-structurelles, du bois ou contre-plaqué sont aussi utilisés pour la fabrication des peaux.

#### **I.2.1.b. L'âme**

L'incorporation d'une âme épaisse entre deux peaux accroît le moment d'inertie de toute la structure ainsi que sa rigidité équivalente au cisaillement pour un accroissement faible de la masse. Plusieurs types d'âme ont été développés : en nid d'abeilles, en mousse et en bois (Figure I.13).

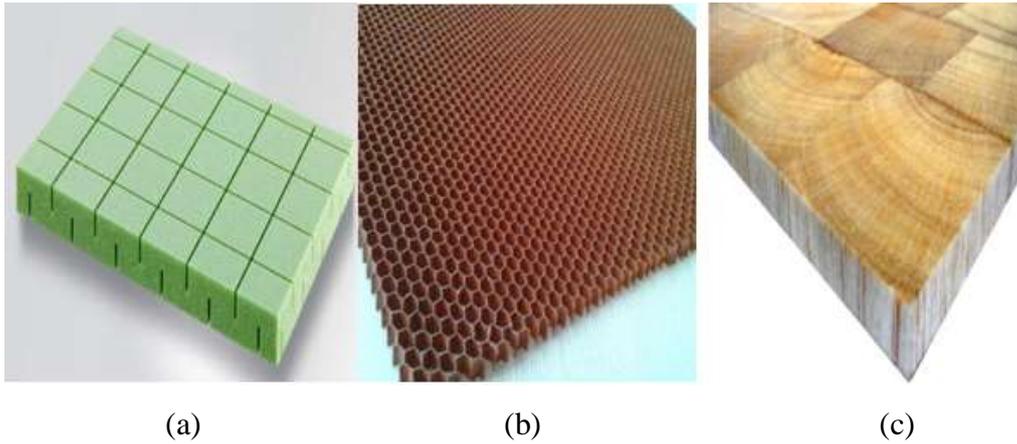


Figure I.13. Les différents types d'âme : (a) mousse PVC, (b) nid d'abeilles en aramide et (c) balsa.

Le choix d'un type d'âme par rapport à l'autre dépend à la fois des performances exigées et du procédé de mise en œuvre de toute la structure sandwich. L'âme en nid d'abeilles possède une structure hexagonale, triangulaire, etc. réalisée en divers matériaux (aluminium, papier-carton ou matière plastique) et caractérisée par la taille de ses cellules. Elle présente une surface de collage très limitée avec les peaux. Pour cela, il est impérativement recommandé d'utiliser une résine ou colle à hautes performances tel que l'époxy qui favorise une bonne adhésion avec les peaux. Ce type d'âme ne peut être associé qu'avec un procédé de mise en œuvre par assemblage afin d'éviter le remplissage des alvéoles du nid d'abeilles.

Concernant les mousses, elles peuvent être organiques, naturelles, métalliques ou céramiques, à cellules ouvertes et/ou fermées. Leurs propriétés dépendent essentiellement des matières premières choisies et de leur densité.

### I.2.2. Procédés de mise en œuvre des structures sandwiches

L'élaboration des structures sandwiches a d'abord eu recours aux technologies de transformation standards des composites (moulage au contact, autoclave, enroulement filamentaire, etc). Cependant suite au développement des panneaux sandwichs dans tous les secteurs, il existe aujourd'hui des techniques spécifiques à leur production telles que :

- l'assemblage par collage : ce procédé consiste à assembler parfaitement les peaux à l'âme, préalablement préformées, à l'aide d'un adhésif bien choisi. La garantie d'une interface peaux/âme de qualité est fonction de l'état des surfaces des peaux et de l'âme, de la concordance entre adhésif et constituants, de la viscosité de l'adhésif et de l'épaisseur de la couche d'adhésif [44]. Une fois que l'adhésif est appliqué sur les

surfaces, toute la structure est chauffée et mise sous pression jusqu'à la polymérisation de l'interface [45].

- le moulage en continu : ce procédé est totalement automatisé. Il consiste à insérer un film adhésif entre l'âme et les peaux, qui se présentent sous forme de rouleaux. Tous ces constituants passent par des rouleaux de calandrage, chauffés afin de garantir l'adhésion entre l'âme et les peaux.
- le moulage par infusion « one shot » : dans le cas de fabrication d'un panneau sandwich, ce procédé consiste à élaborer simultanément les peaux et leur assemblage avec l'âme, grâce à une mise sous vide de l'ensemble de constituants par le biais d'une bâche sur le moule. La résine va assembler tous les constituants après sa polymérisation. En revanche, le bon choix de l'âme est crucial dans ce procédé. D'une part elle doit permettre le passage de la résine, sinon des modifications seront faites sur ses surfaces comme le rainurage et le perçage, afin de favoriser une bonne adhésion avec les peaux. D'autre part, l'âme doit résister à la dépression que subissent tous les constituants durant tout le procédé.

### **I.2.3. Propriétés liées aux structures sandwiches**

Grâce à leur aspect économique en terme de légèreté et aux diverses fonctions qu'elles peuvent remplir, les structures sandwiches se sont développées dans des secteurs d'activité variés et stratégiques. Des études substantielles scientifiques théoriques et expérimentales ont été réalisées sur les structures sandwiches, dont la majorité s'est concentrée sur leur comportement élastique et leur résistance en se limitant à l'étape de pré-flambement (zones OA et AB) (Figure I.14). En 1965, Allen a fourni un examen complet des panneaux sandwichs où il a proposé une méthode d'analyse théorique classique qui a largement favorisé leurs applications [42].

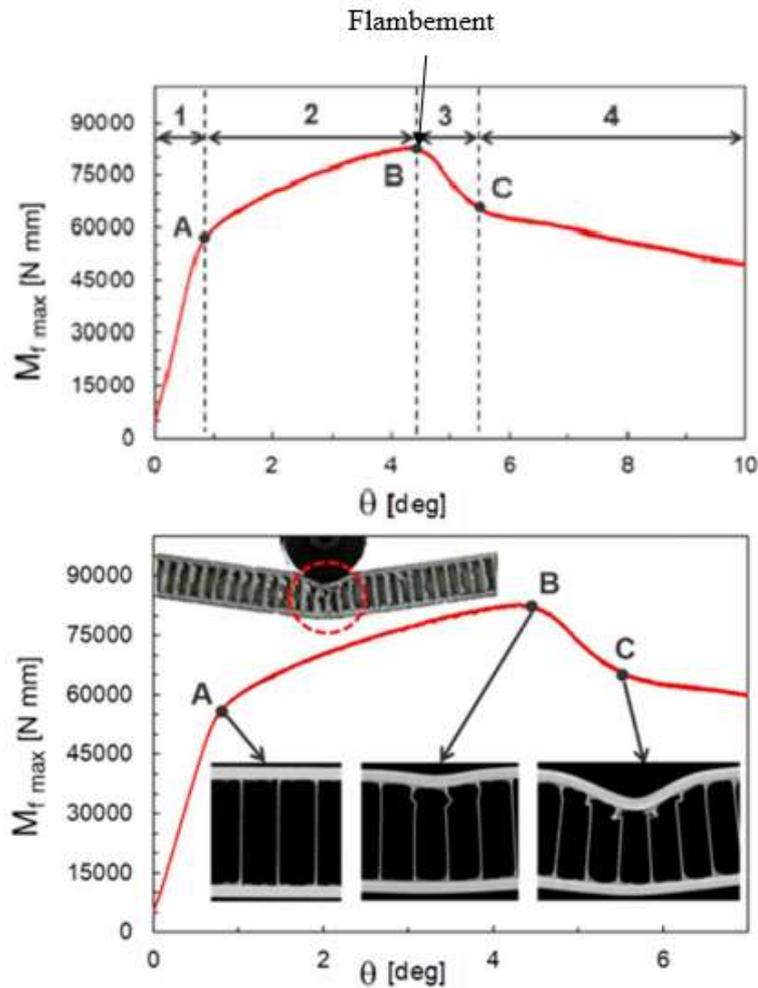


Figure I.14. Comportement en flexion trois-points quasi-statique d'une structure sandwich à peaux renforcées de fibres de carbone et âme en nid d'abeilles en aluminium [43].

Avec l'accroissement du recours aux structures sandwiches dans des applications dédiées à la protection contre les chocs, plusieurs études sur le comportement post-flambement et les modes de rupture des structures sandwiches particulièrement à âme en nid d'abeilles ou mousse ont été développées. Petras et al. ont étudié les modes de rupture en fonction du rapport entre l'épaisseur de la peau et la portée des poutres sandwiches faites de peaux en plastique renforcées de fibres de verre et âme en nid d'abeilles Nomex, soumises à une flexion trois-points [44]. Triantafillou et al. ont appliqué une approche similaire pour établir des cartes sur les modes de rupture des poutres sandwiches à âme en mousse [45]. En résistance à l'impact, Xiao et al. ont montré qu'une poutre carrée à paroi mince en plastique renforcé de fibres de carbone (CFRP) et à âme en nid d'abeille en aluminium augmente l'absorption d'énergie de manière significative de 104% par rapport à celle d'une poutre creuse en CFRP [46]. Zhang et al. ont étudié la réponse à l'indentation par estimation de la profondeur du

creux résiduel et de l'énergie absorbée par des structures sandwiches à âme en nid d'abeilles soumises à l'essai de choc à travers le recours à des formulations semi-empiriques disponibles [47]. Xue et al. ont justifié les effets de l'épaisseur des parois et la taille des cellules de l'âme en nid d'abeilles sur la résistance à l'impact des structures sandwiches [48]. Ceci permet ainsi d'optimiser la conception des âmes en nid d'abeilles. Elamin et al. ont étudié le comportement à l'impact et les mécanismes d'endommagement des structures sandwiches à âme en mousse PVC dans des conditions de température arctique (de 23° à -70°C). Leurs résultats ont montré la grande sensibilité de la résistance des peaux renforcées de fibres de carbone et de la mousse aux faibles températures [49]. Ce travail fournit une connaissance fondamentale importante pour les futures conceptions des structures sandwiches avec des propriétés à l'impact améliorées pour des applications navales. Reyes et al. ont investigué expérimentalement la résistance à l'impact dynamique pour des faibles vitesses des structures sandwiches à âme en mousse et peaux en acier. Ils ont trouvé que les mousses à faible densité permettent de minimiser la masse des structures et de maximiser l'absorption d'énergie lors d'un crash [50]. Gibson et al. ont aussi étudié la dépendance des propriétés mécaniques des structures sandwiches à âme en mousse à la densité de la mousse [51]. En fatigue, plusieurs approches et modèles ont été développés afin d'étudier le comportement des structures sandwiches soumises à une sollicitation cyclique, d'évaluer leur endommagement et d'estimer leur durée de vie. Pour cela, El Mahi et al. ont adopté l'approche de réduction de la rigidité basée sur l'interpolation par des fonctions empiriques des résultats obtenus suite aux essais de flexion trois-points dynamiques sur des structures sandwiches à âme en mousse PVC et peaux en verre/époxy. Les coefficients de ces fonctions dépendent des propriétés du matériau et des conditions de charge. Cette approche leur a permis de prédire la durée de vie de leurs structures pour un faible nombre d'expériences [52]. En amortissement des vibrations, Rajpal et al ont dévoilé les effets liés à la forme (hexagonale, triangulaire ou carrée), l'orientation et les dimensions des cellules d'une âme en nid d'abeilles en ABS sur le comportement dynamique de toute la structure sandwich à travers la mesure des paramètres modaux (fréquence naturelle et taux d'amortissement) [53].

En parallèle avec la sophistication des âmes en nid d'abeilles et en mousse en termes de composition, forme, dimensions et résistance aux cisaillement [54] pour répondre mieux aux exigences de certaines applications, le développement académique et industriel d'âmes bio-sourcées est en plein essor grâce à leurs valeurs ajoutées aux propriétés des structures sandwiches en plus de leur aspect écologique. Plusieurs auteurs ont mis en évidence l'intérêt

d'âmes en balsa pour l'amélioration de certaines propriétés de structures sandwiches. Atas et al. ont montré que le balsa absorbe mieux l'énergie d'impact que la mousse en PVC [55]. Monti et al. ont prouvé que l'amortissement global des structures sandwiches à peaux en lin/Elium augmente avec l'augmentation de l'épaisseur de l'âme en balsa [56]. Sarasini et al. ont mis en évidence l'intérêt d'exploitation de l'effondrement des parois cellulaires du liège contenu dans l'âme d'une structure sandwich lors d'un essai d'impact à faible vitesse dans l'amélioration de l'absorption d'énergie pour une extension limitée à travers l'épaisseur de l'endommagement [57]. Smardzewski a étudié les capacités des structures sandwiches en bois dans l'absorption de l'énergie à travers le développement de la forme de l'âme [58]. Par ailleurs, plusieurs recherches sont effectuées sur différentes matières premières telles que les particules végétales afin d'estimer leurs potentiels et développer de nouveaux panneaux sandwichs avec un large éventail d'applications. Haseli et al. Ont mis en évidence les performances thermique et acoustique d'une structure sandwich composée de peaux fines de MDF et d'âme à base de particules de tronc de palmier dattier. Ces performances sont dues à la faible densité et la microstructure poreuse des particules constitutives de l'âme [59]. Afin de garantir un rapport rigidité / poids élevé aux structures sandwiches tout en bénéficiant de capacités fonctionnelles telles que l'absorption d'énergie, l'amortissement des vibrations et la biodégradabilité, des recherches récentes sont menées sur la fabrication d'âmes en nids d'abeilles à base de fibres végétales. Stocchi et al. ont développé une âme en nid d'abeilles en résine vinylester renforcée de fibres de jute, élaborée par le procédé de moulage par compression. Après caractérisation, les résultats ont montré le potentiel de cette âme innovante pour être une alternative aux âmes standards commercialisées (aluminium, Nomex, etc.) dans les applications qui supportent des charges statiques de compression. En effet, le renforcement du nid d'abeilles par des fibres de jute empêche sa rupture par flambement des parois cellulaires [60]. Pour mettre en évidence l'effet de renforcement par des fibres de lin sur les propriétés mécaniques, d'amortissement et acoustiques, Petrone et al. ont réalisé une comparaison entre des âmes en nid d'abeilles en résine seule et d'autres renforcées des fibres longues ou courtes de lin. Les résultats ont montré que les âmes en résine seule présentent des propriétés d'amortissement significativement élevées par rapport à celles des âmes renforcées de fibres de lin, en particulier, de fibres courtes. Ceci suggère que les propriétés viscoélastiques de la résine sont les premières responsables de l'amortissement de l'âme. Néanmoins, l'âme en résine seule possède des propriétés mécaniques nettement faibles par rapport à celles des âmes renforcées des fibres de lin [61]. Pour améliorer la conception des âmes en nid d'abeilles renforcées de fibres végétales, Riccio et al. ont adopté un modèle

numérique basé sur les éléments finis capable de simuler l'interaction mutuelle entre les endommagements intra-laminaires (rupture de la matrice ou des fibres) et inter-laminaire (délaminage) pour prédire le comportement des âmes renforcées à l'impact [62].

#### **I.2.4. Domaines d'application des structures sandwiches**

A l'égard de leurs bons comportements vis-à-vis de différentes sollicitations, les structures sandwiches envahissent plusieurs domaines, notamment le transport. Quelques technologies récentes basées sur des structures sandwiches sont citées ci-dessous.

En industrie automobile, Volkswagen fabrique les planchers de chargement du Tiguan en peaux renforcées en mats de fibres de verre et en âme à nid d'abeilles en carton, le tout pour moins de 3 kg/m<sup>2</sup>. Telle structure a favorisé une baisse de poids allant jusqu'à 80% par rapport aux planchers fabriqués en matériaux conventionnels tels que le bois et les tôles métalliques. Également, BMW a développé un concept de module de toit avec la même structure qui a permis de réduire la masse de 25% par rapport aux modules de toit conventionnels en acier [63].

Des parois de remorques frigorifiques constituées d'âme en mousse à haute efficacité et des peaux en composites sont développées comme alternative aux parois métalliques classiques. Elles offrent un gain de poids allant jusqu'à 20% et une performance thermique améliorée de 20%.

En aéronautique, des conteneurs de fret aérien et de bagages, dont les peaux sont constituées de plis croisés de fibres de verre unidirectionnelles imprégnés de polypropylène et d'âme en nid d'abeilles en PP sont développés afin de surmonter le poids lourd et les inconvénients des conteneurs métalliques classiques [63]. Des chariots légers pour avion constitués de structures sandwiches en lin avec des propriétés ignifuges améliorées sont développés pour des raisons d'allègement et de réduction de la consommation de carburant [5].

Ces concepts offrent une robustesse accrue, une réparabilité améliorée et des coûts de cycle de vie réduits.

En construction, des systèmes de façade modulaires en matériau sandwich à âme en mousse sont développés pour contenir le verre et le marbre à la place de treillis conventionnel en acier. Ces structures permettent une installation rapide car elles sont conçues pour être installées directement sur les sols en béton du bâtiment. Elles sont quatre fois plus légères qu'une structure métallique conventionnelle, une bonne résistance à la corrosion et des propriétés d'isolation intéressantes [63].

### **I.3. Conclusion**

Ce chapitre présente une analyse bibliographique des principales recherches réalisées sur les matériaux composites et les structures sandwiches, particulièrement ceux incorporant des fibres de lin. Le but essentiel de cette analyse est d'appuyer le choix des fibres de lin pour le renforcement des matériaux composites et aussi de constituer une base des données sur les éléments contributifs à l'amélioration du comportement de ces fibres au sein du matériau composite selon les exigences de l'application. Cette base nous aidera ainsi dans le chapitre II à bien discerner les matériaux candidats ayant le potentiel de constituer avec les fibres de lin une structure sandwich qui réponde à des contraintes fonctionnelles, économiques et écologiques.

Les matériaux composites renforcés de fibres de lin sont abordés suivant l'histoire, les éléments constitutifs, les procédés de mise en œuvre les plus utilisés, les propriétés en général et quelques applications innovantes. Il s'avère que la forme des fibres de lin, les paramètres de procédés de mise en œuvre et le milieu de conditionnement avant et après fabrication impactent les propriétés induites du matériau composite consolidé. Indépendamment de ces facteurs, la quasi-totalité des recherches effectuées prouve le potentiel des matériaux composites renforcés de fibres de lin à remplacer certains matériaux conventionnels dans des applications structurelles grâce à leur légèreté, la possibilité de biodégradabilité et des performances spécifiques intéressantes.

Ce chapitre a introduit les structures sandwiches suivant les mêmes aspects abordés que pour les matériaux composites en lin. Néanmoins, d'autres éléments très étudiés dans la littérature tels que les méthodes théoriques, expérimentales ou numériques de caractérisation mécanique notamment en flexion, d'optimisation de la conception et des modes de rupture des structures sandwiches sont plutôt approfondis dans les chapitres suivants.



*Chapitre II. Sélection des constituants du sandwich et propriétés induites*

Cette étude a pour postulat l'utilisation de fibres longues de lin comme renfort des peaux des structures sandwiches. Dans ce chapitre, des matériaux de matrice et d'âme associés aux fibres de lin sont sélectionnés comme constituants des structures sandwiches étudiées dans ce travail. La méthodologie de choix de ces candidats se base sur des critères et sur des données compilées de la bibliographie, afin de trouver le bon compromis entre les performances mécaniques et contraintes économiques et environnementales. Après sélection, chaque constituant subit les caractérisations expérimentales complémentaires nécessaires pour la suite de l'étude du comportement des matériaux composites et des structures sandwiches obtenus (chapitres III et IV).

## II.1. Matériaux constituant les structures sandwiches

Aujourd'hui, avec plus de matériaux qu'auparavant, les possibilités d'innovation sont immenses. Des procédures doivent être mises en place pour permettre de faire un choix rationnel de matériaux et de procédés afin de répondre aux exigences fonctionnelles, économiques et environnementales de la conception. Selon Ashby [64], le choix rationnel d'un matériau doit se faire dans une démarche de conception intégrée telle qu'illustrée dans la Figure II.1.

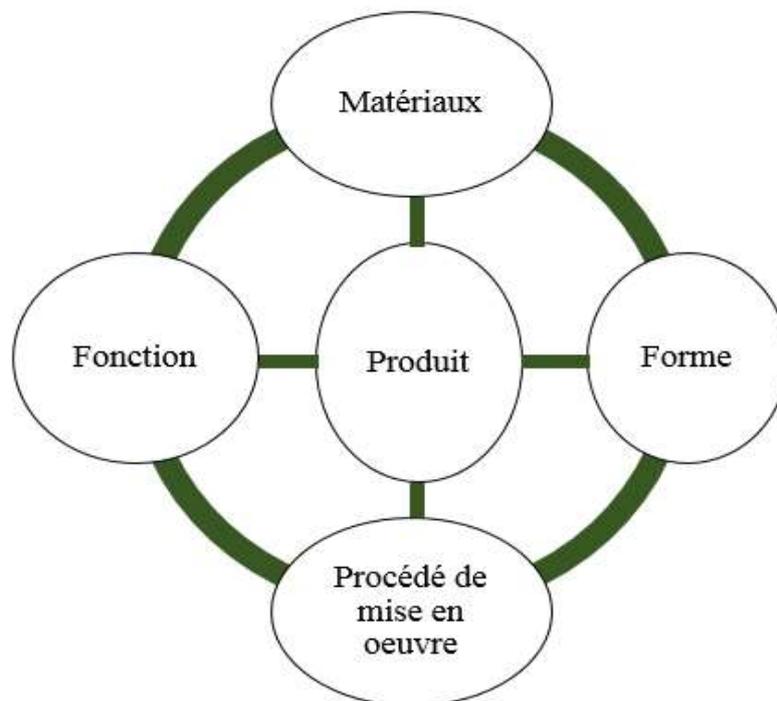


Figure II.1. Les différents critères intervenant dans le choix d'un matériau.

### II.1.1. Renforts utilisés

Le lin a été cultivée depuis le néolithique dans le croissant fertile en même temps que les premières céréales et légumineuses. Cette plante est ensuite arrivée en Europe par la Méditerranée. Elle a connu de multiples usages : au début, ses graines ont été utilisées dans l'alimentation et la médecine. Plus tard, ses fibres libériennes ont été exploitées pour la fabrication de tissus et de cordes, tandis que les résidus de la tige ont été utilisés pour constituer des litières animales. Aujourd'hui, les fibres de lin sont essentiellement utilisées dans l'industrie du textile et également dans celle du composite grâce à leurs bonnes propriétés mécaniques et leur légèreté par rapport à d'autres fibres synthétiques et naturelles (Figure II.2). Le lin est donc une plante valorisable en totalité.

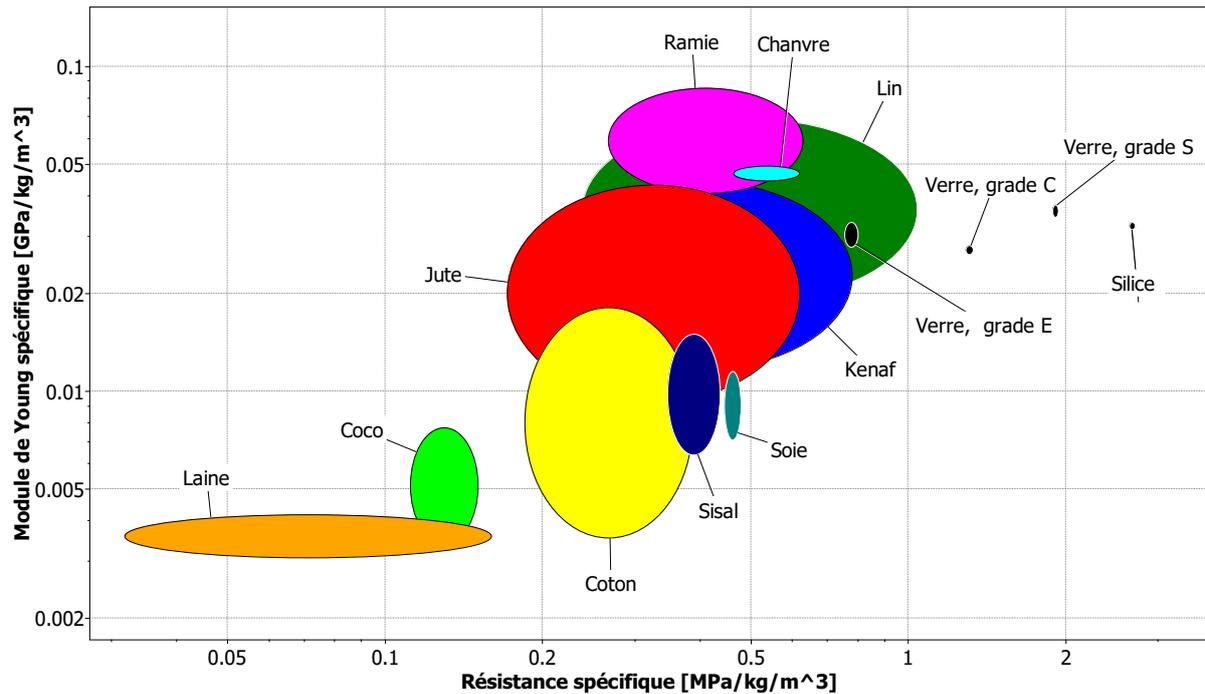


Figure II.2. Rigidité spécifique en fonction de la résistance spécifique des fibres végétales et des fibres de verre.

En France, la culture du lin a atteint son développement optimal dans une période allant du XVI<sup>ème</sup> au XVIII<sup>ème</sup> siècle. Au début du XIX<sup>ème</sup> siècle, sa production a connu une chute à cause de la concurrence du coton. Après la seconde guerre mondiale, l'arrivée d'agriculteurs belges en France a relancé la culture du lin [65]. Les décennies suivantes ont marqué la mécanisation agricole, la création variétale et le perfectionnement du teillage.

Aujourd'hui, le lin est cultivé dans de nombreuses régions du monde au climat propice. Le lin européen représente une part de la production mondiale égale à 80% soit 90000 hectares. Avec 50000 à 75000 hectares de surface de culture selon les années, la France est devenue le premier producteur mondial de fibres de lin. La Haute-Normandie seule assure 50 % de la production mondiale [66].

En tant que ressource locale de la région Normandie et compte tenu de ses potentialités, les travaux engagés dans cette thèse sont fondés sur l'utilisation des fibres longues de lin dans la fabrication des peaux des structures sandwiches capables de répondre à des contraintes fonctionnelles, économiques et environnementales. Des tissus unidirectionnels de lin de masse surfacique de 200 g/m<sup>2</sup> ont été utilisés (Figure II.3). Ces tissus sont commercialisés sous le nom de LINCORE FF UD par le groupe Depestele. Le maintien unidirectionnel des fibres est assuré par un fil de trame en lin.



*Figure II.3.LINCORE FF UD 200.*

### **II.1.2. Sélection de la matrice de peau**

Un matériau composite est constitué d'un renfort et d'une matrice liés par une interface qui assure le transfert des contraintes entre les deux composantes. Plus l'adhésion entre les fibres et la matrice est bonne, plus l'interface est fonctionnelle. Il est alors essentiel de choisir une matrice compatible avec les fibres de lin réputées avoir un caractère hydrophile. De plus, la recherche d'une matrice alliant résistance, bonne tenue en température, bonne résistance à l'eau, caractère écologique et faible coût, est indispensable afin d'atteindre un bon compromis entre les performances mécaniques et les contraintes économiques et environnementales.

En considérant deux diagrammes d'Ashby, i.e. le ratio résistance sur prix en fonction, d'une part, de la température maximale de service(Figure II.4) et, d'autre part, de la résistance à l'eau fraîche (Figure II.5), pour les résines couramment utilisées dans l'industrie des matériaux composites, l'époxy se retrouve en tête du classement. Des résultats rapportés dans la littérature montrent également que l'imprégnation des fibres de lin par l'époxy engendre une bonne adhésion (Tableau II.1).

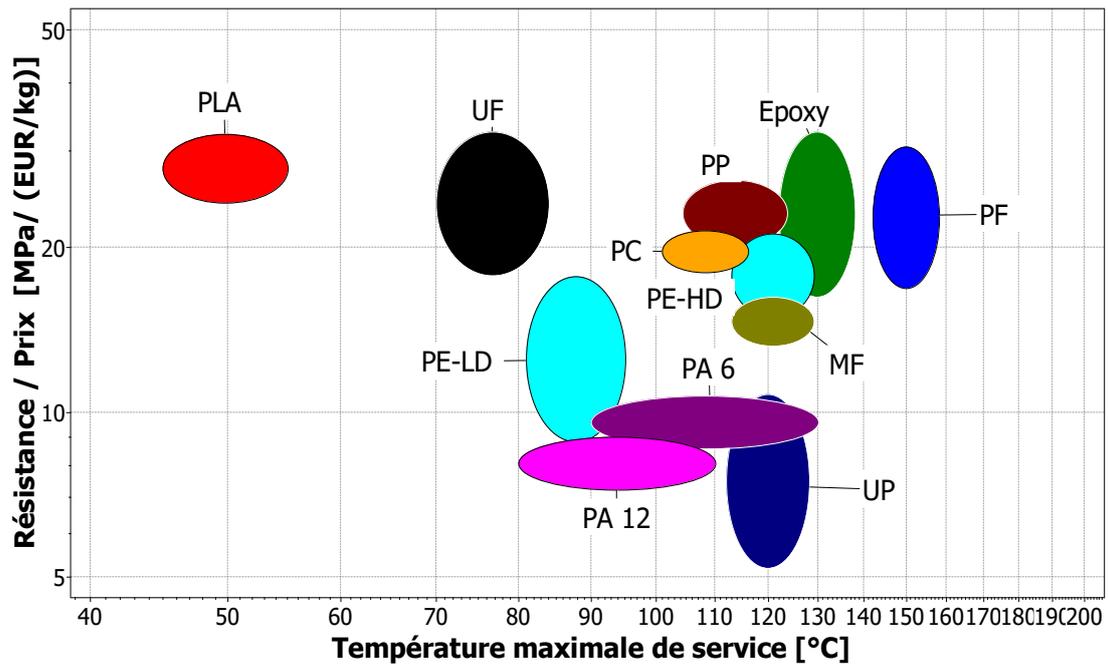


Figure II.4. Résistance en traction par rapport au prix en fonction de la température maximale de service pour des matrices courantes de matériaux composites.

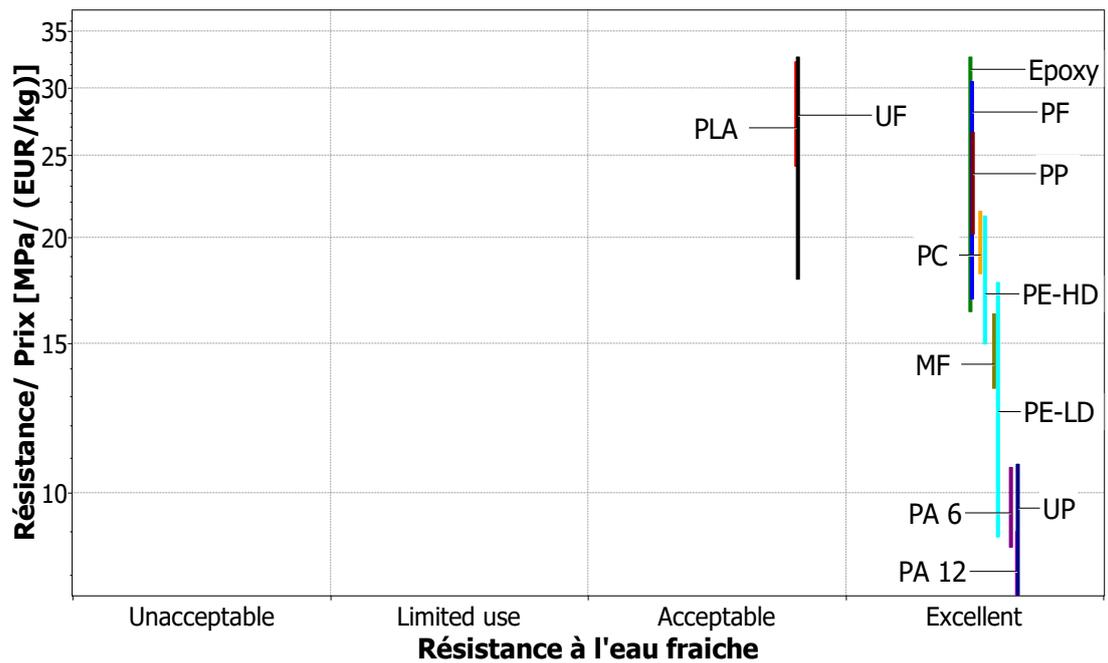


Figure II.5. Résistance en traction par rapport au prix en fonction de la résistance à l'eau fraîche pour des matrices courantes de matériaux composites.

Matrice	$\tau_{ci}$ (MPA)	Référence
Epoxy	22,7	[67]
Polyester	6,0-16,0	
Epoxy	16,0	[68]
Polyester	14,0	
PEBD	6,0	[69]
PEHD	18,0	
PLA	10,0-22,0	[68][70]
PLA	5,0-17,0	[71]

Tableau II.1. Valeurs de la contrainte apparente de cisaillement interfacial pour différentes interfaces lin/matrice.

Dans ce contexte et pour des raisons écologiques, la matrice choisie est une résine époxy partiellement biosourcée fournie par Sicomin « SR GreenPoxy56 ». Jusqu'à 56% de la structure moléculaire de cette résine est d'origine végétale. Le durcisseur SD 8822 a été utilisé avec cette résine parmi différents durcisseurs possibles pour des raisons de fluidité. La combinaison de ces deux ingrédients donne un total de 39 % de la teneur en matière biosourcée dans le mélange [72].

### II.1.3. Sélection de l'âme

Dans la démarche de fabrication d'une structure sandwich innovante avec peaux renforcées de fibres de lin a émergé l'idée de valorisation de sous-produits de la plante de lin. Les anas provenant de la partie centrale de la tige de lin sont peu valorisés dans l'industrie mécanique. Ces particules végétales possèdent une structure poreuse, prometteuse pour un potentiel remplacement des copeaux de bois dans la fabrication des panneaux de particules à faible masse. La valorisation des anas de lin en tant que matière première régionale dans le développement des panneaux agglomérés a un impact écologique et économique positif. Ces panneaux peuvent servir par la suite comme âme des structures sandwichs développées. L'insertion de ce genre d'âme entre deux peaux renforcées de fibres de lin pourrait constituer des structures sandwichs à la fois rigides et de bonnes capacités d'isolation thermique, acoustique et d'amortissement des vibrations.

Dans ce contexte et pour une meilleure évaluation de leur potentialité, les anas de lin sont utilisés à leur état brut et sans prétraitement dans la fabrication des panneaux agglomérés, qui serviront par la suite comme âmes aux structures sandwiches développées.

## **II.2. Etat de l'art et propriétés induites des matériaux sélectionnés**

### **II.2.1. Fibres de lin**

#### **II.2.1.a. Extraction des fibres de lin**

##### **- Culture**

Une culture optimale nécessite un climat tempéré et humide ainsi que des terres possédant des bonnes réserves hydriques. Le cycle de croissance du lin est court. Il met une période environ de cent jours pour pousser jusqu'à une hauteur maximale d'un mètre : Au début, il est semé au printemps, entre mars et avril selon les conditions météorologiques de la période. Une première période de germination et de levée dure environ un mois. Ensuite, le lin passe par une période de croissance durant laquelle une grande attention est portée contre les attaques d'insectes et les champignons. Puis, la floraison s'étale sur environ dix jours à partir de la mi-juin. Environ un mois plus tard, la plante atteint sa maturité. Elle est alors arrachée et posée en andains au sol afin d'effectuer le rouissage.

##### **- Rouissage**

C'est l'action des bactéries et micro-organismes présents dans le sol sur les tiges, qui entraîne la dégradation des polysaccharides qui lient les fibres à la tige.

Le rouissage est une étape délicate, nécessitant un retournement des andains pour favoriser un rouissage homogène et avoir des fibres fines et solides avec des propriétés mécaniques intéressantes. Martin et al. ont montré que le module d'élasticité et la contrainte à la rupture en traction des fibres de lin élémentaires augmentent avec l'augmentation du temps de rouissage de 9 à 19 jours [73]. En effet, cette étape peut durer de deux semaines à trois mois en fonction des conditions climatiques et des exigences industrielles.

A la fin du rouissage, lorsque les tiges sont suffisamment sèches, elles sont enroulées puis stockées à l'abri avant leur passage au teillage.

##### **- Teillage**

Le teillage est l'opération mécanique qui s'exerce sur les tiges de lin rouies afin d'éliminer tous les résidus et extraire les fibres. En première étape, les nappes passent dans un diviseur afin de réduire leurs épaisseurs. Ensuite, les tiges sont broyées par des cylindres cannelés.

Ceci permet de fragmenter le bois des tiges qui est alors tombé sous la teilleuse. Ces morceaux de bois sont appelés anas. L'opération de teillage permet donc d'obtenir plusieurs co-produits :

- les fibres longues (environ 22 % de l'ensemble de la masse de la plante) qui constituent le produit noble extrait des pailles avec les meilleures propriétés mécaniques.
- les fibres courtes ou étoupes (environ 12 % de l'ensemble de la masse de la plante) qui sont utilisées dans le bâtiment essentiellement en isolation thermique ou dans l'industrie papetière.
- les anas (environ 50% de l'ensemble de la masse de la plante) utilisés essentiellement comme litière pour chevaux, grâce à leur fort degré d'absorption.
- les graines (environ 10% de l'ensemble de la masse de la plante) qui servent à préparer de l'huile et des aliments ou utilisées comme semences.
- les poussières (environ 6% de l'ensemble de la masse de la plante) étalées au sol, elles permettent de limiter la levée des mauvaises herbes et d'améliorer la qualité et la structure du sol.

- Peignage

Pour avoir des fibres parallèles, prêtes à être tissées pour pouvoir servir comme renfort dans les matériaux composites, une opération de peignage des fibres est obligatoire. Cette étape permet d'éliminer tous les petits morceaux de paille restants et surtout de séparer, petit à petit, toutes les fibres entre elles afin de les paralléliser, grâce à des peignes de plus en plus fins. A la fin du peignage, on obtient des fibres sous forme de rubans doux et lustrés qui sont légèrement tordus pour les renforcer.

Un bon savoir-faire et une délicatesse sont fondamentaux dans chaque étape, afin de conserver des propriétés mécaniques intéressantes aux fibres extraites.

### **II.2.1.b. Structure des fibres de lin**

Les tiges végétales et celles du lin en particulier possèdent une microstructure particulière à l'origine de leurs bonnes propriétés mécaniques. Cette microstructure est extrêmement complexe en raison de son organisation hiérarchique aux différentes échelles de taille et des proportions de chaque constituant. A l'échelle mésoscopique, une tige est constituée d'une

succession de couches concentriques. La Figure II.6 présente les différentes couches constitutives d'une tige de lin. On distingue des faisceaux de fibres à l'intérieur du phloème. Leur nombre dans une section de la tige varie de 20 à 50 selon la variété et le stade de développement de la plante au moment de la récolte [74]. Ces faisceaux ont une longueur de plusieurs dizaines de centimètres et regroupent chacun jusqu'à une quarantaine de fibres collées entre elles par une interphase à base de pectines, appelée lamelle mitoyenne [75]. Les fibres de lin constituant les faisceaux se caractérisent par une variation de longueur et de diamètre importantes comparées aux autres fibres végétales. Baley a montré qu'elles sont plus épaisses près de la racine et plus minces près de la pointe [76]. En plus, la section de ces dernières est différente de celle des fibres synthétiques, qui est généralement cylindrique. Elle est soit polygonale avec 5 et 7 côtés, soit elliptique [77]. Une autre particularité est la présence d'irrégularités géométriques dans les fibres de lin, connues sous le nom de «genoux» ou «dislocations». Elles sont produites irréversiblement pendant la croissance de la plante ou pendant le processus d'extraction des fibres par teillage [76].

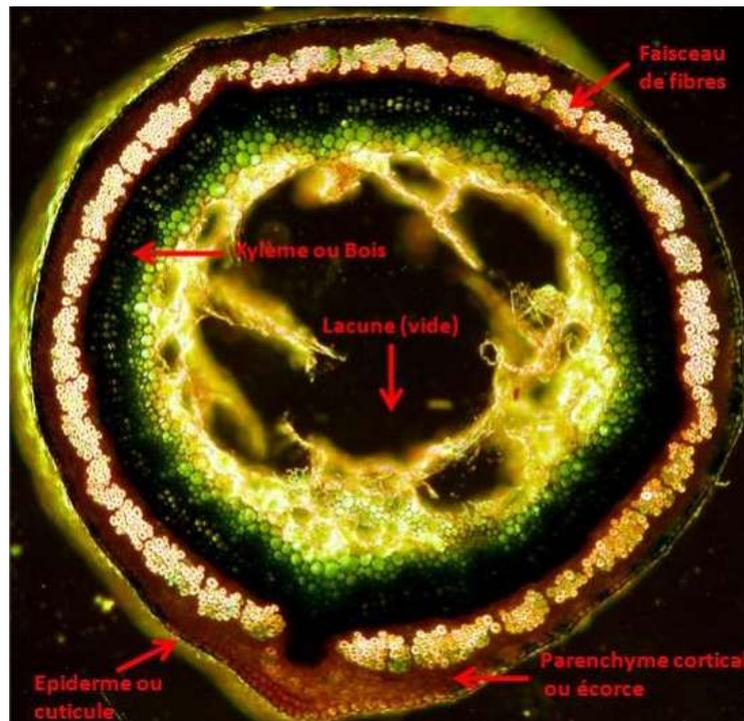


Figure II.6. Coupe transversale d'une tige de lin [78].

A l'échelle microscopique, une fibre de lin élémentaire peut être considérée comme un véritable composite constitué d'une succession des parois et des sous couches. La Figure II.7 illustre la structure d'une fibre de lin, montrant l'arrangement hélicoïdal des fibrilles de cellulose ainsi que les autres constituants chimiques des couches.

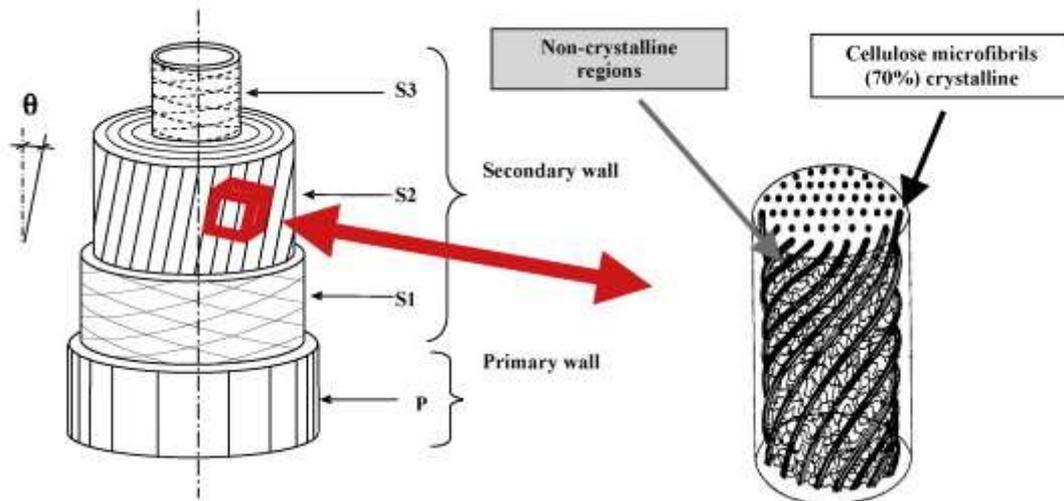


Figure II.7. Représentation schématique de la structure d'une fibre élémentaire de lin [79].

On distingue une paroi primaire très mince ( $0,2 \mu\text{m}$ ), qui est souvent confondue avec la lamelle mitoyenne. Elle est très poreuse et élastique, essentiellement constituée de pectines, avec une faible quantité de cire, de lignine et quelques micro-fibrilles de cellulose alignées dans la direction longitudinale. Ces constituants donnent à la fibre le caractère apolaire influençant ainsi ses propriétés de surface. La paroi secondaire est constituée de trois sous-couches S1, S2 et S3 selon leur ordre d'apparition durant la croissance de la fibre. Cette paroi est plus épaisse ( $8\mu\text{m}$ ) que la paroi primaire. Les couches S1 et S3 ont des faibles épaisseurs entre  $0,5 \mu\text{m}$  et  $1 \mu\text{m}$ . La couche S2 est plus importante : elle contrôle principalement les propriétés mécaniques longitudinales de la fibre grâce à un taux de cellulose élevé d'environ 70%. Elle est constituée de microfibrilles de cellulose orientées à  $10^\circ$  environ par rapport à l'axe de la fibre, imprégnées dans une matrice de polysaccharides amorphe contenant des hémicelluloses et des pectines. Plus l'angle microfibrillaire est faible, plus la rigidité, la résistance et l'allongement à la rupture de la fibre sont élevés [80][81]. Au centre de la fibre se trouve une zone spongieuse permettant la circulation de l'eau dans la plante et qui laisse une cavité appelée lumen. Sa taille constitue un indicateur de la qualité et du degré de maturité de la fibre. Plus le diamètre de lumen est petit, de l'ordre de quelques microns, plus les propriétés de la fibre sont bonnes.

### II.2.1.c. Composition chimique des fibres de lin

Les constituants majoritaires des fibres de lin sont la cellulose, les hémicelluloses, la lignine et les pectines. Leurs proportions dépendent de la variété de fibre, de la maturité, du rouissage

et des méthodes de leur détermination. Le Tableau II.2 présente un exemple de proportions chimiques d'une fibre de lin.

Cellulose (%)	Hémicelluloses (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Cire (%)	Eau (%)
64-74	11-17	~1,8	2-3	~1,5	8-10

Tableau II.2. Exemple de proportion des constituants chimiques d'une fibre de lin[67].

#### - Cellulose

La cellulose est un polysaccharide homopolymère linéaire  $(C_6H_{10}O_5)_n$  constitué de successions d'unités D-anhydroglucose reliées entre elles par des liaisons  $\beta$ -(1-4) glycosidiques comme le montre la Figure II.8.

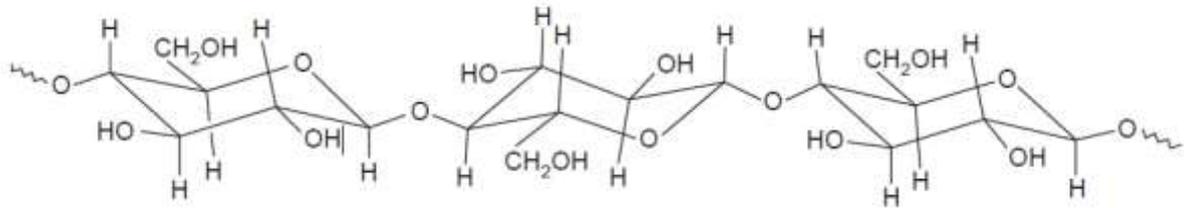


Figure II.8. Structure de la cellulose[82].

La chaîne macromoléculaire de cellulose comporte des liaisons secondaires de type hydrogène intra et intermoléculaires favorisant la formation de microfibrilles. En effet, lors de la biosynthèse de la cellulose, lorsque les complexes enzymatiques qui produisent la cellulose extrudent les chaînes, celles-ci cristallisent quasi-immédiatement sous la forme de microfibrilles. Ces microfibrilles ont un diamètre compris entre 3 et 4 nm et sont constituées de 30 à 100 chaînes de cellulose [83]. Leur agglomération forme des macrofibrilles contenant d'une part, des zones cristallines de fortes densité et résistance et, d'autre part, des zones amorphes réagissant avec les molécules d'eau. Le taux de cristallinité dans la cellulose est estimé généralement à 80%. Cette valeur dépend de la zone de récolte, de la méthode d'extraction des fibres et des traitements thermiques ou chimiques appliqués [84].

#### - Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polysaccharides, de faible masse molaire par rapport à la cellulose, se trouvant dans les parois végétales. Ce sont des polymères branchés avec différents types de sucres autres que le glucose (tels que la xylose, galactose, arabinose, mannose, etc.) pour donner les différentes variétés d'hémicelluloses comme par exemple les

xylanes, les glucomannanes et les xyloglucanes. Les hémicelluloses constituent des éléments de pontage entre les microfibrilles de cellulose et la matrice pectique. Elles sont hydrophiles et caractérisées par leurs faibles propriétés mécaniques, leur solubilité dans les milieux alcalins et leur faible résistance chimique d'où la facilité de leur hydrolyse.

- Lignine

La lignine est une macromolécule extrêmement hétérogène composée de polymères aliphatiques et aromatiques. Sa formation dépend de l'environnement physico-chimique de croissance des plantes. C'est une molécule à trois dimensions, composée d'unités de phénylethane. La lignine représente le deuxième biopolymère renouvelable le plus abondant sur la terre, après la cellulose. Ses principaux avantages sont d'apporter de la rigidité structurale aux parois cellulaires, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance aux attaques microbiennes. Elle possède des propriétés mécaniques médiocres par rapport à celles de la cellulose : environ 4 GPa de module d'Young versus 135 GPa pour la cellulose [85]. Elle est caractérisée par ses caractères amorphe et hydrophobe. Elle ne peut pas être hydrolysée par les acides, mais elle est soluble dans l'alcali chaud et facilement oxydée [86]. Le processus de lignification débute dans la lamelle mitoyenne avec la plus forte concentration, ensuite dans la paroi primaire et la couche S1 de la fibre végétale, puis imprègne les couches S2 et S3 de la paroi secondaire.

- Pectine

Les pectines sont des hétéro-polysaccharides amorphes, qui se trouvent dans les parois cellulaires primaires des fibres végétales, sauf le bois. La forme de la macromolécule de pectine ressemble à un zig-zag. Cet agencement procure une certaine flexibilité aux plantes. Les pectines sont les composés les plus hydrophiles dans les fibres végétales en raison de la présence de groupes d'acide carboxyliques ( $-C(O)OH$ ). Leur rôle est d'assurer la cohésion entre les différents constituants des parois végétales.

#### **II.2.1.d. Propriétés mécaniques des fibres de lin**

Parmi toutes les fibres naturelles utilisées aujourd'hui comme renfort de matériaux composites, les fibres de lin sont les fibres techniques naturelles les plus avancées [87][88]. Grâce à leur module d'Young élevé et leur bonne résistance par rapport à d'autres fibres naturelles [76], elles peuvent être utilisées sous forme de fibres courtes pour des applications de moulage par injection ou sous forme de fibres longues pour des applications structurales.

Le Tableau II.3 met en comparaison les modules d'Young, les contraintes et les allongements à la rupture en traction, issues de la littérature, des principales fibres végétales et de verre E.

<b>Fibres</b>	<b>E (GPa)</b>	<b><math>\sigma_r</math> (MPa)</b>	<b>A (%)</b>
<b>Lin</b>	27,6-110	345-2000	1,2-3,27
<b>Chanvre</b>	60-70	389-1100	1,6-1,8
<b>Sisal</b>	9-38	350-700	2-7
<b>Ortie</b>	25-105	370-2200	1,3-2,9
<b>Jute</b>	10-60	393-860	1,5-2
<b>Ramie</b>	27-128	400-1000	1,2-3,8
<b>Coton</b>	5,5-12,6	287-600	7-9
<b>Noix de coco</b>	4-6	131-220	15-40
<b>Bambou</b>	1,3	140-800	11-30
<b>Verre E</b>	70-74	2000-3500	2,5-3,5

Tableau II.3. Les propriétés mécaniques en traction des principales fibres végétales et de verre E [89].

Un essai de traction effectué dans la direction longitudinale d'une fibre unitaire du lin met en évidence un comportement non linéaire [76], différent de celui des fibres de verre (Figure II.9).

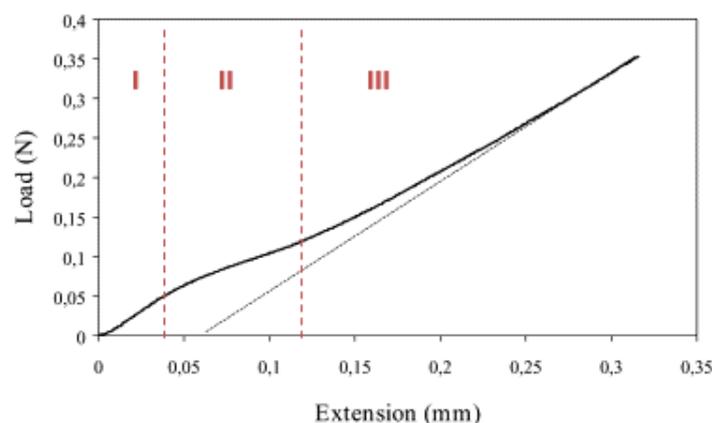
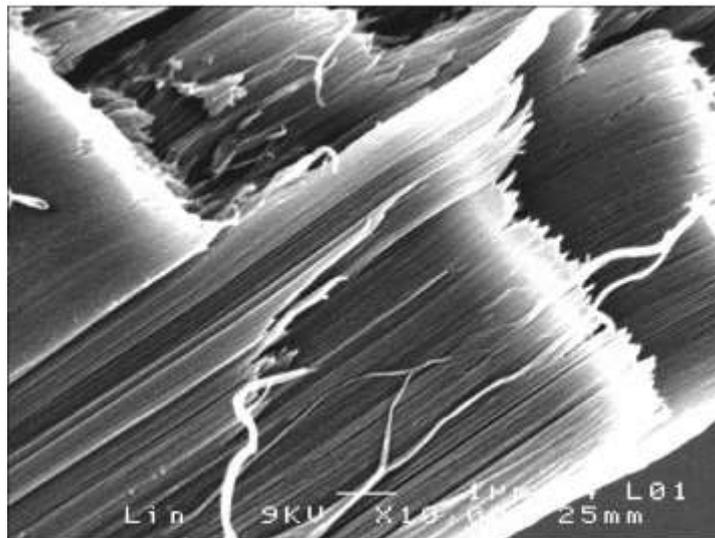


Figure II.9. Courbe force-déplacement typique d'une fibre de lin sous chargement axial [76].

La première partie de la courbe présente une linéarité, qui correspond à la mise en charge globale de la fibre. Ensuite, une non-linéarité apparaît accompagnée d'une chute du module. Ceci correspond à une déformation élasto-visco-plastique de la fibre unitaire de lin et, plus précisément, de la couche S2 de la paroi secondaire. Finalement, il y a une reprise de charge et de quasi-linéarité jusqu'à la rupture, avec élévation de la pente.

L'explication de ce comportement des fibres unitaires lors d'un essai de traction met en jeu la réorganisation des fibrilles de cellulose. Lors de l'extension de la fibre, il y a un allongement des fibrilles, y compris les zones amorphes, conduisant à une diminution de leur volume. Les zones amorphes sont ensuite cisailées pour se conformer à la nouvelle architecture fibrillaire : ceci se produit au-delà d'une contrainte de cisaillement seuil qui déclenche l'écoulement visqueux par rupture des liaisons hydrogène. Ce mécanisme de glissement de type velcro (ou stick-slip) aboutit à un réseau déformable permettant le transfert des charges entre la matrice polysaccharide et les fibrilles de cellulose et induit également une diminution de l'angle microfibrillaire [90]. Ce nouvel réarrangement avec la diminution de l'angle microfibrillaire est responsable de l'élévation du module d'Young dans la troisième partie de la courbe de traction. En effet, la diminution de l'angle microfibrillaire augmente la rigidité tout en diminuant la contrainte à la rupture. Ceci est constaté en observant une image d'un faciès de rupture de type fragile d'une fibre de lin (Figure II.10), qui montre une orientation des fibrilles de cellulose presque parallèle à l'axe de la fibre [12].



*Figure II.10. Faciès de rupture d'une fibre de lin après un essai de traction : la paroi secondaire illustre une orientation microfibrillaire parallèle à la direction de chargement [76].*

Ce type de comportement de traction n'est pas spécifique aux fibres de lin, mais aux fibres végétales en général. La Figure II.11 illustre le scénario de réarrangement des fibrilles proposé par Placet et al. [91] dans le cas d'un essai de traction d'une fibre de chanvre.

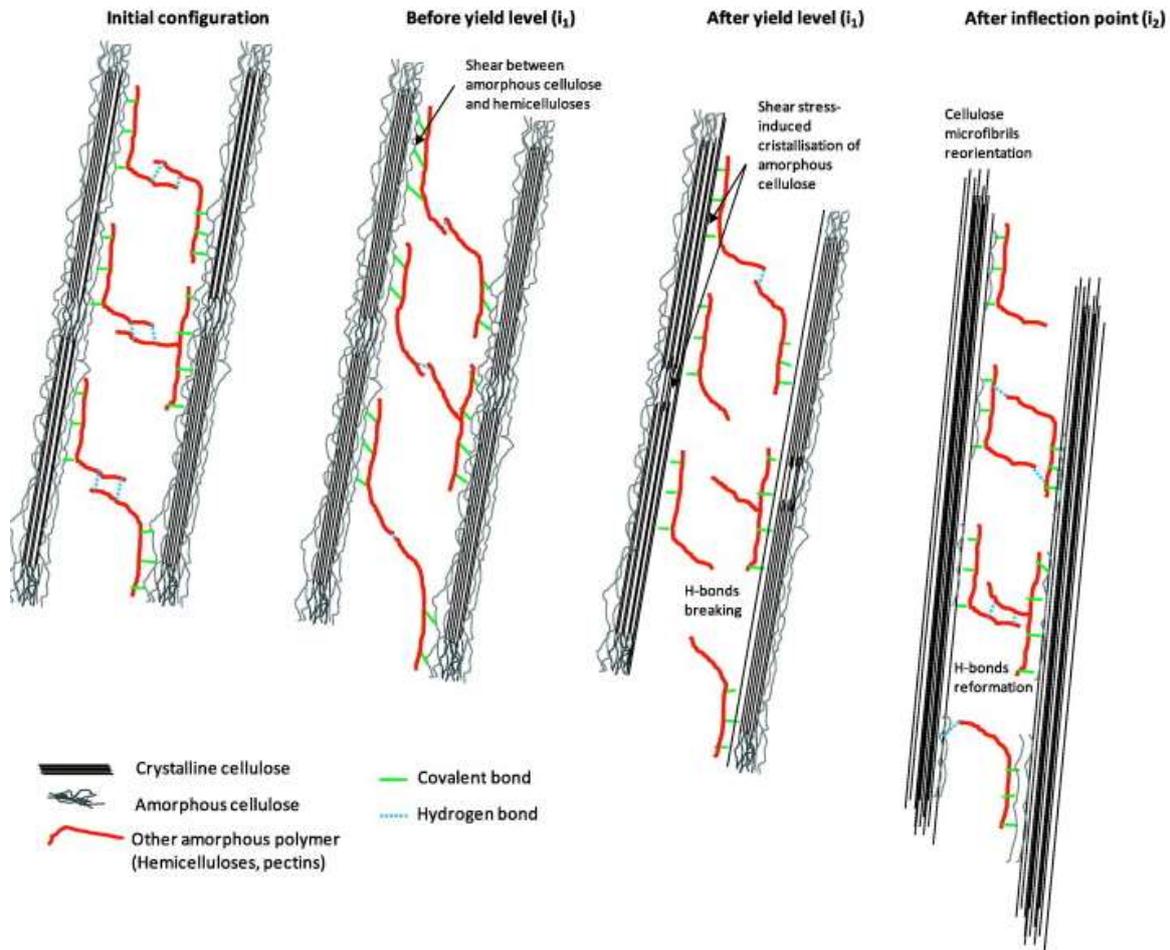


Figure II.11. Illustration du mécanisme de réarrangement des fibrilles lors d'un essai de traction de fibre de chanvre [91].

Néanmoins, les fibres végétales en général et le lin en particulier présentent une forte dispersion des caractéristiques d'une fibre à l'autre. Cela est dû à la forte dépendance de ces fibres à plusieurs facteurs, tels que la variété, l'année et le milieu de culture, la méthode de l'extraction, la composition biochimique, la morphologie, l'humidité et également l'emplacement dans la tige. Charlet et al. ont étudié l'influence de la position des fibres de lin de la variété Agatha dans la tige sur leur morphologie, leur composition chimique et leurs propriétés mécaniques [92]. Ils ont observé que les valeurs moyennes les plus élevées pour le module d'Young et la contrainte à la rupture correspondent aux fibres issues du milieu de la

tige, où les caractéristiques morphologiques et la composition biochimique sont différentes par rapport aux parties basse et haute de la tige. En effet :

- dans la partie haute de la tige, la quantité de microfibrilles de cellulose dans les fibres est de 700mg. Cette quantité est plus faible que celle des fibres dans les parties moyenne et basse de la tige (800 mg) et conduit à la diminution de la rigidité des fibres.
- la porosité au niveau de la partie haute (2,7%) et la partie basse (2,5%) de la tige est plus élevée que celle trouvée au milieu (2,2%), d'où la faiblesse des propriétés mécaniques au niveau des deux extrémités de la tige par rapport à son milieu.

### **II.2.2. Résine SR GreenPoxy56 : matrice partiellement biosourcée**

La résine SR GreenPoxy 56 est mélangée avec le durcisseur SD8822 pour la fabrication des composites dans cette étude. La combinaison de ces deux constituants assure une bonne fluidité du mélange (viscosité dynamique à 20°C est de 507 mPa.s) comparé aux autres durcisseurs testés. Avant fabrication des matériaux composites, deux plaques en résine durcie ont été fabriquées par moulage, afin d'obtenir les propriétés en traction de la résine.

#### **II.2.2.a. Comportement en traction de la résine**

- Protocole expérimental

Les essais de traction ont été réalisés selon la norme NF EN ISO 527-2<sup>2</sup>, sur une machine de type INSTRON modèle 5867 équipée d'un capteur d'effort de capacité 30kN et d'un extensomètre longitudinal et d'un transversal. Les éprouvettes sont découpées sous forme parallélépipédique de dimensions 250\*25\*2 mm. Les essais ont été menés à une vitesse de 1mm/min. Le dispositif expérimental utilisé pour les essais de traction est présenté en Figure II.12.

---

<sup>2</sup> NF EN ISO 527-2 : Plastiques – Détermination des propriétés en traction- Partie 2 : conditions d'essai des plastiques pour moulage et extrusion



Figure II.12. Dispositif expérimental pour les essais de traction sur les éprouvettes de résine.

- Résultats

Les courbes contrainte-déformation obtenues sont présentées en Figure II.13. L'analyse de ces courbes révèle un comportement élastique de la résine SRGreenPoxy56, avec un module d'élasticité moyen de 3454 MPa, suivi d'une rupture brutale pour des faibles taux de déformation de 1,16%. Ce comportement traduit la structure tridimensionnelle fortement réticulée de la résine qui empêche toute déformation. Une superposition des courbes des différentes éprouvettes dans les zones élastiques linéaires est remarquée. En revanche, les contraintes et les déformations à rupture, notées respectivement  $\sigma_r$  et  $\varepsilon_r$ , présentent une certaine dispersion.

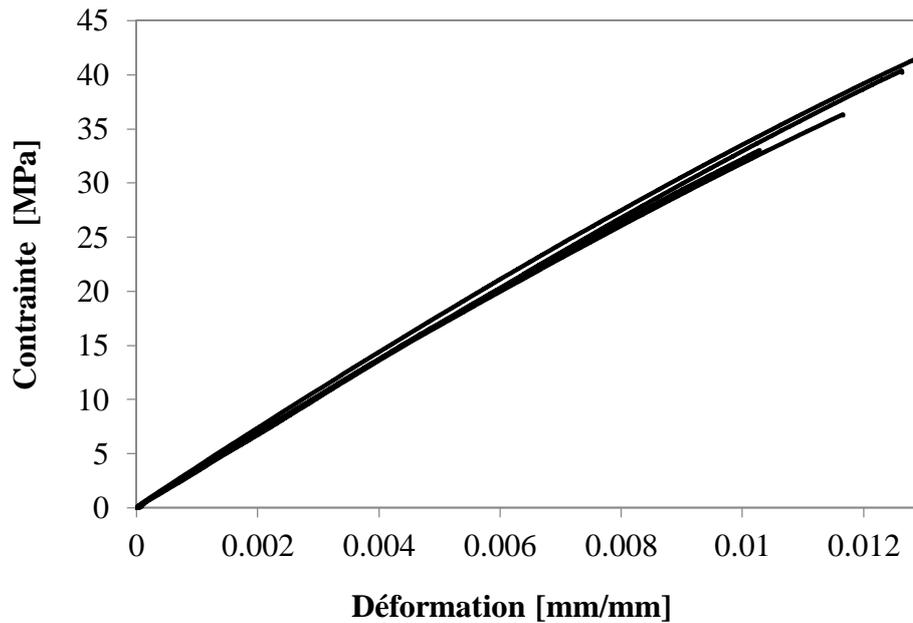


Figure II.13. Comportement en traction de la résine SRGreenPoxy56.

Pour chaque éprouvette, le module d'élasticité a été déterminé comme la pente de la courbe contrainte-déformation entre 0,002% et 0,05% de déformation, tandis que le coefficient de Poisson a été mesuré comme la pente de la courbe déformation transversale-déformation longitudinale entre 0,01% et 0,05% de déformation longitudinale. En tenant compte de ces deux modules déterminés et de la nature isotrope de la résine, le module de cisaillement  $G$  a été déduit par :

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad \text{II.1}$$

Les moyennes et les écarts-types des différents résultats sont résumés dans le Tableau II.4.

$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	$E$ (MPa)	$\nu$ (-)	$G$ (MPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)
1167±20	3454±100	0,4±0,03	1234±54	38±4	1,16±0,12

Tableau II.4. Propriétés élastiques et à la rupture de la résine.

### II.2.3. Anas de lin : âme végétale

#### II.2.3.a. Origine et utilisation

Les anas de lin proviennent de la partie centrale de la tige de lin. Au moment du teillage, les fibres sont extraites des tiges de lin. Pendant le battage, qui constitue la deuxième étape du teillage, la tige centrale est brisée en petits fragments, appelés anas (Figure II.14). Ce matériau purement végétal est peu valorisé. Il est utilisé depuis des siècles comme litière naturelle pour les animaux grâce à sa capacité à absorber l'eau et à la retenir durablement. Les anas de lin possèdent également un grand pouvoir calorifique comparable à celui des autres agro-combustibles tel que le bois : 4,4kWh/kg. Ainsi, chaque tonne d'anas économise 0,38 tonne équivalent pétrole (TEP) et évite le rejet de 1,14 tonne de CO<sub>2</sub>.



Figure II.14. Anas de lin en vrac.

#### II.2.3.b. Composition chimique des anas de lin

La composition chimique des anas de lin présente, d'une part, une différence significative par rapport aux fibres de lin, d'autre part, une similitude relative par rapport au bois (Tableau II.5). Les pourcentages de lignine et d'hémicelluloses dans les fibres de lin sont très faibles par rapport aux anas de lin et le bois, tandis que la teneur en cellulose est nettement plus élevée dans les fibres.

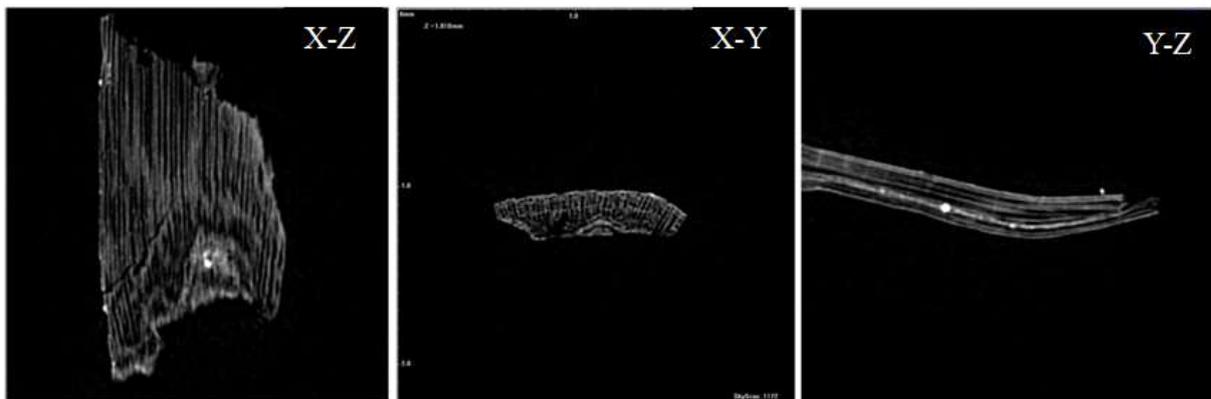
	Composition chimique (%)			Références
	Cellulose	Hémicelluloses	Lignine	
Fibres de Lin	69 ± 7	14 ± 4,2	1,8 ± 0,03	[67]
Anas de Lin	43 ± 1,3	19,5 ± 0,7	32,3 ± 1,7	[93]
Bois tendre	47 ± 6	21 ± 7	29 ± 5	[94]

Tableau II.5. Constituants des fibres de lin, des anas de lin et du bois tendre.

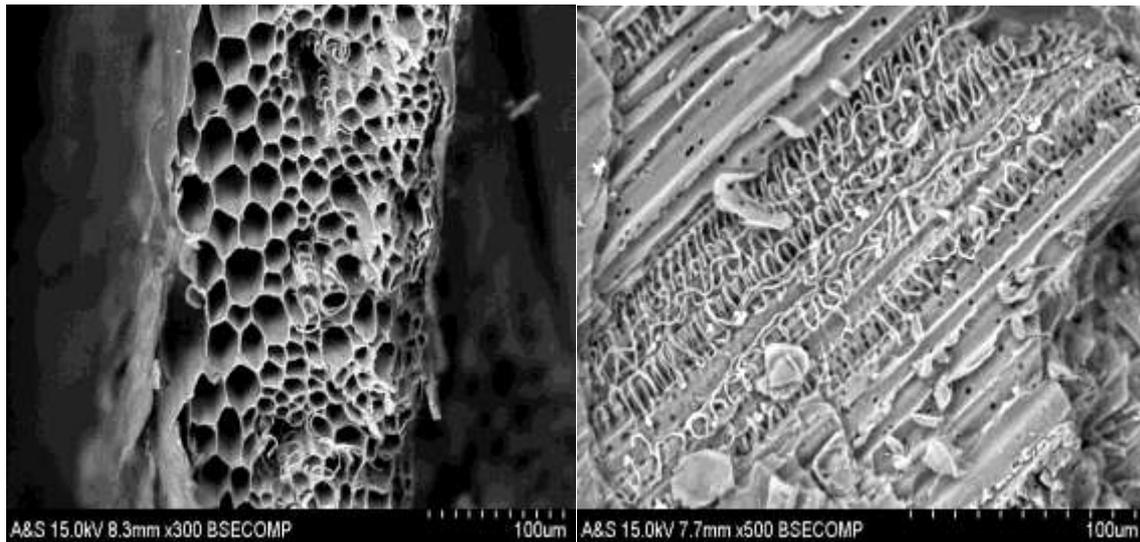
### II.2.3.c. Structure des anas de lin

Les anas de lin possèdent une forme grossièrement parallélépipédique. Des observations microscopiques faites sur des anas de lin en vrac montrent qu'ils ont une longueur moyenne de l'ordre de  $8,32 \pm 5,74$  mm, une largeur moyenne de l'ordre de  $1,07 \pm 0,36$  mm et une épaisseur moyenne de l'ordre de  $0,29 \pm 0,08$  mm.

Les analyses microstructurales par microscopie électronique à balayage et par microtomographie à rayons X ont montré un aspect alvéolé des anas de lin, composé par une série de vaisseaux continus (Figure II.15.a), disposés plus ou moins en files radiales, mais d'une manière irrégulière (Figure II.15.b) : les capillaires les plus proches du centre de la tige ont une forme annelée. Ensuite, on trouve successivement les spiralés, les réticulés, les striés et les ponctués (Figure II.15.c). Tout cet ensemble permet la circulation de la sève tout le long de la tige. Les trous présents sur les parois des vaisseaux ponctués ont pour effet de ralentir considérablement la descente de la sève, de favoriser son passage d'un tube à l'autre et de permettre une distribution homogène dans l'ensemble de la plante [95].



(a)



(b)

(c)

*Figure II.15.(a) Observation par micro-tomographie à rayons X des vaisseaux continus. (b) Disposition irrégulière en file radiale des vaisseaux. (c) Observation des stries, des spirales et des trous.*

Cette microstructure fortement poreuse des anas de lin explique leur légèreté. La masse volumique réelle des anas de lin a été déterminée par pycnométrie liquide. Elle vaut environ  $0,149 \text{ g/cm}^3$ . Le liquide d'immersion utilisé est le glycérol qui est suffisamment visqueux ( $\rho = 1,26 \text{ g/cm}^3$ ,  $\mu = 1,49 \text{ Pa}\cdot\text{s}$  à  $20^\circ\text{C}$ ) pour éviter son absorption par les anas de lin lors de la mesure. La masse volumique apparente est d'environ  $0,1 \text{ g/cm}^3$ . Ces masses volumiques mesurées sont en bon accord avec les résultats trouvés dans la littérature [93].

Une telle microstructure est d'un intérêt considérable pour l'utilisation des anas de lin en tant que constituant principal dans des matériaux composites pour des applications exigeantes en performances thermiques, acoustiques et vibratoires. A l'issue de toutes ces qualités, les anas de lin peuvent être considérés pour le remplacement des copeaux de bois dans la fabrication des panneaux de particules dans des applications pour le bâtiment, le transport, etc.

#### **II.2.3.d. Comportement hygroscopique des anas de lin**

La microstructure alvéolaire et la composition chimique sont les deux facteurs principaux qui influent sur le comportement hygroscopique des anas de lin. Ce sont la cellulose (la phase amorphe), les hémicelluloses et la lignine qui contiennent les groupes polaires responsables de l'absorption de l'eau [96]. La structure poreuse rend les anas de lin très sensibles aux conditions environnantes de température et humidité. En atmosphère humide, les anas de lin

absorbent de l'eau jusqu'à la saturation de leurs parois cellulaires. Ceci a pour but d'établir un équilibre avec le milieu environnant, appelé équilibre hygroscopique. La quantité d'eau absorbée dans les cavités cellulaires constitue le taux d'humidité présent dans les anas de lin. Pour prendre en considération l'effet de l'humidité sur la densité, sur les dimensions et sur les propriétés des anas de lin, des mesures de taux d'humidité ont été effectuées sur des particules en vrac afin de s'assurer de pouvoir les utiliser dans leur état brut, sans recours au séchage, avant fabrication des panneaux agglomérés.

Les essais ont été réalisés sur une balance d'humidité PCE MB-210C, équipée d'un chauffage par radiation infrarouge, avec une sensibilité de mesure de  $10^{-3}$  g et une capacité de masse maximale de 210 g. La mesure de masse commence avec le chauffage jusqu'à un palier de  $90^{\circ}\text{C}$  ( $m_i$ ) et se termine lorsqu'il n'y a plus de perte de poids, ( $m_f$ ). Le taux d'humidité des anas de lin en vrac est mesuré par rapport à la masse initiale humide selon l'équation II.2. Il vaut  $10,4 \pm 2,8$  % [base humide].

Selon [97], le bois présente une résistance à la traction assez élevée pour un taux d'humidité entre 6% et 12%. Considérant les similitudes de composition chimique entre bois et anas de lin et vu le taux d'humidité mesuré, les anas de lin sont utilisés à l'état brut dans cette étude.

$$w [\%] = \left( \frac{m_i - m_f}{m_i} \right) * 100 \quad \text{II.2}$$

### II.2.3.e. Compressibilité des anas de lin

L'exploitation industrielle des anas de lin pour des applications semi-structurelles est récente. Dans la littérature, il ya très peu de données sur ces particules et les produits élaborés avec. Dans cette partie, le comportement mécanique des anas de lin seuls est étudié notamment pour comparer avec celui des panneaux agglomérés issus de ces particules. Une âme fonctionnelle dans une structure sandwich doit répondre à certains critères tels que rigidité, légèreté, mais aussi dissipation de l'énergie afin de préserver la stabilité des structures par rapport aux vibrations. Dans ce contexte, une campagne d'essais de compression a été réalisée sur des anas de lin en vrac. Les anas de lin sont étudiés dans leur état brut, sans aucun traitement chimique ou thermique.

- Protocole expérimental

Les essais de compression ont été réalisés selon la norme ASTM C365/C365M-11a<sup>3</sup>, sur une machine INSTRON modèle 5867 équipée d'un capteur d'effort de capacité 30 kN. L'effort de compression est appliqué sur des blocs de 50\*50\*10 mm<sup>3</sup> contenant uniquement des particules d'anas de lin, par le biais de deux plateaux en acier. Pour éviter la dispersion des anas de lin au cours de l'essai, un cadre en mousse flexible de faible densité a été utilisé pour les intercaler. Les essais ont été menés à une vitesse de 0,25mm/min. Le dispositif expérimental de compression est présenté en Figure II.16.



*Figure II.16. Dispositif expérimental de compression des anas de lin en vrac.*

#### - Résultats et discussion

Les courbes contrainte-déformation de compression des anas de lin en vrac non-broyés sont présentées en Figure II.17. La superposition des courbes est presque parfaite, indiquant une bonne reproductibilité de l'essai. L'analyse des courbes montre la grande compressibilité des anas : une contrainte de l'ordre de 0,1MPa entraîne une déformation de l'ordre de 50% du volume initial occupé par les anas de lin. On constate également une rigidification progressive du bloc d'anas. Le module de compression passe de  $0,25 \pm 0,02$  MPa dans la première partie linéaire à  $27,5 \pm 0,92$  dans la deuxième partie.

La masse volumique du bloc d'anas passe de  $0,1 \text{ g/cm}^3$  à  $0,5 \text{ g/cm}^3$  pour une contrainte de 3 MPa. Ceci confirme l'écrasement des granulats.

<sup>3</sup>ASTM C365/C365M-11a : Standard Test Method for Flatwise Compressive Properties of Sandwich Cores

Almusawi [98] a montré qu'une contrainte de 5 MPa permet d'augmenter la masse volumique d'un bloc de particules brutes de chènevottes de  $0,1 \text{ g/cm}^3$  à  $0,4 \text{ g/cm}^3$ . Les anas de lin sont donc plus compressibles que la chènevotte, un avantage dans des panneaux agglomérés pour des raisons d'amortissement.

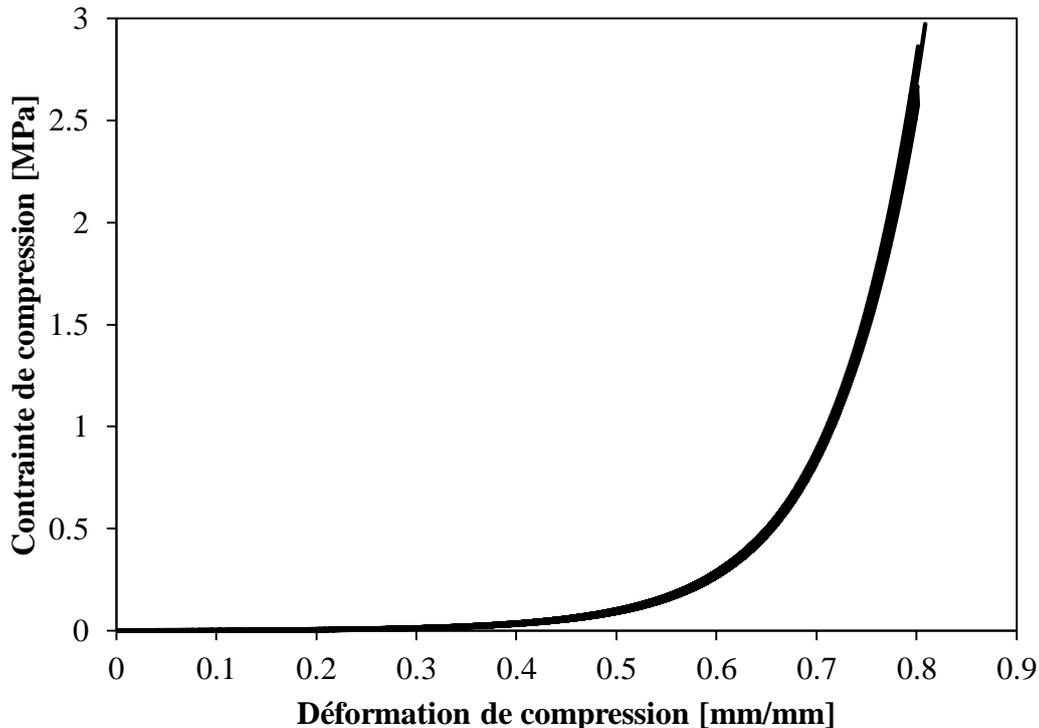


Figure II.17. Courbes contrainte-déformation de compression des particules d'anas de lin en vrac non-broyés.

### II.3. Interface entre anas de lin/SR GreenPoxy 56

Plusieurs adhésifs sont utilisés dans l'industrie des panneaux agglomérés tels que les résines phénoliques pour des applications structurales, les urées-formaldéhydes pour des applications intérieures, les mélamines-formaldéhydes et le diisocyanate de toluène grâce à leur pouvoir réticulaire. Néanmoins, ces adhésifs sont toxiques. En juin 2004, le Centre International de Recherche sur le Cancer (CIRC) a classé le formaldéhyde dans la liste des substances cancérogènes [99]. Les normes sont de plus en plus restrictives concernant le taux de formaldéhyde émis dans les produits collés [100]. Dans ce contexte, il est choisi ici d'élargir les applications avec la résine SR GreenPoxy 56 et de l'utiliser comme liant dans la fabrication des panneaux agglomérés à base d'anas de lin. Pour valider ce choix, des études micromécanique (essai de pull-out) et thermodynamique (mouillabilité) ont été réalisées et

sont présentées dans ce paragraphe, afin de prédire la santé de l'interface entre les anas de lin et la résine SR GreenPoxy 56 présente dans les panneaux d'âme fabriqués.

### II.3.1. Analyse micromécanique : essai de Pull-out

Pour quantifier le taux d'adhésion entre une fibre et une matrice, des techniques purement mécaniques ont été développées, parmi lesquelles la fragmentation, la micro-indentation et le pull-out (ou la microgoutte) [101][102]. Chaque configuration de test implique une répartition différente des contraintes. La pertinence d'un essai pour caractériser l'interface dépend de la similitude de la répartition des contraintes dans l'essai par rapport à celle du composite réel. Le test de fragmentation peut être utilisé pour les composites à matrice ductile. En revanche, pour les composites à matrice fragile comme la SR GreenPoxy 56 (son taux d'allongement à la rupture est relativement faible), l'essai de pull-out (ou de microgoutte) semble plus proche de la réalité [103]. Il consiste à extraire une fibre d'un bloc ou d'une gouttelette de résine. La contrainte de traction appliquée sur la fibre  $y$  est transmise directement à l'interface. De ce fait, on ne parle plus de charge de traction mais plutôt de contrainte de cisaillement, qui est considérée comme uniforme sur toute la longueur de la fibre enfoncée dans la résine. Lorsque la contrainte de cisaillement atteint sa valeur maximale, alors le déchaussement se produit et il n'y aura plus de cohésion entre la fibre et la matrice, seulement les efforts de frottement entre les deux composants. La Figure II.18 illustre le comportement de l'interface décrit ci-dessus lors d'un essai de déchaussement de deux variétés de fibres de lin d'une microgoutte d'époxy.

Cet essai permet la mesure de la résistance interfaciale en cisaillement  $\tau_{app}$  par :

$$\tau_{app} = \frac{F_{max}}{\pi \cdot d_f \cdot l_e} \quad \text{II.3}$$

où  $d_f$  est le diamètre de fibre et  $l_e$ , la longueur de la fibre enchâssée dans la résine.

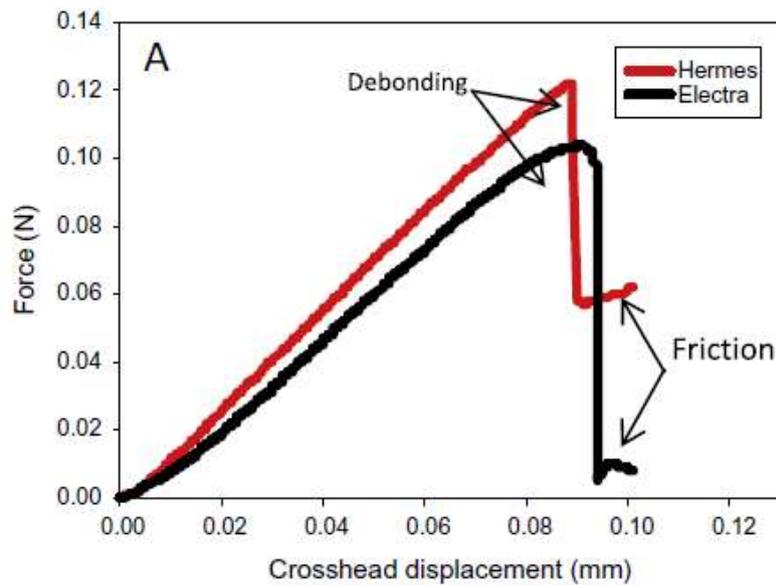


Figure II.18. Evolution de la charge en fonction du déplacement lors d'un essai de déchaussement d'une microgoutte d'époxy de fibres de lin Hermes et Electra [104].

Néanmoins, l'essai de pull-out (ou microgoutte) est très délicat. Il nécessite une bonne maîtrise de la préparation de l'échantillon afin d'éviter la formation de ménisque et les problèmes de contraintes résiduelles qui en résultent [105]. La vitesse de l'essai doit être étudiée afin de bien discerner la zone d'amorçage de la fissure [106]. La fibre doit également être à moitié enfoncée par rapport à sa longueur critique afin d'éviter sa rupture en début de test [107]. L'application de ce type d'essai aux anas de lin est délicate à cause de la fragilité de ces particules. Plusieurs tentatives se sont finies par la rupture des anas de lin avant leur arrachement de la résine, d'où le passage à l'analyse thermodynamique à cause de l'absence des résultats concluants. La Figure II.19 présente deux exemples d'échantillons préparés de manières différentes pour l'essai de pull-out.

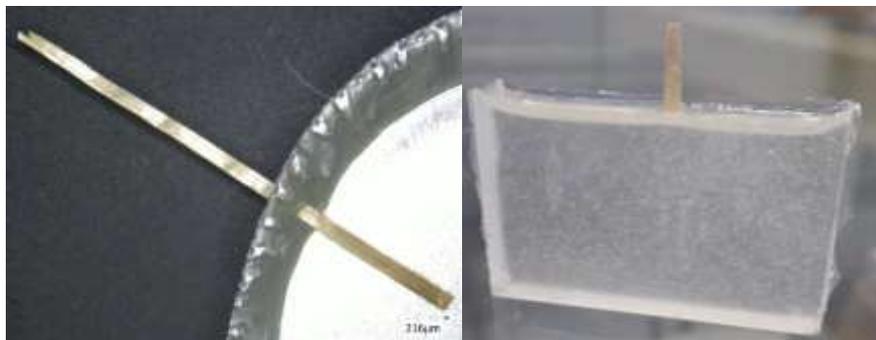


Figure II.19. Deux exemples d'échantillons différents pour l'essai de pull-out.

### II.3.2. Analyse thermodynamique : mouillabilité

La mouillabilité est couramment utilisée dans la littérature pour déterminer les propriétés d'adhésion entre un liquide et un solide ou entre deux liquides immiscibles.

La compréhension des phénomènes de mouillabilité et d'adhésion exige d'abord la connaissance de quelques concepts fondamentaux:

- la tension de surface ( $\gamma$ ) ou énergie de surface ( $E_s$ ), force qui existe au niveau de toute interface entre deux milieux différents. Cette tension a pour origine des forces d'attraction formées entre deux molécules voisines. Elle s'exprime en N/m ou en J/m<sup>2</sup>. En effet, chaque système tend à minimiser l'aire de cette interface en modifiant sa géométrie afin de trouver son équilibre, qui correspond à la configuration de plus basse énergie. L'énergie qui permet de maintenir l'équilibre du système est la tension de surface.
- la capillarité, interaction produite aux interfaces entre deux liquides non miscibles, un liquide et un gaz (air par exemple) ou un liquide et un solide. Elle résulte de la tension de surface créée au niveau de l'interface.
- l'adhésion, liaison interfaciale, résulte des forces physique et chimique produites entre le liquide (adhésif) et la surface du solide. Cette liaison crée une résistance mécanique à la séparation de ces phases, dite adhérence.
- le mouillage, étude de l'étalement d'un liquide déposé sur un substrat solide (ou liquide) [108]. Ce phénomène résulte des tensions de surface.
- la mouillabilité, qui caractérise la tendance d'un fluide à s'étaler sur une surface solide. La mouillabilité est régie par l'équation d'Young (équation II.4) qui permet de déterminer l'angle de contact  $\theta_e$  lorsque l'équilibre entre les 3 tensions superficielles à l'interface entre solide/liquide/gaz s'établit (Figure II. 20) [109] :

$$\cos \theta_e = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad \text{II.4}$$

où  $\gamma_{SV}$  est la tension de surface solide/vapeur,

$\gamma_{SL}$  est la tension de surface solide/liquide et

$\gamma_{LV}$  est la tension de surface liquide/vapeur.

L'équation d'Young n'est valable que lorsque la goutte posée est très petite, sinon l'impact de la gravité sur l'étalement de la goutte doit être considéré.

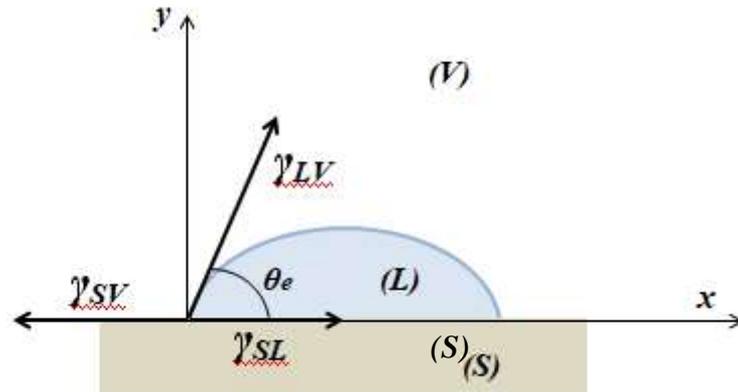


Figure II. 20. Goutte d'un liquide en équilibre sur un substrat solide.

La valeur de l'angle de contact étant déterminée, la mouillabilité est jugée totale, partielle ou nulle :

- si l'angle  $\theta_e$  est nul, alors le liquide s'étale totalement sur la surface de solide et le mouillage est considéré total.
- si l'angle  $\theta_e$  est compris entre  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , le liquide reste rassemblé en goutte et le mouillage est considéré partiel.
- si l'angle  $\theta_e$  est supérieur à  $90^\circ$ , le liquide est plutôt non-mouillant et le mouillage est considéré nul.

### II.3.2.a. Dispositif expérimental : tensiomètre

Les moyens expérimentaux valables pour l'étude de la mouillabilité et l'imprégnation d'un solide par un liquide sont basés essentiellement sur deux approches différentes : l'étude en visuel et la pesée. Dans ce travail, on va plutôt appliquer la méthode de la pesée à l'aide d'un tensiomètre. Cette méthode est très pratique dans l'étude de la mouillabilité des fibres dans les conditions statique et dynamique [110][111].

Le tensiomètre K100SF (Figure II.21) est constitué d'une microbalance sur laquelle l'échantillon est fixé grâce à un crochet, d'un réservoir de liquide placé sur un support mobile à vitesse réglable et d'un dispositif de régulation de la température du liquide. La microbalance a une précision de  $10^{-7}$ g et une limite de pesée de 6 grammes en incluant la masse du porte-échantillon (crochet). Différents solides peuvent être montés sur la microbalance notamment les fibres ou bien des accessoires fournis avec le tensiomètre, tels que la lame en platine et l'anneau. La température du réservoir de liquide est réglable. Elle peut varier entre la température ambiante et  $70^\circ\text{C}$ . Son contrôle est assuré par un

thermocouple. La calibration, la définition des paramètres de l'essai et l'acquisition des résultats sont pilotées par le logiciel Kruss Laboratory Desktop installé sur un ordinateur. Du fait de sa forte sensibilité de mesure, le tensiomètre est protégé par un couvercle d'isolation en plexiglass afin de réduire les effets des bruits environnants.



Figure II.21. Dispositif expérimental : tensiomètre K100SF.

### II.3.2.b. Choix des liquides de caractérisation

L'étude expérimentale de la mouillabilité des anas de lin par la résine SR GreenPoxy 56 nécessite l'utilisation de liquides modèles dits de caractérisation, dont les tensions de surface sont connues. L'emploi de ces liquides est obligatoire dans notre étude à cause d'un manque des données sur les tensions de surface et les composantes polaires et dispersives des anas de lin et de la résine. Après étude des fiches de sécurité, les liquides de caractérisation suivants ont été sélectionnés :

- l'eau, liquide le plus utilisé comme référence. L'eau possède une tension de surface très élevée, considérée la plus élevée après celle du mercure.
- le n-hexadécane, hydrocarbure de la famille des alcanes. Il est totalement dispersif. Ce liquide dit « mouillant » se caractérise aussi par sa faible densité.
- l'éthylène glycol de la famille des glycols. Il est visqueux et sans odeur à température ambiante. Il possède des composantes polaire et dispersive intermédiaires.
- l'alcool benzylique, un liquide incolore et à faible odeur aromatique. Il possède des composante polaire et dispersive non-nulles.

Le Tableau II.6 présente la densité  $\rho$ , la viscosité  $\eta$ , la tension de surface  $\gamma_L$  et les composantes polaire  $\gamma_L^p$  et dispersive  $\gamma_L^d$  des liquides utilisés.

	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\eta$ (Pa.s)	$\gamma_L$ (mN/m)	$\gamma_L^p$ (mN/m)	$\gamma_L^d$ (mN/m)
Eau	1,0	0,998	72,8	51	21,8
n-Héxadécane	0,77	0,00334	27,6	0	27,6
Ethylène glycol	1,113	21,81	48	19	29
Alcool benzylique	1,045	0,006	39	8,7	30,3

Tableau II.6. Les caractéristiques des liquides modèles à 20°C [112].

## II.4. Etude en statique de la mouillabilité des anas de lin

### II.4.1. Mesure de la tension de surface de la résine non-réticulée

Il existe un grand nombre de méthodes expérimentales proposées dans la littérature pour déterminer la tension de surface des liquides : méthode de l'ascension capillaire [113], méthode de pression maximale dans une bulle [114], méthode de la goutte sessile [115], méthode de la goutte pendante [116], méthode de la lame de Wilhelmy [117], etc.

Dans cette étude, la méthode de Wilhelmy est utilisée. Son principe s'appuie sur la mesure du poids du ménisque d'un liquide formé avec la surface d'une lame en platine au moment de son arrachement du réservoir (Figure II.22).

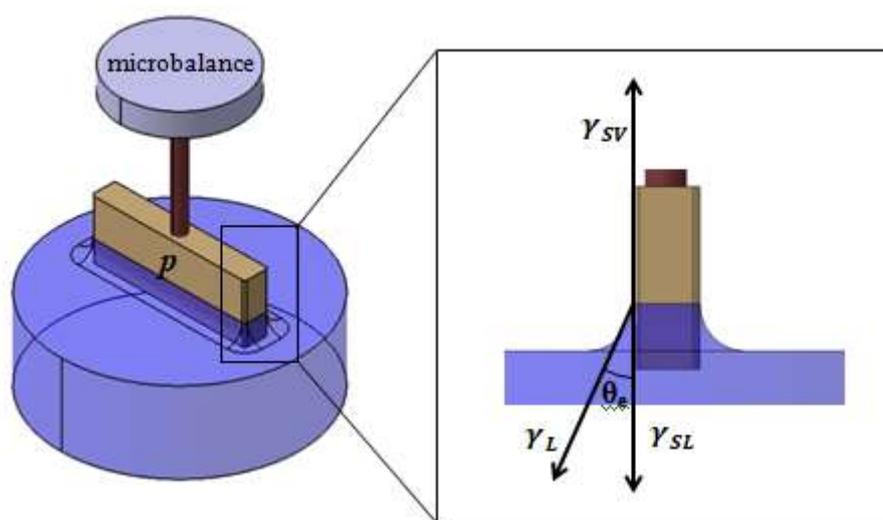


Figure II.22. Principe de la méthode de la lame de Wilhelmy.

Au moment de la mise en contact de la lame avec le liquide, le poids de liquide est nul. La progression de l'immersion de la lame dans le liquide entraîne une augmentation du poids de liquide jusqu'à atteindre l'état d'équilibre. Cet état est obtenu lorsque la force capillaire et le poids du liquide sont égaux. Cet équilibre s'exprime par la loi de Wilhelmy :

$$F_c = m \cdot a = p \cdot \gamma_L \cdot \cos\theta_e \quad \text{II.5}$$

où  $F_c$  est la force capillaire,  $m$ , la masse du ménisque formé par le liquide avec la surface de la lame,  $a$ , l'accélération due à la pesanteur et  $p$ , le périmètre de la lame.

#### - Protocole expérimental

Les essais pour la détermination de la tension de surface  $\gamma_L$  de la résine SR GreenPoxly 56 ont été effectués sur le tensiomètre K100SF en utilisant une lame en platine, dont le périmètre est connu. La lame en platine présente de très faibles angles de contact à l'équilibre quel que soit le liquide utilisé. Le cosinus de cet angle sera alors très proche de 1. L'expression de la tension de surface selon la loi de Wilhelmy sera égale à :

$$\gamma_L = \frac{m \cdot a}{p} \quad \text{II.6}$$

Cependant, la surface de la lame doit être rigoureusement propre et plate afin d'obtenir des mesures de tension de surface correctes. Pour cela, un protocole de nettoyage de la lame, donné par le fournisseur, a été appliqué avant et après toute mesure : rinçage à l'eau, plongée de la lame pendant quelques secondes dans l'acétone, rinçage de nouveau à l'eau distillée, chauffage rapide de la lame au-dessus d'une flamme de méthane. Une vérification de l'état de la lame a été aussi menée. Celle-ci consiste à mesurer la tension de surface de l'eau à une température déterminée. Dans la littérature, la tension de surface de l'eau à 20°C est égale à  $\gamma_{LV}=72,8$  mN/m. Cette vérification permet de savoir s'il y aura un facteur correctif  $i$  à considérer sur les mesures :

$$i = \frac{\gamma_{LV}}{\gamma_{LV \text{ mesurée}}} \quad \text{II.7}$$

Les mesures ont été réalisées à 0,01 mm/s, avec une sensibilité de détection de 0,001g, une profondeur d'immersion de la lame de 3 mm et une température égale à 20°C.

## - Résultats et discussion

La valeur moyenne de la tension de surface de l'eau mesurée est égale à  $72,43 \pm 0,022$  mN/m. Elle est légèrement inférieure à celle donnée dans la littérature. Ainsi, le facteur correctif  $i$  par lequel toutes les mesures doivent être multipliées, est égal à 1,005.

La valeur mesurée de la tension de surface corrigée de la résine SR GreenPoxy 56 est répertoriée dans le Tableau II.7 accompagnée des valeurs de la littérature pour d'autres résines thermodurcissables [89].

Matrice	$\gamma_{LV}$ (mN/m)
GreenPoxy 56	$49,1 \pm 0,1$
GreenPoxy 55	45,7
Bioresin	51,5
Epoxy SR8100	39,2
Polyester S2010V	34,8

Tableau II.7. Tension de surface de la résine SR GreenPoxy 56 comparée à d'autres résines thermodurcissables.

La valeur de la tension de surface de la résine SR GreenPoxy 56 mesurée est en bonne cohérence avec les valeurs d'autres résines partiellement bio-sourcées, trouvées dans la littérature.

#### II.4.2. Mesure des composantes polaire et dispersive de la tension de surface de la résine

La tension de surface résulte de différents types d'interactions classées en deux grandes catégories :

- les interactions dispersives de type Van der Waals-London,
- les interactions non-dispersives ou polaires, résultant essentiellement des forces acide/base qui dominent les autres forces d'orientation de Keesom et celles d'induction de Debye.

La détermination expérimentale des composantes polaire et dispersive d'un solide est possible en utilisant la relation d'Owens-Wendt (équation II.8) qui considère la tension de surface d'un liquide  $\gamma_{LV}$  ou d'un solide  $\gamma_{SV}$  comme la somme de ses deux composantes (équations II.9 et II.10) [118].

$$\gamma_{SL} = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - 2 \left( \sqrt{(\gamma_{LV}^d \cdot \gamma_{SV}^d)} + \sqrt{(\gamma_{LV}^p \cdot \gamma_{SV}^p)} \right) \quad \text{II.8}$$

$$\gamma_{LV} = \gamma_{LV}^p + \gamma_{LV}^d \quad \text{II.9}$$

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SV}^p + \gamma_{SV}^d \quad \text{II.10}$$

La combinaison de l'équation II.8 avec la loi d'Young (équation II.4) rend la loi d'Owens-Wendt égale à:

$$\gamma_{LV}(1 + \cos\theta_e) = 2 \left( \sqrt{(\gamma_{LV}^d \cdot \gamma_{SV}^d)} + \sqrt{(\gamma_{LV}^p \cdot \gamma_{SV}^p)} \right) \quad \text{II.11}$$

Cette relation d'Owens-Wendt n'est applicable que lorsque la tension de surface de liquide  $\gamma_{LV}$  et l'angle de contact entre le solide et le liquide  $\cos\theta_e$  sont connus. La méthodologie expérimentale repose sur l'utilisation d'au moins trois liquides ayant obligatoirement des composantes différentes. Un rapport  $x_p$  est défini entre la proportion polaire et dispersive de la tension de surface de chaque liquide :

$$x_p = \frac{\sqrt{\gamma_{LV}^p}}{\sqrt{\gamma_{LV}^d}} \quad \text{II.12}$$

L'intégration de ce rapport dans l'équation II.11 permet d'écrire la loi d'Owens-Wendt de la façon suivante:

$$\frac{\gamma_{LV}(1 + \cos\theta_e)}{2 \cdot \sqrt{\gamma_{LV}^d}} = \sqrt{\gamma_{SV}^p} \left( \sqrt{\frac{\gamma_{LV}^p}{\gamma_{LV}^d}} \right) + \sqrt{\gamma_{SV}^d} \quad \text{II.13}$$

Cette équation correspond à l'équation d'une droite de la forme  $Y=aX+b$  avec

$$Y = \frac{\gamma_{LV}(1 + \cos\theta_e)}{2 \cdot \sqrt{\gamma_{LV}^d}} \quad \text{et} \quad X = \sqrt{\frac{\gamma_{LV}^p}{\gamma_{LV}^d}}$$

La pente  $a$  et l'ordonnée à l'origine  $b$  de la droite sont égales à :

$$a = \sqrt{\gamma_{SV}^p} \quad \text{et} \quad b = \sqrt{\gamma_{SV}^d}$$

Elles correspondent respectivement à la racine carrée de la composante polaire et la composante dispersive du solide.

Pour déterminer les composantes polaire et dispersive d'une résine, Pucci et al [110] ont développé une méthode expérimentale basée sur le principe de Wilhelmy. Cette méthode permet de mesurer la tension interfaciale  $\gamma_{RL}$  entre une résine et un liquide totalement dispersif, tel que le n-hexane ( $\gamma_L = \gamma_L^d$ ), non-miscible avec la résine. Son principe consiste à mettre la résine dans un réservoir, puis d'ajouter le liquide dispersif. Ainsi, la tension interfaciale  $\gamma_{RL}$  créée entre ces deux constituants, est mesurée à travers la masse du ménisque créée lors de l'arrachement de la lame en platine de la surface entre la résine et le liquide. La Figure II.23 schématise le principe de cette mesure.

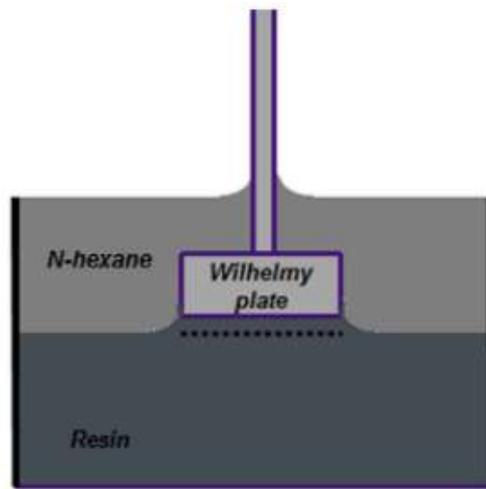


Figure II.23. Principe de la mesure de la tension interfaciale entre la résine et le n-hexane [110].

Connaissant la tension de surface de la résine  $\gamma_R$  et du n-hexane ( $\gamma_L = \gamma_L^d$ ), Pucci et al. ont adopté la loi d'Owens-Wendt, en remplaçant le solide par la résine ( $\gamma_S = \gamma_R$ ). Ainsi, la relation d'Owens-Wendt qui permet de calculer les composantes de la tension de surface de la résine, devient égale à :

$$\gamma_R^d = \frac{\gamma_L^d + \gamma_R - \gamma_{RL}}{4\gamma_L^d} \quad \text{II.14}$$

Cette même méthodologie a été suivie dans ce travail afin de déterminer les composantes de la tension de surface de la résine SD GreenPoxy 56. Le liquide totalement dispersif utilisé est le n-héxadecane. Les mesures ont été effectuées sur le tensiomètre K100SF.

Les résultats obtenus sont reportés dans le Tableau II.8 accompagnés des résultats de la résine SR GreenPoxy 55 [89].

	$\gamma_R$ (mN/m)	$\gamma_R^d$ (mN/m)	$\gamma_R^p$ (mN/m)
SR GreenPoxy 56	49,1 ± 0,1	15,8 ± 0,9	33,3 ± 0,9
SR GreenPoxy 55	45,7	21,0	24,7

Tableau II.8. Composantes de la tension de surface des résines SR GreenPoxy55 et 56.

### II.4.3. Mesure de la tension de surface des anas de lin

En plaçant une goutte de liquide sur une surface plane et propre, on observe l'angle de contact  $\theta_e$  de la formule d'Young (équation II.4). Néanmoins, dans de nombreux cas, la surface présente des défauts soit chimiques (tâches), soit physiques (rugosité). Ceci provoque une déviation de l'angle de contact à l'équilibre, comparé à l'angle de contact statique prédit par l'équation d'Young [108]. Cet angle de contact varie entre deux valeurs limites: la plus grande et la plus petite qui sont appelées respectivement angle d'avancée  $\theta_A$  et angle de retrait  $\theta_R$ . La différence entre les angles limites  $\theta_A$  et  $\theta_R$  est appelée hystérésis de l'angle de contact. Dans ce travail, cette variation d'angle est prise en considération dans le protocole expérimental dédié à la détermination de l'angle de contact statique entre un anas de lin et les différents liquides y compris la résine SR GreenPoxy 56. Pour simplifier les calculs, la rugosité de la surface des anas de lin a été négligée.

#### - Protocole expérimental

Les mesures de l'angle de contact ont été réalisées sur le tensiomètre Kruss K100SF avec une sensibilité de détection de surface de 0,0001g. Les mesures ont été effectuées à une température du liquide égale à 20 °C. Le principe de mesure consiste à accrocher un anas de lin verticalement sur le porte-échantillon. Ensuite, le réservoir de liquide est remonté à une faible vitesse de détection de 5mm/min, jusqu'à une profondeur d'immersion d'anas de 3mm (phase d'avancée). L'anas de lin est maintenu dans cette position pendant une période de temps précise permettant d'atteindre la stabilité statique. La masse de ménisque formé par le liquide sur la surface de l'anas est mesurée dans cette position. Deux périodes de maintien (60s et 120s) ont été testées. Puis, le réservoir de liquide est retiré à la même vitesse qu'à l'avancée (phase de retrait).

En premier, le n-hexadécane en tant que liquide totalement mouillant ( $\theta=0^\circ$ ), a été utilisé avec tous les anas afin de déterminer le périmètre mouillé  $p$  de chaque particule selon la loi de

Wilhelmy (équation II.5). Ces mesures du périmètre de chaque anas ont été vérifiées à l'aide d'un microscope optique Keyence VHX-700F. La différence entre les résultats optique et tensiométrique est très faible. Toutefois, la méthode tensiométrique est utilisée par la suite.

La Figure II.24 présente un exemple de courbe de l'évolution de la force capillaire en fonction de la position d'immersion d'un anas de lin immergé dans le n-hexadécane. Considérant la force capillaire en statique comme la moyenne de la dernière force capillaire enregistrée en phase d'avancée et la première en phase de retrait, le périmètre de l'anas est déduit par :

$$p = \frac{F_c}{\gamma_L} \quad \text{II.15}$$

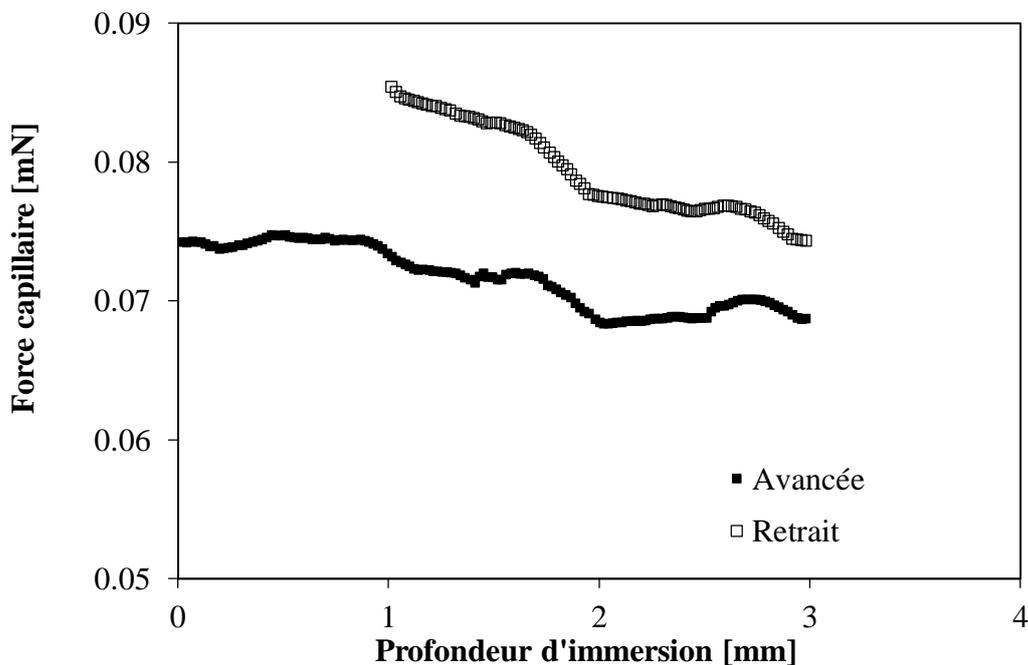


Figure II.24. Evolution de la force capillaire en fonction de la profondeur d'immersion d'un anas immergé dans le n-héxadecane.

Après détermination du périmètre mouillé de chaque anas, ces derniers ont été séchés à l'air ambiant pendant 48 heures afin de les réutiliser avec les autres liquides modèles et la résine SR GreenPoxy 56. Connaissant ainsi le périmètre mouillé  $p$ , la tension de surface de liquide  $\gamma_L$  et la force capillaire  $F_c$  donnée par le tensiomètre, les angles de contact entre chaque liquide et la surface de l'anas ont été dérivés de la relation de Wilhelmy comme suit:

$$\cos \theta = \frac{F_c}{p \cdot \gamma_L} \quad \text{II.16}$$

## - Résultats et discussion

Les angles de contact statiques entre anas de lin et eau, éthylène glycol, alcool benzylique et résine SR GreenPoxy 56, pour les deux temps de maintien en phase statique  $t_s$  (60s et 120s), sont reportés dans le Tableau II.9.

Liquide	$\theta_e$ [°]	
	$t_s=60s$	$t_s=120s$
Eau	$64,6 \pm 5,8$	$69,8 \pm 10,4$
Ethylène glycol	$51,2 \pm 3,2$	$50,5 \pm 9,3$
Alcool benzylique	$32,4 \pm 0,4$	$28,8 \pm 6,6$
GreenPoxy 56	$65,8 \pm 4,3$	-

Tableau II.9. Angles de contact statiques des anas de lin avec les différents liquides testés pour les deux temps de maintien en phase statique 60s, et 120s.

D'après les résultats, les angles de contact statiques pour les deux temps de maintien 60s et 120s paraissent similaires pour le même liquide en tenant en considération l'écart type important. De ce fait, un maintien pendant 60s est alors considéré suffisant pour atteindre la stabilité statique, grâce à la faible vitesse d'immersion.

On remarque également que le plus faible angle de contact statique  $\theta_e$  ( $32,4^\circ$ ) a été obtenu avec l'alcool benzylique et le plus grand angle avec l'eau ( $64,6^\circ$ ) et la GreenPoxy 56 ( $65,8^\circ$ ). Ces résultats avec l'eau sont en bon accord avec ceux trouvés dans la littérature sur le bois [119]. Pour comprendre davantage ces résultats et leurs effets sur l'adhésion, l'énergie d'adhésion, nommée  $E_{Dupré}$ , qui représente l'énergie nécessaire à la séparation du liquide de l'anas de lin a été déterminée selon :

$$E_{Dupré} = \gamma_{LV}(1 + \cos \theta_e) \quad \text{II.17}$$

Les résultats trouvés sont présentés dans le Tableau II.10.

Liquide	$E_{Dupré}$ (mN/m)	
	$t_s=60s$	$t_s=120s$
Eau	104,1	97,4
Ethylène glycol	77,6	78,4
Alcool benzylique	71,6	72,9
GreenPoxy 56	69,0	-

Tableau II.10. Energie d'adhésion entre anas de lin et les différents liquides.

L'énergie d'adhésion la plus élevée est obtenue avec l'eau (104,1 mN/m). Ceci paraît logique et justifie la grande capacité des anas de lin à l'absorption de l'eau par l'intermédiaire de ses composantes hydrophylques, essentiellement les hémicelluloses. Ce résultat est du même ordre de grandeur que celui trouvé dans la littérature pour le bois [119]. Cependant, l'énergie d'adhésion entre anas de lin et la résine SR GreenPoxy 56 est moins importante. Néanmoins, elle peut être considérée comme suffisante pour justifier ainsi une bonne interface entre ces deux composants.

#### II.4.4. Mesure des composantes polaire et dispersive de la tension de surface des anas de lin

Connaissant les angles de contact statiques (Tableau II.9) et les composantes dispersives et polaires de la tension de surface de chaque liquide (Tableau II.7 et Tableau II.8), il est alors possible de tracer le graphe X-Y à partir de la relation d'Owens-Wendt, comme expliqué dans le paragraphe II.4.2.

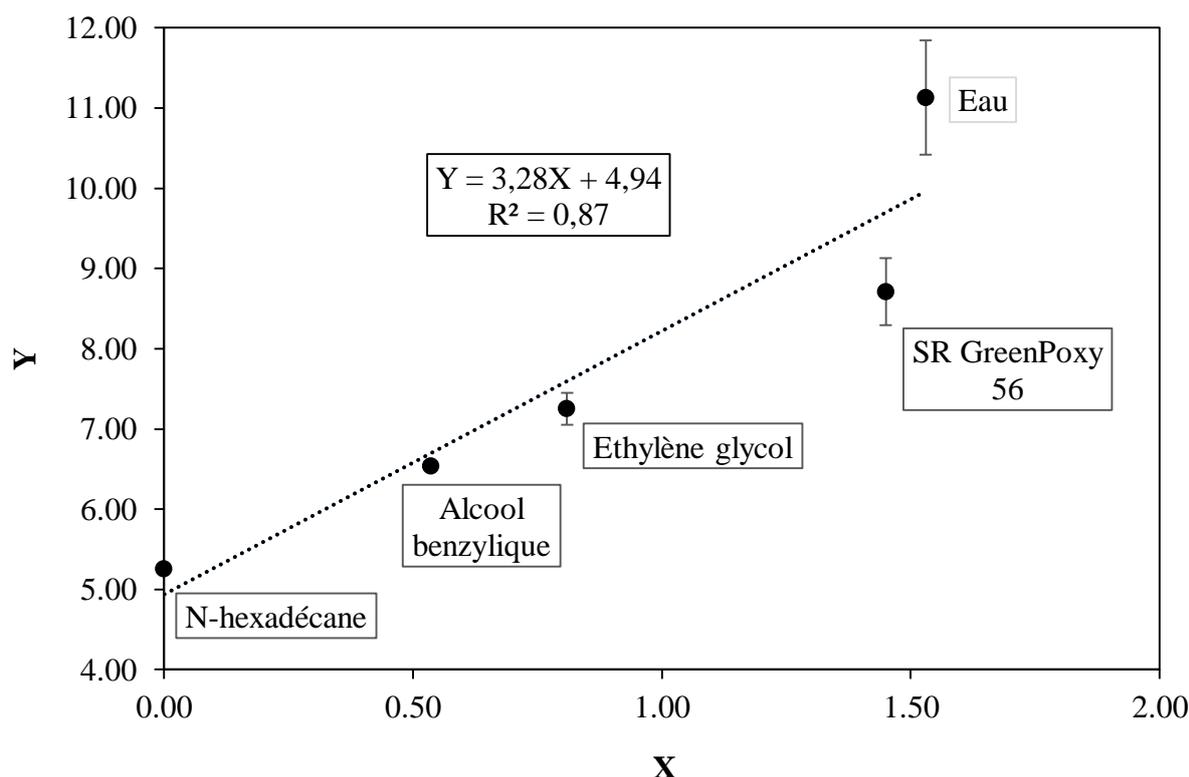


Figure II.25. Détermination des composantes polaire et dispersive des anas de lin par la méthode de l'ajustement linéaire de la relation d'Owens-Wendt.

La pente et l'ordonnée à l'origine de la droite tracée et l'équation II.13 donnent les composantes polaire et dispersive des anas de lin (Tableau II.11).

	$\gamma_s^p$ (mN/m)	$\gamma_s^d$ (mN/m)	$\gamma_s$ (mN/m)
Anas de lin	$10,8 \pm 0,2$	$24,4 \pm 0,01$	$35,2 \pm 0,2$

Tableau II.11. Composantes polaire et dispersive des anas de lin.

La composante dispersive des anas de lin est supérieure à la polaire avec une contribution d'environ 70% de la valeur de la tension de surface des anas.

#### II.4.5. Discussion

La nature de la mouillabilité est définie également à partir du paramètre d'étalement S qui mesure la différence d'énergie de surface entre un solide sec et mouillé par un liquide. Il est donné par :

$$S = \gamma_{LV}(\cos\theta_e - 1) \quad \text{II.18}$$

De même, le paramètre d'imprégnation I qui correspond au gain d'énergie de surface si la surface sèche devient mouillée permet de classer la nature de la mouillabilité. Il se calcule par :

$$I = \gamma_{LV} \cos \theta_e \quad \text{II.19}$$

Pour les différents liquides testés, cela donne le Tableau II.12.

Liquide	$\cos\theta_e$ s.i.	paramètre	paramètre
		d'étalement	d'imprégnation
		S	I
		(mN/m)	(mN/m)
Eau	0,429	-41,6	31,2
Ethylène glycol	0,627	-17,9	30,1
Alcool benzylique	0,844	-6,1	32,9
GreenPoxy 56	0,410	-29,0	20,1

Tableau II.12. Paramètres d'étalement et d'imprégnation des différents liquides testés.

Tous les liquides testés dont la GreenPoxy 56 montrent un mouillage partiel (car  $S < 0$ ) avec un caractère dit plutôt mouillant (car  $\theta_e \leq 90^\circ$ ). Dans ce cas précis de liquide plutôt mouillant, le liquide envahit spontanément un milieu poreux. Cela signifie que l'époxy mis en contact avec les anas peut envahir l'intérieur de ceux-ci alors que l'objectif est que la résine soude les anas entre eux.

Le paramètre d'imprégnation I pour l'époxy montre que la résine imprègne mais moins facilement que les autres liquides. Si les canaux à l'intérieur des anas de lin sont ouverts, alors l'époxy pourrait remonter sur une hauteur correspondant à la hauteur de Jurin qui se calcule suivant :

$$h_J = \frac{2\gamma_{LV} \cos \theta_e}{\rho g R} \quad \text{II.20}$$

avec R, rayon du capillaire.

Pour l'époxy, en considérant que l'ordre de grandeur de  $R$  vaut  $10\ \mu\text{m}$  pour les capillaires intra-anas (cf. Figure II.15), alors  $h_j = 34,3\ \text{cm}$ , ce qui est très supérieur à la longueur de tout l'anas.

Il peut être intéressant de considérer la forme prise par l'époxy répandue sur les anas. Il se forme des gouttes en calottes sphériques de rayon  $R_g$  si :

$$R_g \ll \sqrt{\frac{\gamma_{LV}}{\rho g}}$$

Il vient que  $R_g \ll 2,04\ \text{mm}$ . Au-delà de cette valeur de rayon, la résine s'étale sous forme de flaque dont l'épaisseur  $e$  est donnée par :

$$S = -\frac{1}{2}\rho g e^2 \tag{II.21}$$

Dans le cas de l'époxy,  $e = 2,22\ \text{mm}$  (Voir Tableau II.13).

	hauteur de Jurin	Rayon de goutte	épaisseur de flaque
Liquide	$h_j$ (m)	$R_g$ (mm)	$e$ (mm)
Eau	0,637	2,72	2,91
Ethylène glycol	0,551	2,10	1,81
Alcool benzylique	0,642	1,95	1,09
GreenPoxy 56	0,343	2,04	2,22

*Tableau II.13. Hauteurs de Jurin, rayons de gouttes et épaisseurs de flaques calculés pour les différents liquides testés.*

Il est clair que le mélange d'époxy et d'anas sur une épaisseur de  $10\ \text{mm}$  va amener un pontage des anas par la résine qui formera des couches d'environ  $2\ \text{mm}$  sur les anas. Une compression de l'ensemble va amener une dispersion de la résine du fait de sa capacité d'étalement et permettra également de comprimer les canaux intra-anas et de faire ressortir une partie de l'époxy rentrée dedans.

## II.5. Dynamique de la mouillabilité: méthode de Washburn

Lors de l'imprégnation d'un milieu fibreux par un liquide, celui-ci se déplace à différentes vitesses tout au long du réseau fibreux. Par conséquent, l'angle de raccordement entre le solide et le liquide n'est plus considéré stable à cause des forces visqueuses et capillaires qui apparaissent au niveau de l'interface. L'angle de contact statique déterminé par stabilisation de la remontée du liquide sur le solide selon la loi de Wilhelmy n'est plus valable. Des mesures de l'angle de contact modifié, appelé angle de contact dynamique, sont nécessaires afin de qualifier l'interface entre le solide et le liquide.

Dans ce travail, différents procédés de mise en œuvre des panneaux agglomérés à base d'anas de lin ont été utilisés : infusion et moulages manuel et par thermocompression. Ces procédés seront détaillés dans le chapitre III. Dans ce contexte, des mesures simples de l'angle de contact dynamique entre des anas de lin et l'eau ont été réalisées.

L'analyse microstructurale a montré un aspect alvéolaire des anas de lin (Figure II.15). Il y a alors la possibilité d'imprégner à l'intérieur des anas et entre eux.

L'approche du Washburn qui décrit la remontée d'un liquide à l'intérieur d'un milieu poreux constitué de capillaires, a été utilisée dans ce travail pour déterminer l'angle de contact dynamique. Cette approche se base sur l'équilibre entre la force capillaire, le poids du liquide et la force visqueuse qui coexistent lors de l'ascension capillaire d'un liquide à l'intérieur d'un capillaire [108]. La force capillaire  $F_c$  qui fait monter le liquide dans le tube, s'écrit comme suit:

$$F_c = 2\pi r \gamma_{LV} \cos \theta_d \quad \text{II.22}$$

où  $r$  est le rayon capillaire équivalent.

En dynamique, le poids  $P$  et la force visqueuse  $F_v$  s'opposent à la montée du liquide et sont données respectivement par :

$$P = m.g = \rho g \pi r^2 h \quad \text{II.23}$$

$$F_v = 8\pi \eta V h \quad \text{II.24}$$

où  $\eta$  est la viscosité dynamique du liquide,  $V$ , la vitesse d'ascension du liquide et  $h$ , la hauteur du liquide.

L'équation du mouvement s'écrit alors :

$$\frac{d(mV)}{dt} = F_c - F_v - P \quad \text{II.25}$$

Au début de l'ascension capillaire, la masse  $m$  est nulle et donc le poids  $P$  aussi. L'équation du mouvement se simplifie alors à  $F_c = F_v$ , dont la solution est :

$$h^2(t) = \frac{1}{2} \frac{\gamma_{LV} r \cos \theta_d}{\eta} t \quad \text{II.26}$$

L'extension de la loi de Washburn dans un milieu fibreux, dont la porosité est connue, permet de relier la masse de liquide à un instant  $t$  donné à la hauteur moyenne du liquide monté. L'équation de l'évolution de la masse en fonction du temps déduite ainsi de l'équation II.26 s'écrit:

$$m^2(t) = \frac{\pi^2 r^5 \rho^2 \gamma_{LV} \cos \theta_d}{2 \eta} t \quad \text{II.27}$$

Le milieu fibreux considéré dans la loi de Washburn peut être décrit comme un ensemble de tubes capillaires. La remontée capillaire dans un tel milieu est dépendante de ses caractéristiques géométriques. La tortuosité, la morphologie et la section des pores affectent évidemment la cinétique de cette remontée (Figure II.26).

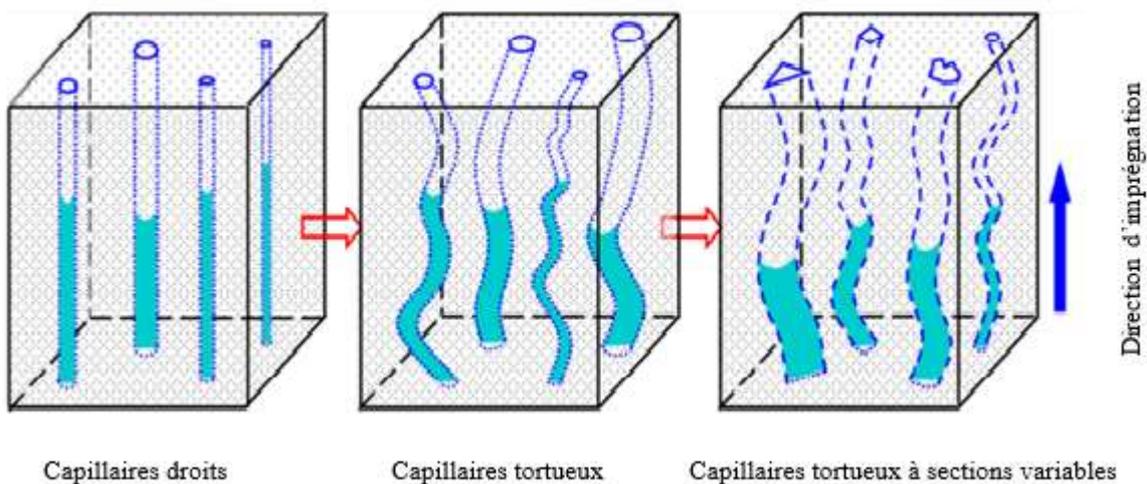


Figure II.26. Les différentes formes de l'espace poral présent dans un milieu fibreux [120].

Ainsi la loi de Washburn peut être modifiée pour être adaptée aux caractéristiques des milieux fibreux par :

$$m^2(t) = C \cdot \frac{\rho^2 \gamma_{LV} \cos \theta_d}{\eta} t \quad \text{II.28}$$

où  $C$  est un facteur géométrique lié au milieu, exprimé en  $\text{cm}^5$ .

Dans ce travail, le facteur géométrique  $C$  a été déterminé à l'aide du tensiomètre K100SF. Le protocole expérimental suivi consiste à étudier l'évolution de la masse du liquide dans le temps à l'intérieur d'un tube capillaire en verre contenant des anas de lin alignés verticalement. Le tube capillaire est de diamètre intérieur égal à 9mm et de hauteur de 29 mm. Il possède une base en verre fritté comme élément de filtration. Les premières mesures tensiométriques sont réalisées avec le n-hexadécane en tant que liquide totalement mouillant ( $\cos \theta = 1$ ).

Connaissant la tension de surface, la densité et la viscosité dynamique du liquide mouillant, le tracé du carré de la masse en fonction du temps venant juste après la mise en contact du capillaire avec le liquide (régime visqueux où la loi de Washburn est valable) donne une courbe linéaire (équation II.28). Le facteur géométrique  $C$  de l'ensemble d'anas est ainsi déduit de la pente de cette courbe. Ce facteur est fonction du taux volumique d'anas présents dans le tube capillaire. Plus le taux est élevé, plus le facteur  $C$  est faible et plus l'ascension capillaire est lente (Figure II.27).

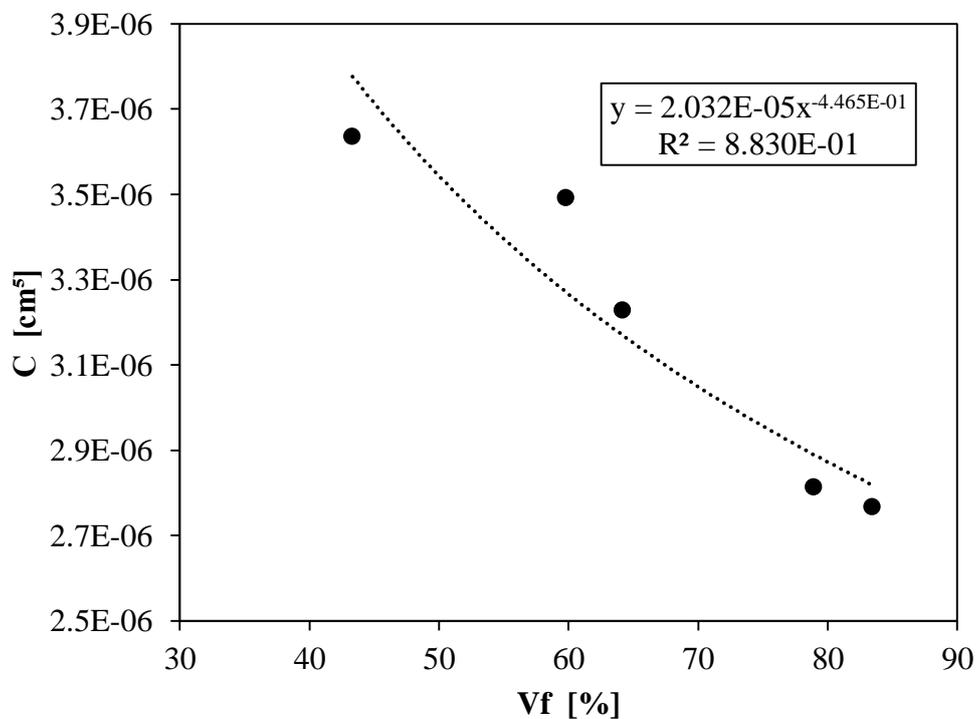


Figure II.27. Evolution du facteur géométrique  $C$  en fonction du taux volumique d'anas.

Une fois le facteur  $C$  déterminé, l'angle de contact pour les autres liquides est alors déduit de l'équation II.28 à condition que le taux volumique d'anas dans le tube capillaire soit le même pour les différents liquides. Diverses discussions dans la littérature ont été notées sur cette méthodologie. Kalogianni et al. [121] ont montré une légère variation du facteur géométrique d'un liquide à l'autre. Ceci a été aussi déduit différemment par Fries et Dreyer [122] à travers l'étude des différents régimes présents au début de la remontée capillaire et leurs effets sur la masse instantanée. Ils ont abouti à la confirmation de l'effet non-négligeable du régime inertiel. Une telle affirmation pourrait rendre caduques les valeurs du facteur géométrique déterminées avec les liquides totalement mouillants tel que le n-hexadécane. En admettant qu'il s'agit de liquides très fluides par rapport aux autres partiellement mouillants, il se peut que l'ascension capillaire soit issue du régime inertiel.

### II.5.1. Mesure de l'angle de contact dynamique

Les anas de lin utilisés avec le liquide n-hexadécane ont été séchés pendant 48h afin de les réutiliser avec l'eau. Connaissant le facteur géométrique correspondant à chaque fraction volumique des anas de lin, les angles de contact dynamiques sont ainsi déterminés selon l'équation II.28. Les résultats trouvés sont présentés dans le Tableau II.12.

$V_f$ [%]	43,3	59,8	64,2	79	83,5
$\theta_d$ [°]	87,1	84,4	86,7	85,8	86,2

Tableau II.12. Angle de contact dynamique en fonction de la fraction volumique d'anas de lin.

L'angle de contact mesuré  $\theta_d$  est un angle de contact dynamique, la mesure étant effectuée à une certaine vitesse. Le régime de Washburn se fait à une vitesse en  $1/\sqrt{t}$ . Mais le régime visco-capillaire que constitue le régime de Washburn est précédé du régime inertiel durant lequel la vitesse d'imprégnation est constante :

$$v_{inertiel} = \left( \frac{2\gamma_{LV} \cos\theta_d}{\rho r} \right)^{1/2} \quad \text{II.29}$$

En substituant  $r$  par  $C$  dans la vitesse inertielle, il vient :

$$v_{inertiel} = \left( \frac{2\gamma_{LV} \cos\theta_d}{\rho \left( \frac{2C}{\pi^2} \right)^{1/5}} \right)^{1/2} \quad \text{II.30}$$

ce qui permet de calculer la vitesse inertielle pour chaque expérience à  $V_f$  donné, puisqu'il a été établi la correspondance entre  $C$  et  $V_f$  (cf. Figure II.27).

Il peut être intéressant d'exprimer l'angle de contact dynamique en fonction de la vitesse et de prévoir ainsi quel angle sera associé à quelle vitesse d'imprégnation dans un procédé d'injection par exemple. La suite du raisonnement s'appuie sur les travaux de thèse de Re [89] qui a établi cette relation pour des fibres de verre et de lin. Re a établi que la loi valable pour des mouillages dynamiques sur fibres isolées est une loi de Tanner-de Gennes modifiée exprimée par :

$$\theta_d - \theta_e = 6\Gamma Ca^{1/3} = 6\Gamma \left( \frac{\eta v}{\gamma_L} \right)^{1/3} \quad \text{II.31}$$

Avec  $Ca$ , le nombre capillaire, qui représente une vitesse adimensionnelle et  $6\Gamma$ , une constante dépendant du matériau solide. Re a obtenu  $6\Gamma$  (fibre de verre) = 90 et  $6\Gamma$  (fibre de lin) = 60.

En considérant que la vitesse  $v$  (équation II.31) correspond à la vitesse inertielle (équation II.30), il vient la Figure II.28.

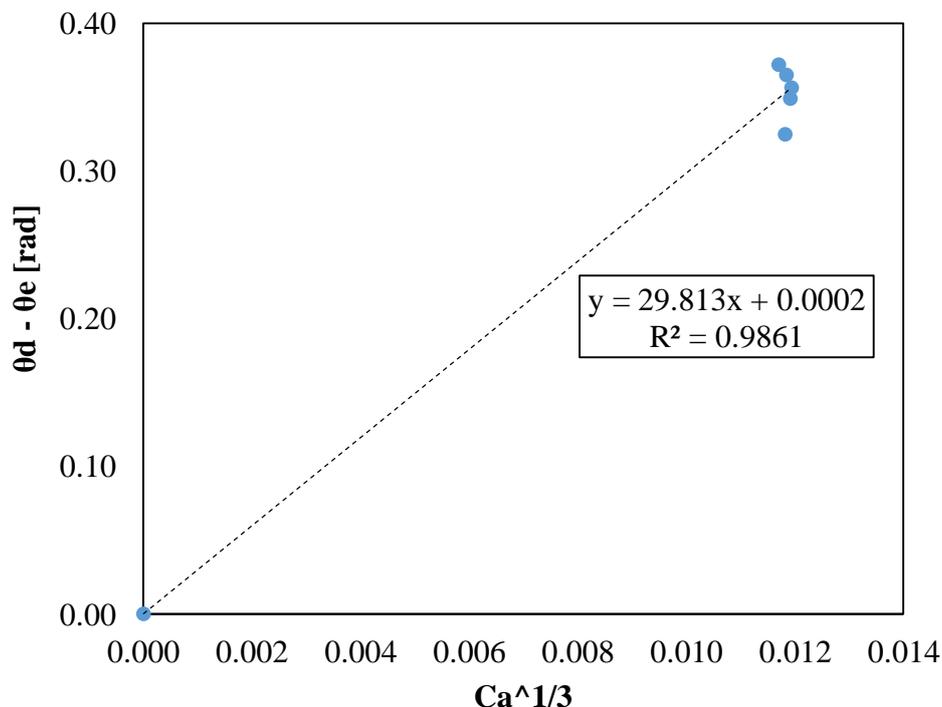


Figure II.28. Angle de contact dynamique des anas de lin en fonction du nombre capillaire.

Il vient que  $6\Gamma(\text{anas de lin}) \approx 30$ . Evidemment, ce résultat obtenu sur des anas de lin orientés est à considérer avec précaution du fait des approximations utilisées. Il serait par exemple

intéressant d'obtenir les valeurs d'angle de contact dynamique sur une gamme plus importante de  $V_f$ .

Néanmoins, il est possible d'émettre des hypothèses sur la pression capillaire, existant dans les procédés d'injection de type infusion, qui est proportionnelle à  $-\cos(\theta_d)$ . Le fait que  $6\Gamma$  (anas de lin)  $\approx 30$  au lieu de 60 ou 90 tendrait à induire une plus faible pression capillaire quand la vitesse d'injection est augmentée. Mais l'angle de contact est déjà élevé à vitesse nulle ( $\theta_e=65,8^\circ$ ). Finalement, la pression capillaire dans un ensemble d'anas de lin est supposée aider un écoulement forcé à très faible vitesse d'injection (jusqu'à  $Ca \sim 4.10^{-4}$ ) mais être négative au-delà. Cette conclusion en forme d'hypothèse serait à développer dans des travaux ultérieurs.

## II.6. Conclusion

Ce chapitre présente les différents constituants des structures sandwichs étudiées dans ce travail. La compatibilité avec les fibres longues de lin et avec les contraintes mécaniques et environnementales constitue le critère sur lequel s'est basée la sélection de la matrice et du matériau d'âme. Le choix s'est porté sur les anas de lin et une résine thermodurcissable époxy « SR GreenPoxy56 », partiellement bio-sourcée. Cette résine a servi à la fois comme matrice dans les peaux et liant dans les panneaux agglomérés à base des anas de lin. A leur tour, ces panneaux ont servi d'âme dans les structures sandwichs étudiées dans ce travail.

Une analyse de la littérature portant sur la structure, la composition chimique et les propriétés mécaniques des fibres de lin a été synthétisée. Cette analyse a prouvé l'intérêt des fibres de lin dans la fabrication des structures sandwichs bio-sourcées ayant des propriétés mécaniques intéressantes. Par la suite, l'investigation du comportement en traction de la résine SR GreenPoxy 56 a montré une forte rigidité grâce à sa structure fortement réticulée. En tant que particules végétales peu étudiées, une approche globale des anas de lin a permis de mettre en évidence leur potentiel de remplacement des particules de bois dans la fabrication des panneaux agglomérés, grâce à leur légèreté et leur forte compressibilité. Pour prédire la santé-matière des panneaux agglomérés, une étude de l'interface entre résine et anas de lin basée sur les paramètres de mouillabilité a été réalisée. Une étude du mouillage en statique a permis de déterminer, d'une part, les tensions de surface de la résine SR GreenPoxy 56 et des anas de lin et leurs composantes polaires et dispersives et, d'autre part, les angles de contact statiques des anas de lin avec différents liquides. Les résultats ont dévoilé un caractère plutôt polaire de la résine SR GreenPoxy 56, contrairement à celui des anas de lin qui est

plutôt dispersif. Les résultats ont aussi montré une similitude entre les angles de contact statiques des anas de lin avec l'eau et avec la résine étudiée. Cependant, l'énergie d'adhésion entre un anas de lin et l'eau est relativement importante par rapport à celle entre un anas et la résine SR GreenPoxy56. Afin de se rapprocher d'une imprégnation dans un milieu fibreux, l'angle de contact dynamique des anas de lin avec l'eau a été mesuré. La comparaison entre les résultats de mesure en dynamique et en statique met en évidence une certaine différence.



*Chapitre III. Procédés de mise en œuvre et  
propriétés induites des peaux et de l'âme*

Ce chapitre met en évidence les relations entre les procédés de mise en œuvre utilisés pour la fabrication des peaux et des panneaux agglomérés qui serviront d'âmes et les propriétés mécaniques, thermiques et dimensionnelles induites. Le procédé de mise en œuvre des peaux utilisé dans cette étude a été retenu en tenant compte des spécificités des fibres et de la matrice sélectionnées dans le chapitre précédent. Etant donné la longueur des fibres de lin et la fluidité de la résine SR GreenPoxy 56, le procédé d'infusion de résine liquide paraît être celui le plus approprié pour la fabrication des peaux dans différentes configurations.

Deux procédés de mise en œuvre de panneaux agglomérés ont été développés pour trouver le procédé qui assure une bonne adhésion entre les anas de lin pour une quantité minimale de résine : le moulage manuel et la thermocompression. Deux tailles d'anas de lin ont été testées afin d'établir un lien entre les dimensions des anas et les propriétés des panneaux. Après fabrication, des essais de traction ont été réalisés sur les peaux et des essais mécaniques, thermiques et physiques ont été conduits sur les panneaux agglomérés. Des analyses microstructurales par microscopie électronique à balayage et micro-tomographie à rayons X ont été réalisées sur les panneaux agglomérés afin d'interpréter les résultats après caractérisation.

L'ensemble de ce travail a pour objectif de prédire par la suite les propriétés des structures sandwiches élaborées.

### **III.1. Peaux en matériaux composites à fibres de lin**

#### **III.1.1. Procédé de mise en œuvre des peaux**

Etant donné son adéquation aux tissus de lin et à la résine sélectionnés, une série de peaux ont été élaborées par le procédé d'infusion. Les UD's sont d'abord étuvés à 90°C pendant 3 heures. D'après Baley et al.[123], les fibres de lin brutes possèdent des propriétés mécaniques plus intéressantes que celles des fibres séchées, vu l'endommagement créé dans les fibres par le séchage (dégradation, fissures, redistribution spatiales des composés biochimiques dans les parois). Néanmoins, le séchage des fibres dans cette étude a été effectué afin d'éviter l'évaporation de l'eau absorbée par les fibres lors de la réaction exothermique de la résine au moment de sa réticulation. Après séchage, quatre plis ont été superposés sur un moule plan préalablement ciré et recouvert d'un tissu d'arrachage, d'un drainant et d'une bâche à vide. Différentes séquences d'empilement de plis ont été effectuées : [0/0/0/0] et [0/90/90/0]. Après fermeture du moule, une dépression de 0,5 bar a été maintenue pendant une heure afin de vérifier son étanchéité.

La résine SR GreenPoxxy 56 est mélangée avec le catalyseur SD8822, approprié au procédé d'infusion en termes de fluidité et de temps de réticulation. Ensuite, l'injection de la résine est réalisée grâce à la dépression, qui est maintenue jusqu'à l'initiation de la polymérisation de la matrice. Le démoulage se fait après 24 heures [124]. Les éprouvettes découpées dans différentes orientations de fibres 0°, 45° et 90° ont été post-cuites à 60°C pendant 4 heures selon les préconisations du fournisseur de la résine (Figure III.1).

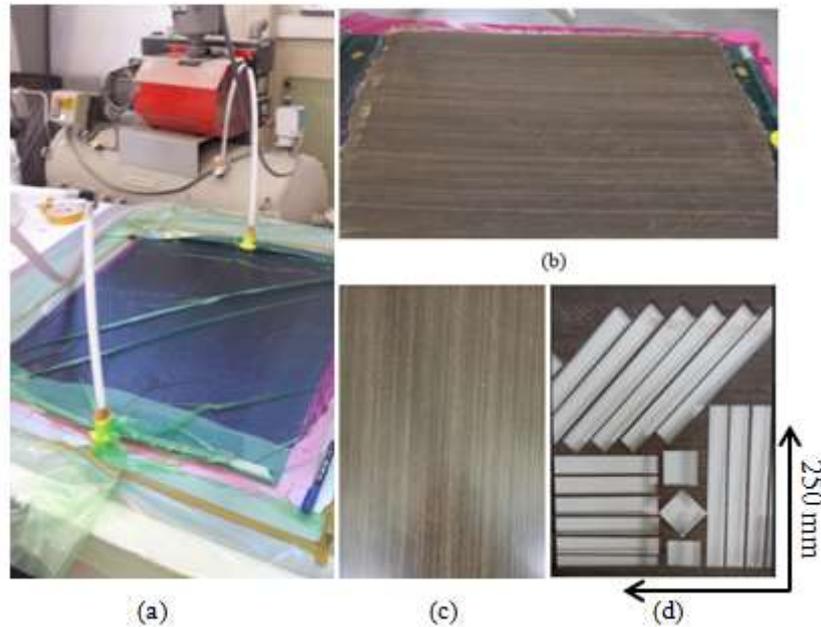


Figure III.1. (a) Procédé d'infusion de résine liquide pour la fabrication des peaux composites. (b) Vue de face du stratifié élaboré. (c) Vue de derrière du même stratifié. (d) Eprouvettes découpées dans différentes orientations de fibres

### III.1.2. Taux volumique de renfort et porosité

Avant de commencer la caractérisation mécanique des peaux, des mesures du taux volumique de fibres et de porosité ont été effectuées sur 5 échantillons prélevés de différentes zones de chaque plaque composite UD. Il existe dans la littérature différentes méthodes de détermination des taux volumiques et massiques de fibres. La méthode de calcination consiste à chauffer intensément le composite dans une étuve jusqu'à la vaporisation totale de la résine<sup>4</sup>. Néanmoins, cette technique n'est pas adaptée pour les composites à renforts végétaux car ils brûleraient sous l'effet de la haute température. La méthode par dissolution chimique de la résine consiste à dégrader le réseau polymère macromoléculaire par attaque d'acide sulfurique concentré, d'eau oxygénée et de la température<sup>5</sup>. Cette méthode n'est applicable que pour les matrices thermoplastiques. Toutes ces techniques sont destructives et ne donnent aucune information sur la répartition des pores dans le matériau composite. Parmi les méthodes non-destructives, l'analyse d'image constitue une technique couramment utilisée notamment par les géologues et les céramistes [125]. Cette technique dépend grandement de l'état de surface analysée qui implique une bonne maîtrise du polissage. Elle dépend

<sup>4</sup> ASTM D2734 – 16: Standard Test Methods for Void Content of Reinforced Plastics

<sup>5</sup> NF EN 2564 : Série aérospatiale - Stratifiés de fibres de carbone - Détermination de la teneur en fibres, en résine et du taux de porosité

également de la nature du matériau de l'échantillon analysé ainsi que de l'échelle de grossissement souhaitée. Les équipements d'analyse d'image les plus utilisés sont le microscope optique et le microscope électronique à balayage. Cette dernière technique est à ce jour la plus informative sur la répartition et la morphologie des fibres et des pores, mais nécessite le traitement d'un grand nombre d'images réalisées à différentes positions dans le matériau composite. L'analyse par tomographie à rayons X est l'une des méthodes les plus précises et informatives, qui permet de localiser précisément toutes les hétérogénéités, les vides ou les inclusions présents dans le matériau [126]. La méthode densimétrique utilisée dans ce travail se base sur le principe de la poussée d'Archimède qui est égale à la masse de liquide déplacé par l'échantillon immergé. Les échantillons prélevés sont de dimensions de 50\*50\*2 mm<sup>3</sup> environ. D'abord, chaque échantillon est pesé à sec ( $m_{air}$ ) à l'aide d'une balance précise à 0,1 mg, puis dans un bécher contenant de l'eau ( $m_{eau}$ ). La deuxième pesée a été effectuée rapidement pour éviter l'absorption d'eau par le matériau. La masse volumique du composite s'obtient alors par :

$$\rho_{composite} = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{eau}} * \rho_{air} \quad \text{III.1}$$

Connaissant la surface S de l'échantillon, sa masse dans l'air ( $m_{air} = m_c$ ), le grammage des fibres de lin utilisées ( $\rho_s = 200 \text{ g/m}^2$ ), le nombre de plis N du composite considéré (N=4), la masse volumique de la matrice durcie ( $\rho_m = 1,137 \text{ g/cm}^3$ ) également mesurée par pesée hydrostatique et celle des fibres ( $\rho_f = 1,5 \text{ g/cm}^3$ ), la fraction massique de fibres  $M_f$  et le taux volumique de fibres  $V_f$  dans le composite sont déterminés respectivement par :

$$M_f = \frac{NS\rho_s}{m_c} \quad \text{III.2}$$

$$V_f = \frac{1}{1 + \frac{\rho_f}{\rho_m} \left( \frac{1}{M_f} - 1 \right)} \quad \text{III.3}$$

La moyenne du taux volumique de fibres déterminé pour l'ensemble des matériaux composites est de 29,0% ± 1,5%. Le faible écart-type prouve une bonne homogénéité des plaques fabriquées. En revanche, leurs qualités sont relativement tributaires de la porosité, déduite selon :

$$V_p = 1 - \rho_c \left( \frac{M_f}{\rho_f} + \frac{(1 - M_f)}{\rho_m} \right) \quad \text{III.4}$$

La moyenne de la porosité déduite est  $5,5 \pm 1,2\%$ .

Cette méthode de mesure du taux volumique de fibres et de porosité est insuffisante pour juger la qualité des peaux composites. Des observations microscopiques sont recommandées afin de contrôler la santé-matière de l'interface fibre/matrice.

### III.1.3. Comportement en traction des peaux composites

Dans cette partie, les principaux modules de l'ingénieur tels que les modules d'élasticité longitudinal et transversal, le module de cisaillement, la contrainte et la déformation à la rupture sont mesurés sur les stratifiés lin/GP56 et verre/UP fabriqués dans leurs différentes configurations. Pour cela, des essais de traction ont été effectués sur un nombre représentatif d'éprouvettes. Ce travail a pour but d'une part, de justifier le choix de matériaux effectué en comparant leurs propriétés mécaniques à celles de matériaux composites typiques en verre et d'autre part, d'exploiter par la suite les résultats pour la détermination des caractéristiques des structures sandwiches.

#### III.1.3.a. Protocole expérimental

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine INSTRON modèle 5867 équipée d'un capteur d'effort de capacité 30kN et d'extensomètres longitudinal et transversal. Le dispositif expérimental utilisé pour les essais de traction est présenté en Figure III.2. Les éprouvettes sont découpées, sous forme rectangulaire de dimensions  $250*25*2 \text{ mm}^3$ , dans différentes orientations des fibres ( $0^\circ$ ,  $90^\circ$  et  $45^\circ$ ) par rapport à la direction de la traction afin de déterminer respectivement le module d'élasticité longitudinal, transversal et le module de cisaillement selon les normes AFNOR NF EN ISO 527-5<sup>6</sup> et ISO 14129<sup>7</sup>. Au moins 5 essais de traction par type d'éprouvette ont été réalisés afin de s'assurer de la bonne reproductibilité des résultats. Tous les essais ont été menés à une vitesse de 1mm/min dans les conditions normales de température et d'humidité ( $\sim 20^\circ\text{C}$ ,  $\sim 65\% \text{ HR}$ ).

<sup>6</sup> NF EN ISO 527-5 : Plastiques - Détermination des propriétés en traction - Partie 5 : conditions d'essai pour les composites plastiques renforcés de fibres unidirectionnelles

<sup>7</sup> ISO 14129 : Composites plastiques renforcés de fibres- Détermination de la réponse contrainte-déformation en cisaillement plan, module et résistance compris, par essai de traction à plus ou moins 45 degrés

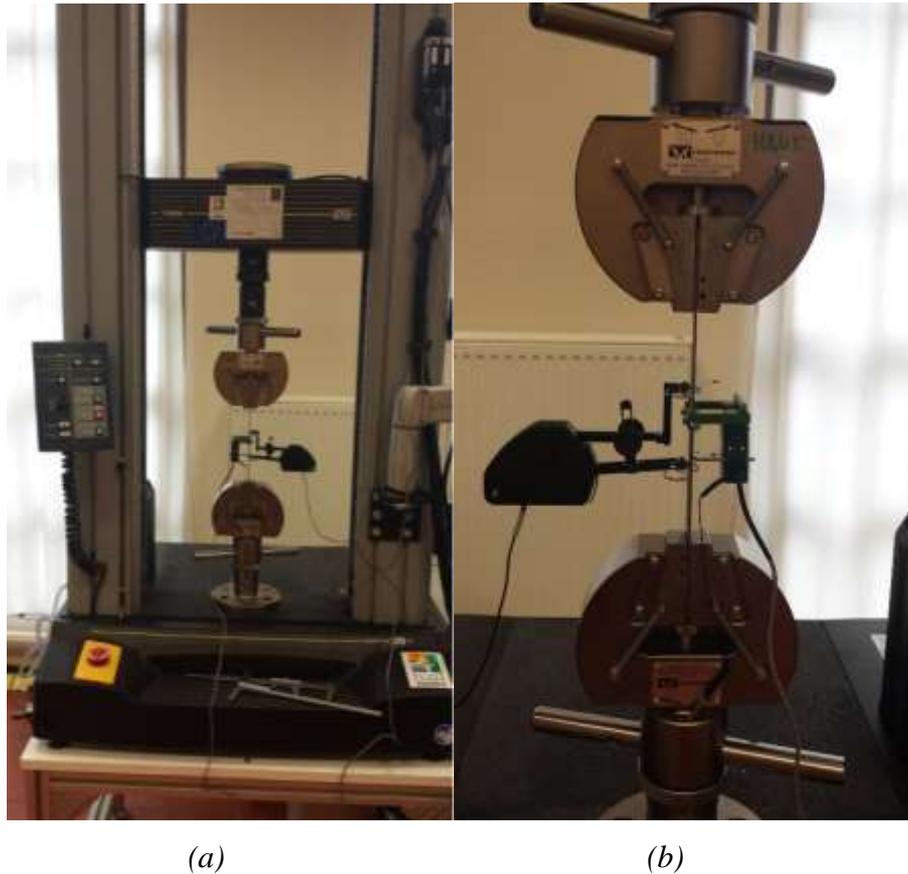


Figure III.2. Dispositif expérimental d'essai de traction : (a) montage de l'éprouvette sur la machine de traction et (b) extensomètres longitudinal et transversal.

### III.1.3.b. Comportement en traction des stratifiés UD-0

Les courbes contrainte-déformation obtenues sont présentées en Figure III.3. Une bonne superposition des courbes est remarquable surtout dans la première partie. Ceci indique la bonne reproductibilité du procédé de fabrication des matériaux composites. Le renforcement de l'époxy par des fibres de lin unidirectionnelles dans la direction  $0^\circ$  engendre un comportement non-linéaire, semblable à celui des fibres individuelles détaillé dans le paragraphe II.2.1.d. Une première zone élastique linéaire très courte, de module d'élasticité apparent  $E_{L1}$  égal à 17,6 GPa. Pour une contrainte proche de 20 MPa et pour une valeur de déformation d'environ 0,12%, une zone non-linéaire apparaît, accompagnée d'une chute du module d'élasticité. Au-delà de cette région transitoire, la courbe reprend sa linéarité jusqu'à la rupture pour une résistance à la traction moyenne égale à 184,2 MPa. Le module d'élasticité mesuré à travers la pente de cette zone linéaire  $E_{L2}$  est égal à 11,6 GPa.

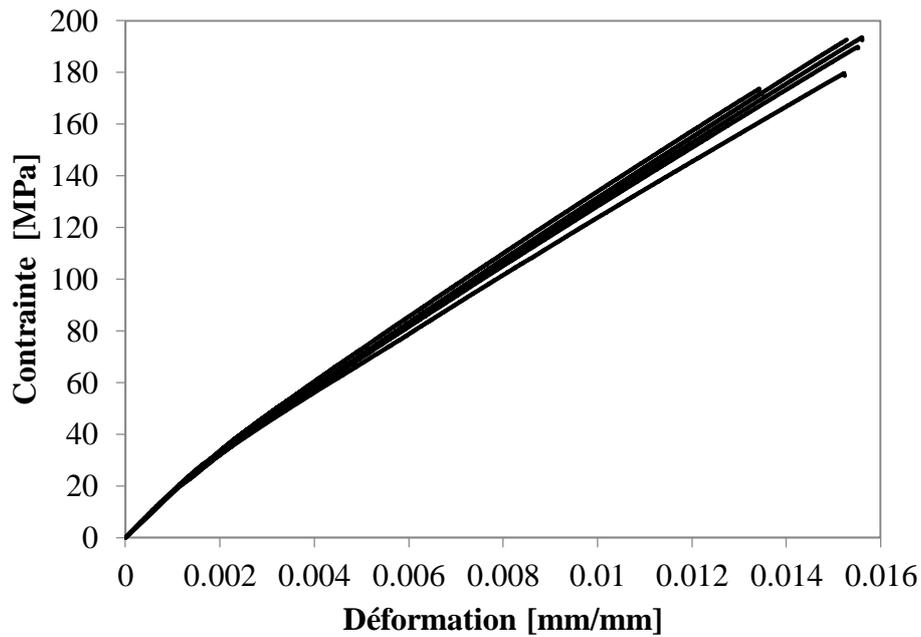


Figure III.3. Comportement en traction du matériau composite UD lin/GP56 dans la direction  $0^\circ$ .

Ce comportement en traction trouvé pour le matériau composite UD lin/GP56 est semblable à celui d'autres UD lin/époxy de la littérature [127], [128]. Étant donné la présence de deux zones linéaires de modules différents, certains auteurs considèrent la pente de la première zone linéaire comme étant le vrai module de Young du matériau composite selon sa stricte définition. Toutefois, d'autres considèrent que la pente de la deuxième zone linéaire présente le module de Young réel puisqu'il correspond à la gamme de travail (grandes déformations) du composite. Bensadoun et al. ont expliqué les raisons associées à la non-linéarité et la variation de la pente de la deuxième zone linéaire par rapport à la première [127]. Lorsque toutes les fibres d'un faisceau technique sont bien divisées et liées à la matrice, la non-linéarité est due à une déformation élasto-visco-plastique des fibres de lin et plus précisément de la couche S2 de la paroi secondaire [128]. L'élévation de la déformation ( $>0,3\%$ ) conduit à la réorientation de la zone cristalline des microfibrilles vers l'axe de chargement et une augmentation progressive de la rigidité est constatée. Cependant, lorsqu'un faisceau technique contient un grand nombre de fibres élémentaires, celles à l'intérieur ne sont pas vraiment liées à la matrice. Leur cohésion avec les fibres périphériques est juste assurée par la pectine. Cela réduit la contribution de ces fibres unitaires faiblement liées à la résistance du faisceau technique incorporé dans la matrice en fonction de la déformation, et donc à la rigidité. Le module d'élasticité  $E_{L2}$  est alors considéré comme étant le module réel du composite puisqu'il

décrit mieux le comportement des faisceaux techniques de lin dans les matériaux composites à des niveaux de déformations élevés.

Dans la suite de ce travail, le module d'élasticité apparent  $E_{L1}$  est considéré comme le vrai module  $E_L$  du matériau composite étudié, en supposant que ce dernier travaille pour des faibles déformations (<0,3%).

### III.1.3.c. Comportement en traction des stratifiés UD-90 et UD-45

Des essais de traction quasi-statique ont été effectués sur les stratifiés de lin unidirectionnels avec une direction des fibres de  $90^\circ$  et  $45^\circ$  par rapport à la direction de la traction, afin de déterminer le module transversal  $E_T$  et  $E_{45}$  respectivement. Les courbes contrainte-déformation obtenues pour UD-90 et UD-45 sont présentées en Figure III.4 et Figure III.5 respectivement.

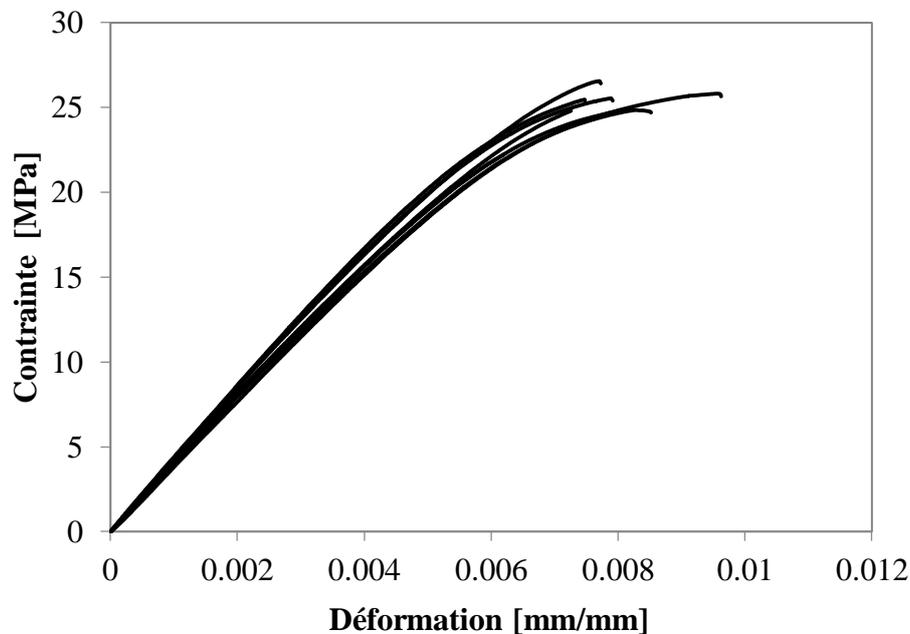


Figure III.4. Comportement en traction du matériau composite UD lin/GP56 dans la direction  $90^\circ$ .

Le renforcement de la SR GreenPoxy56 par des fibres de lin unidirectionnelles dans la direction  $90^\circ$  engendre un comportement différent de celui trouvé pour les UD-0. Cette direction perpendiculaire des fibres par rapport à la direction de traction sollicite la résine plutôt que les fibres. Néanmoins, les résultats de traction pour ce type de stratifié montrent, d'une part, une augmentation du module de Young par rapport à celui de la résine seule de 3,45GPa à 4,24GPa et, d'autre part, une diminution à la fois de la contrainte et de la déformation à la rupture de 38 MPa et 1,16% à 25 MPa et 0,7% respectivement. Ce constat

est aussi vérifié pour les stratifiés UD-45. Le module  $E_{45}$ , la contrainte et la déformation à la rupture mesurés sont égaux respectivement à 4,16 GPa, 34,7 MPa et 0,98%.

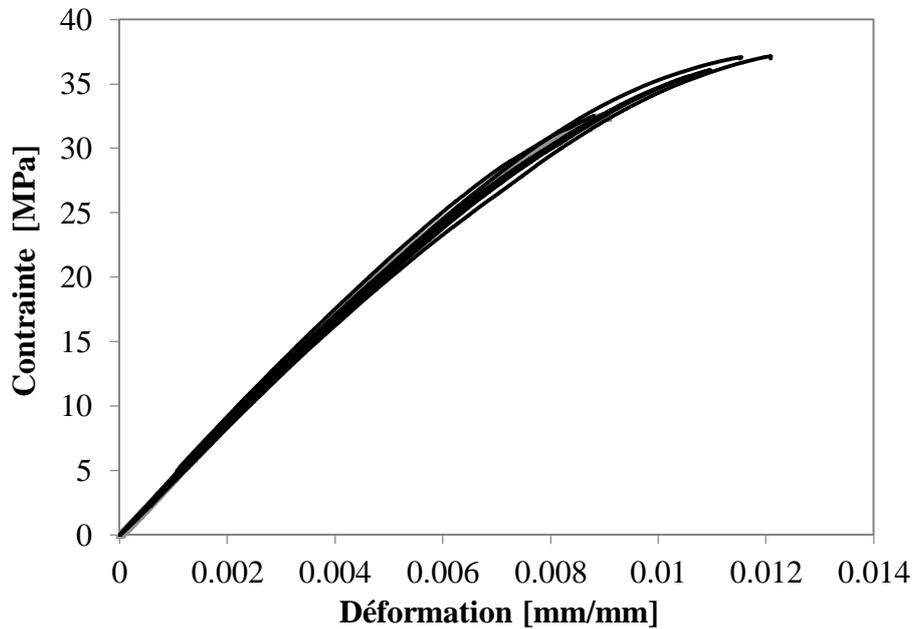


Figure III.5. Comportement en traction du matériau composite UD lin/GP56 dans la direction 45°.

Ce type d'essai de traction rend possible la détermination théorique du module de cisaillement  $G_{LT}$  et de la contrainte de cisaillement  $\sigma_{LT}$  des stratifiés UD-45 en se référant aux modules d'élasticité et contraintes à la rupture mesurés. Selon Berthelot [30], les relations entre les différents modules et contraintes à la rupture mesurés sont :

$$\frac{1}{E_{\theta}} = \frac{1}{E_L} \cos^4 \theta + \frac{1}{E_T} \sin^4 \theta + \left( \frac{1}{G_{LT}} - 2 \frac{\nu_{LT}}{E_L} \right) \sin^2 \theta \cos^2 \theta \quad \text{III.2}$$

$$\sigma_{\theta} = \left( \left( \frac{\sin^2 \theta}{\sigma_T} \right)^2 + \left( \frac{\sin(\theta) \cos(\theta)}{\sigma_{LT}} \right)^2 \right)^{-\frac{1}{2}} \quad \text{III.3}$$

Le Tableau III.1 résume les propriétés élastiques et à la rupture mesurées ou calculées des stratifiés UD-0, UD-90 et UD-45.

$E_L$	$E_T$	$E_{45}$	$\nu_{LT}$	$\sigma_L$	$\sigma_T$	$\sigma_{45}$	$G_{LT}$	$\sigma_{LT}$
(GPa)	(GPa)	(GPa)	(-)	(MPa)	(MPa)	(MPa)	(GPa)	(MPa)
17,6	4,24	4,16	0,22	184,2	25	34,7	1,44	24,15
$\pm 0,283$	$\pm 0,244$	$\pm 0,133$	$\pm 0,02$	$\pm 10,5$	$\pm 1,17$	$\pm 2,1$	$\pm 0,044$	$\pm 2,4$

Tableau III.1. Propriétés élastiques et à la rupture des stratifiés UD-0, UD-90 et UD-45.

### III.1.3.d. Comportement en traction des stratifiés CR[0/90]<sub>s</sub> et

#### CR[+45/-45]<sub>s</sub>

Des stratifiés avec différentes séquences d'empilement des tissus unidirectionnels de lin CR[0/90]<sub>s</sub> et CR[+45/-45]<sub>s</sub> ont été testés en traction dans ce travail. Les courbes contrainte-déformation obtenues pour ces deux stratifiés croisés sont présentées en Figure III.6.

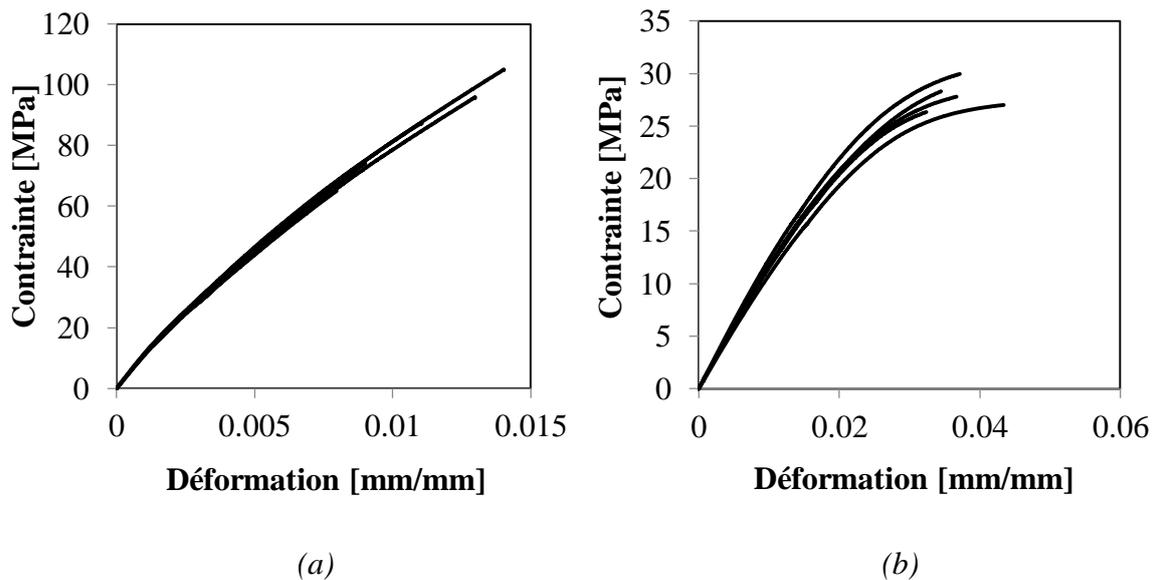


Figure III.6. Comportement en traction des stratifiés croisés lin/GP56 : (a) CR[0/90]<sub>s</sub> et (b) CR[+45/-45]<sub>s</sub>.

Le comportement en traction des stratifiés CR[0/90]<sub>s</sub> est à peu près similaire à celui des stratifiés UD-0, sauf que le coude séparant les deux zones linéaires est moins prononcé. La première zone linéaire est très courte, de module tangent 11,2 GPa et de limite élastique 10,4 MPa. Au-delà de cette limite, les courbes évoluent également de façon linéaire avec une diminution du module tangent, jusqu'à la rupture pour un taux de déformation relativement faible 1,29%. Le comportement en traction des stratifiés CR[+45/-45]<sub>s</sub> est plutôt similaire à

celui des stratifiés UD-45. Une zone linéaire est observée avec un module de cisaillement  $G_{LT}$  égal à 1,12 GPa. Au-delà d'un taux de déformation d'environ 1%, le comportement des stratifiés devient non-linéaire. Pour un taux de déformation relativement élevé de l'ordre de 3,7% correspondant à une faible contrainte de cisaillement d'environ 27,8 MPa, une rupture de type ductile se produit.

Les mesures expérimentales des propriétés des stratifiés CR[+45/-45]<sub>s</sub> sont relativement proches des valeurs déterminées théoriquement (Tableau III.1), ce qui justifie la reproductibilité du procédé d'élaboration des matériaux composites.

### III.1.3.e. Discussion

L'analyse des résultats de traction montre que le renforcement de la résine SR GreenPoxy 56 par les fibres de lin, même pour une direction des fibres différente de celle de la sollicitation, améliore les propriétés élastiques et baisse les propriétés à la rupture. Les raisons de la diminution des propriétés à la rupture des matériaux composites en époxy renforcés par des fibres de lin ont été démontrées par Fernandez et al. [129]. Le renforcement de l'époxy par des fibres de lin induit une diminution de la température de transition vitreuse ( $T_g$ ), ce qui suggère que les fibres empêchent la réticulation de l'époxy. En effet, il est possible qu'au moment de la polymérisation, certains composés non-cellulosiques des fibres migrent vers la matrice et réagissent avec les fonctions époxy et/ ou amine du durcisseur. De plus, la présence des fibres dans la matrice peut engendrer l'absorption du catalyseur, ce qui réduit sa concentration locale au niveau de l'interface fibre/matrice. Ces deux mécanismes amènent une baisse des propriétés à la rupture des composites.

L'analyse des résultats présentés dans le Tableau III.1 montre clairement que les propriétés élastiques de tous les échantillons sont plus stables que les propriétés à la rupture vu leur faible écart-type par rapport à la valeur moyenne. Cela prouve que le module d'élasticité est moins sensible à la distribution et aux types d'imperfections que la contrainte à la rupture.

Dans la littérature, plusieurs auteurs suggèrent des solutions telles que le traitement des fibres afin d'améliorer leur dispersion, augmentant ainsi la surface d'interface, d'où l'amélioration du comportement des matériaux composites et la reproductibilité des résultats [129].

Après la caractérisation des stratifiés lin/GP56 considérés comme partiellement biosourcés, des essais de traction ont été effectués sur des stratifiés modèles en verre/UP, typiquement utilisés dans des applications structurelles. Le procédé de mise en œuvre des stratifiés en

verre/UP est identique à celui des stratifiés en lin/GP56. Le but de ces essais est de comparer leurs propriétés élastiques et à la rupture.

Les taux volumiques de fibres dans les stratifiés en lin/GP56 et verre/UP sont respectivement de l'ordre de 29,0% et 42,7%. Pour mieux comparer, d'abord les résultats des stratifiés de référence sont rapportés au même taux volumique des fibres que les stratifiés en lin (29,0%). Ensuite, les résultats des différents stratifiés sont divisés par la densité du matériau composite approprié. Les résultats sont présentés en Figure III.7 et Figure III.8.

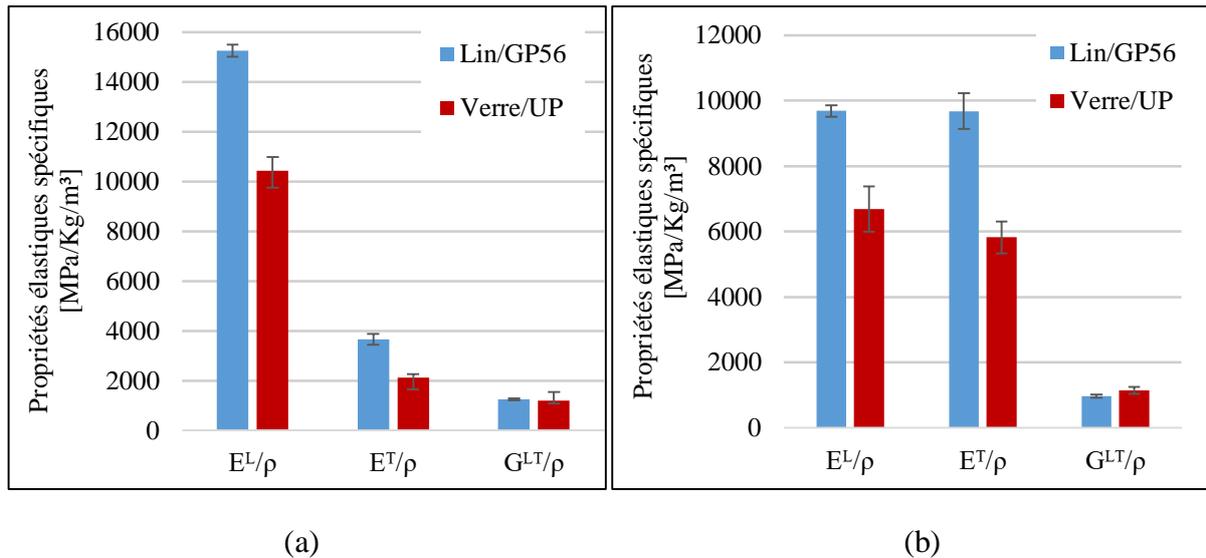


Figure III.7. Propriétés élastiques spécifiques rapportées à un taux volumique des fibres 29% : (a) des stratifiés unidirectionnels lin/GP56 et verre/UP et (b) des stratifiés croisés lin/GP56 et verre/UP.

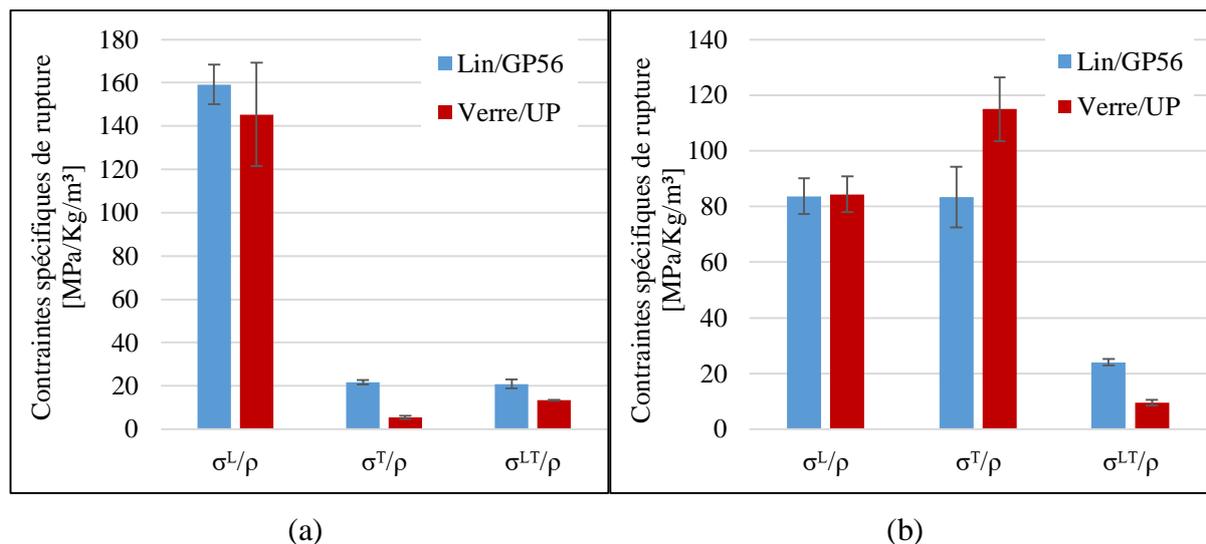


Figure III.8. Propriétés spécifiques de rupture rapportées à un taux volumique des fibres 29% : (a) des stratifiés unidirectionnels lin/GP56 et verre/UP et (b) des stratifiés croisés lin/GP56 et verre/UP.

Les résultats ont montré que, pour les configurations unidirectionnelle et croisée, les stratifiés lin/GP56 présentent toujours des modules d'élasticité et des contraintes à rupture spécifiques supérieurs à ceux des stratifiés verre/UP. En revanche, le module de cisaillement spécifique est presque pareil pour les deux matériaux. Ces résultats prouvent l'intérêt des matériaux sélectionnés pour la fabrication de peaux en matériau composites dans l'amélioration de la rigidité spécifique des structures sandwiches à développer dans la suite de ce travail.

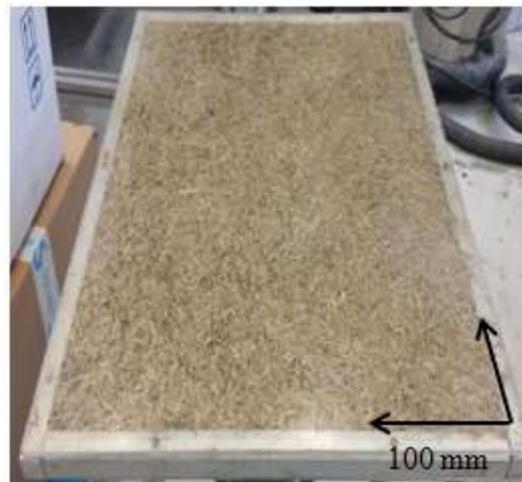
### **III.2. Ame en panneaux agglomérés d'anas de lin**

#### **III.2.1. Procédés de mise en œuvre des panneaux agglomérés**

Le moulage manuel et le moulage par thermocompression ont été testés pour la mise en œuvre des panneaux agglomérés à base d'anas de lin et de résine SR GreenPoxy 56 pour répondre aux critères fonctionnels, économiques et environnementaux d'une âme. La densité cible des panneaux est choisie égale à 500 kg/m<sup>3</sup>. Pour cela, les fractions massiques d'anas de lin et de la résine ont été variées par rapport à la masse totale du panneau dans le but d'optimiser la consolidation des particules. Les anas de lin ont été utilisés à leur état brut, sans aucun traitement afin de qualifier leur potentiel en tant que matière première. Une étape de tamisage des anas de lin est néanmoins réalisée avant chaque procédé afin d'éliminer les racines et les minéraux. Une attention particulière est portée dans cette étape, car tout corps étranger non-éliminé créera des zones de défauts dans les panneaux élaborés. Les anas de lin retenus lors du tamisage dans le tamis de diamètre de trous égal à 1 mm sont utilisés.

##### **- Moulage manuel**

Ce procédé consiste à mélanger et à remplir manuellement un moule avec les constituants de l'âme. La fermeture du moule par des vis procure un certain compactage des particules. Le démoulage de la plaque de dimensions 450\*350\*15 mm<sup>3</sup> est effectué après 48 heures. La Figure III. 9 illustre le procédé et présente la vue de face d'un panneau élaboré. L'analyse de la Figure III. 9.b montre l'hétérogénéité de dispersion de la résine et la présence des zones vides. Le taux massique optimal de la résine qui a conduit à une bonne consolidation des particules est 50% (w/w). Une telle fraction est élevée et ne répond pas aux enjeux économiques et environnementaux.



(a)



(b)

Figure III. 9. (a) Procédé de moulage manuel et (b) vue de face d'un panneau élaboré par moulage manuel.

- Moulage par thermocompression

Ce procédé consiste à mélanger les anas de lin avec la résine catalysée et à remplir un moule de surface 30\*30 cm<sup>2</sup>. Ensuite, le moule est mis dans une thermopresse Scamex, chauffée à 90°C. Une pression de 50 bars est exercée sur le moule afin de le fermer sur des cales positionnées entre les parties supérieure et inférieure afin d'obtenir une épaisseur de 10mm. La pression et la température sont maintenues pendant 10 minutes. Au-delà de cette période, le moule est sorti de la presse. Une fois le moule refroidi, le panneau est démoulé.

Deux tailles d'anas de lin ont été utilisées séparément avec ce procédé : à grande taille tels que reçus (dénommées par la suite « anas longs AL ») et broyés de longueur égale à 2mm

(« anas courts AC»). La Figure III.10 illustre le procédé du moulage par thermocompression et présente l'état de surface des panneaux élaborés.



(a)



(b)

(c)

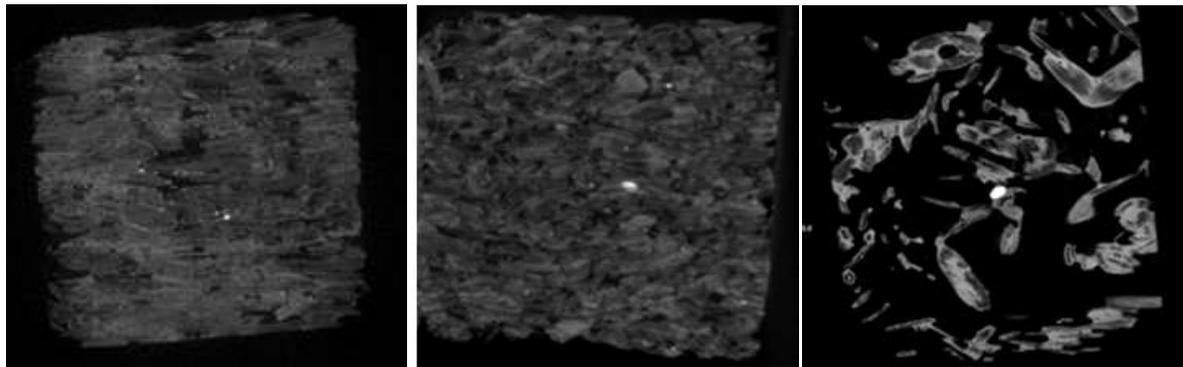
Figure III.10. (a) Moule de thermocompression, (b) panneau avec anas longs et (c) panneau avec anas courts de surface 300\*300 mm<sup>2</sup>.

Le moulage par thermocompression est le procédé industriel le plus utilisé pour la fabrication des panneaux de particules. A l'échelle commerciale, une quantité de liant généralement comprise entre 5 et 15% de la masse totale est utilisée [130]. Dans ce travail, la fraction massique optimale trouvée de la résine pour la fabrication des panneaux est 20% (w/w).

#### - Discussion

Des observations par micro-tomographie à rayons X ont été effectuées sur des échantillons de dimensions 10\*10\*10 mm<sup>3</sup> et des brins d'anas prélevés des panneaux élaborés par les deux procédés, afin d'analyser la distribution des anas de lin et la répartition de la résine. Les Figure III.11.a et b montrent l'organisation structurelle des panneaux élaborés par thermocompression avec une bonne compacité et quelques zones vides. Le traitement de ces

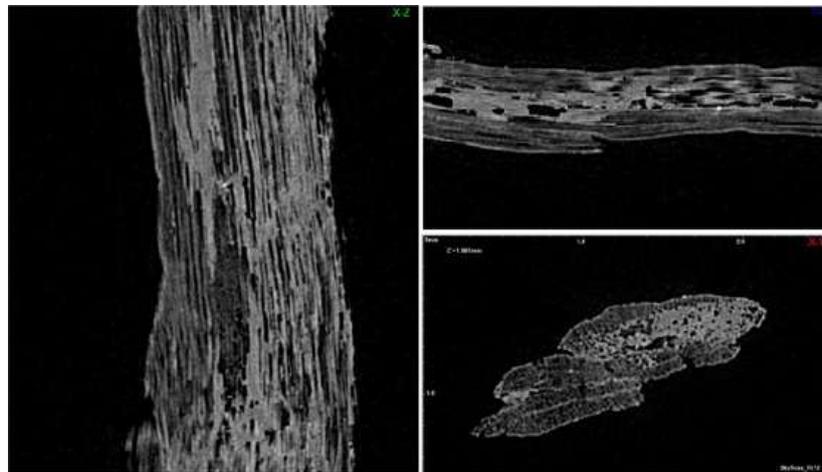
images par le logiciel Image J a donné une porosité entre les anas de lin de  $10,1 \pm 5,3\%$  pour les panneaux en anas longs de lin et  $7,9 \pm 3,8\%$  pour les panneaux en anas courts. La Figure III.11.c montre une structure très ouverte avec une grande porosité. Pour les brins d'anas prélevés des panneaux élaborés par moulages manuel et thermocompression, la présence de résine est observée dans plusieurs canaux à l'intérieur des anas (zones claires sur les Figure III.11.d et e). Eu égard à ces observations et aux fractions massiques de résine utilisées, le procédé de moulage par thermocompression semble le plus approprié pour la fabrication des panneaux agglomérés.



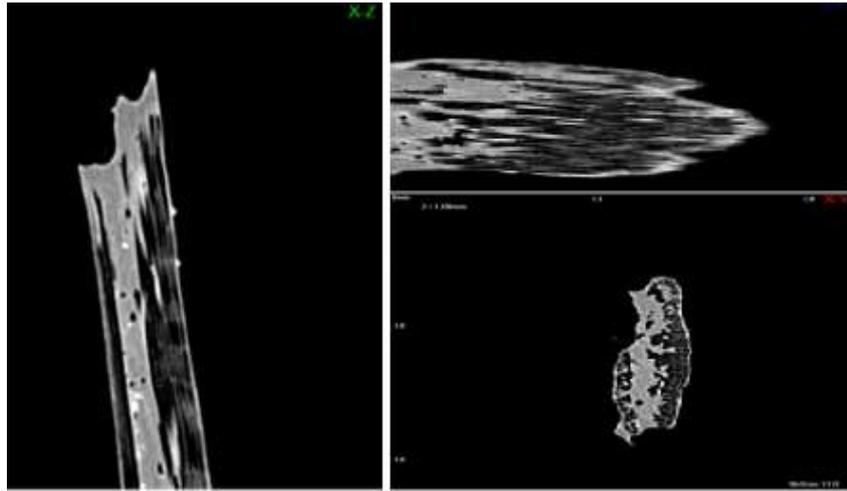
(a)

(b)

(c)



(d)



(e)

Figure III.11. Images de micro-tomographie à rayons X : (a) d'un échantillon de panneau en anas longs élaboré par moulage par thermocompression (résolution  $10\mu\text{m}$ ), (b) d'un échantillon de panneau en anas courts élaboré par moulage par thermocompression (résolution  $10\mu\text{m}$ ), (c) d'un échantillon de panneau élaboré par moulage manuel (résolution  $10\mu\text{m}$ ), (d) d'un brin prélevé d'un panneau élaboré par thermocompression (résolution  $2,5\mu\text{m}$ ) et (e) d'un brin prélevé de panneau élaboré par moulage (résolution  $2,5\mu\text{m}$ ).

### III.2.2. Caractérisation des panneaux agglomérés

Une campagne d'essais mécaniques de compression, de flexion 3-points et de traction perpendiculaire ainsi que des essais thermiques et hydriques ont été réalisés sur les panneaux. Tous les panneaux ont été découpés à l'aide d'une scie à ruban. Pour chaque type d'essai, au moins cinq échantillons ont été testés afin de vérifier la reproductibilité des résultats. Tous les essais ont été réalisés sur des panneaux fabriqués depuis plus d'une semaine, dans des conditions de température et d'humidité normales.

#### III.2.2.a. Comportement en compression

Des essais de compression ont été réalisés sur des blocs de dimensions  $50*50\text{ mm}^2$ , découpés de panneaux élaborés avec les deux procédés. Le protocole expérimental suivi est identique à celui expliqué au paragraphe II.2.3.e pour la compression des anas seuls en vrac.

Les courbes contrainte-déformation obtenues pour les différents panneaux sont présentées en Figure III.12.

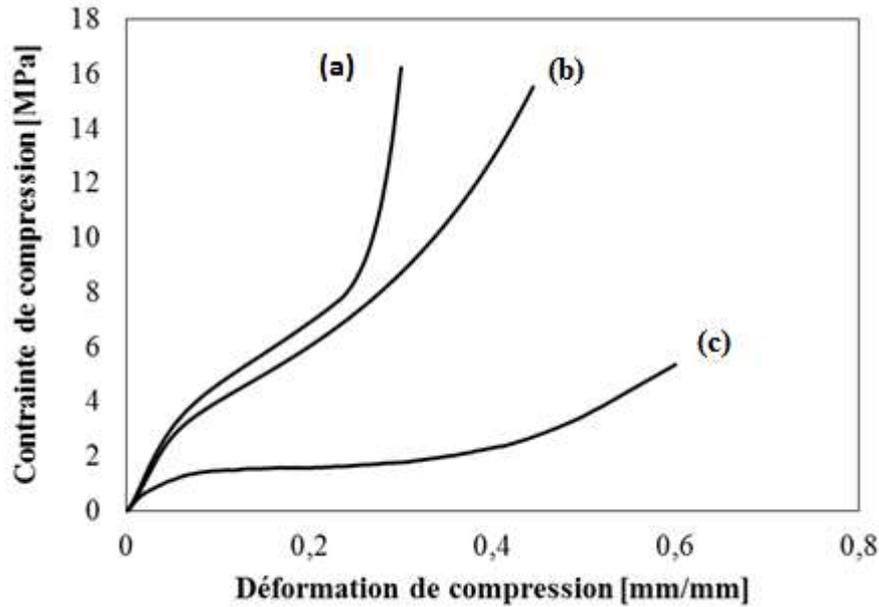


Figure III.12. Comportement en compression : (a) des panneaux avec des anas courts élaborés par thermocompression, (b) des panneaux avec des anas longs élaborés par thermocompression et (c) des panneaux avec des anas longs élaborés par moulage manuel.

L'analyse des trois courbes de la Figure III.12 met en évidence trois zones différentes :

- i. Une zone de comportement élastique linéaire plus prononcée pour (a) et (b), dont la pente diminue progressivement en se rapprochant d'une valeur seuil ( $\approx 4$ MPa) correspondante à la contrainte à la rupture. Le module de compression de chaque panneau est déterminé à travers la pente de cette zone élastique.
- ii. Au-delà de la contrainte seuil, les courbes (a) et (b) évoluent quasi linéairement jusqu'à une valeur de contrainte relativement identique ( $\approx 8$ MPa). Toutefois, la courbe (c) présente une stabilisation de contrainte pendant un certain intervalle de déformation, dont la valeur moyenne est identifiée comme étant une contrainte-plateau.  
Durant les deux stades i et ii, les échantillons testés s'écrasent progressivement, ce qui fait diminuer la porosité entre les particules et augmenter ainsi la densité.
- iii. Une élévation exponentielle de la contrainte, suivie d'un ultime domaine linéaire jusqu'à rupture. Ce comportement traduit une rigidification des échantillons, connue dans le cas des mousses comme la densification.

Les résultats des modules de compression et des contraintes correspondantes à 10% de déformation sont présentés dans le Tableau III.2.

	Moulage par thermocompression		Moulage manuel
	Anas courts	Anas longs	Anas longs
$E_{comp}$ [MPa]	68,9 ± 1,9	58,3 ± 4,4	44,0 ± 7,6
$\sigma_{10}$ [MPa]	4,4 ± 0,2	3,6 ± 0,3	2,8 ± 0,9

Tableau III.2. Module de compression et contrainte à 10% de déformation des différents panneaux.

Une certaine similitude apparaît au niveau de l'allure des courbes entre les panneaux élaborés par thermocompression (courbes (a) et (b)). Les panneaux à base des anas courts possèdent des propriétés en compression légèrement plus importantes que celles des panneaux à base d'anas longs. La courbe (c) présente un comportement plutôt similaire à celui des mousses [131] avec des propriétés en compression plus faibles que celles des panneaux élaborés par thermocompression. De plus, les panneaux élaborés par moulage manuel présentent des écarts-types de propriétés en compression plus élevés. Ceci indique la faible reproductibilité de ce procédé d'élaboration.

Le taux massique de résine utilisé, les observations par micro-tomographie à rayons X et les écarts-types importants de propriétés en compression incitent à écarter les panneaux élaborés par moulage manuel. Par conséquent, seuls les panneaux élaborés par thermocompression sont retenus pour l'élaboration des structures sandwichs. Le procédé de moulage manuel nécessite plus de développements.

### III.2.2.b. Comportement en flexion 3-points

Des essais de flexion 3-points ont été réalisés sur des panneaux élaborés par thermocompression selon la norme NF EN 310<sup>8</sup>. Ces essais ont permis de déterminer le module d'élasticité en flexion (MOE) et la résistance en flexion (MOR) des panneaux. Le dispositif expérimental utilisé est présenté en Figure III.13.

<sup>8</sup> NF EN 310 : Panneaux à base de bois- Détermination du module d'élasticité en flexion et de la résistance à la flexion.



Figure III.13. Dispositif expérimental de flexion 3-points.

### III.2.2.c. Comportement en traction perpendiculaire

Des essais de traction perpendiculaire ont été réalisés sur des échantillons de panneaux élaborés par thermocompression selon la norme NF EN 319<sup>9</sup>. Les échantillons de dimensions 50\*50\*10 mm<sup>3</sup> sont collés sur des porte-échantillons avec une colle époxyde SR7100/SD7105 fournie par Sicomin. Une attention particulière a été portée à l'épaisseur de la colle pour qu'elle ne dépasse pas 0,5mm. Ces essais de résistance à la traction perpendiculaire aux faces des panneaux ont permis d'estimer la cohésion interne  $I_b$  entre les anas de lin. Le dispositif expérimental utilisé est présenté en Figure III.14.

---

<sup>9</sup> NF EN 319 : Panneaux de particules et panneaux de fibres-Détermination de la résistance à la traction perpendiculaire aux faces du panneau.



Figure III.14. Dispositif expérimental de traction perpendiculaire.

#### III.2.2.d. Conductivité thermique

Des mesures de la conductivité thermique  $\lambda$  (W/m.K) des panneaux élaborés par thermocompression ont été réalisées sur un calorimètre HFM 436 Lambda (NETZCH). Un panneau de dimensions 300\*300\*20 mm<sup>2</sup> est posé entre la plaque supérieure (chaude) et la plaque inférieure (froide) du calorimètre, où la chaleur circule du plateau chaud vers le plateau froid. Le gradient de température ( $\Delta T$ ), qui correspond à la différence entre les deux plateaux, était de 20°C.

#### III.2.2.e. Comportement hydrique

Des mesures de gain de masse (M) et de gonflement (G) des panneaux après immersion dans l'eau pendant 24 heures à température ambiante ont été effectuées dans le but d'évaluer la stabilité dimensionnelle des panneaux thermocompressés dans l'eau. Les échantillons utilisés sont de dimensions 50\*50\*10 mm<sup>3</sup>. Avant immersion, l'épaisseur au centre et la masse de chaque échantillon ont été mesurées.

#### III.2.2.f. Résultats et discussion

Tous les résultats trouvés sont présentés dans le Tableau III.3, accompagnés des valeurs exigées par la norme NF EN 15197-Type FB2.

	Panneaux avec anas longs	Panneaux avec anas courts	Minima pour la norme NF EN 15197 (FB2)
Module de compression $E_{comp}$ [MPa]	$58,3 \pm 4,4$	$68,9 \pm 1,9$	-
Contrainte de compression à 10% de déformation $\sigma_{10}$ [MPa]	$3,6 \pm 0,3$	$4,4 \pm 0,2$	-
Module d'élasticité en flexion MOE[MPa]	$1517 \pm 225$	$1119 \pm 191,6$	1500
Résistance en flexion MOR [MPa]	$8,4 \pm 1,2$	$6,1 \pm 1,0$	9
Cohésion interne $I_b$ [MPa]	$0,4 \pm 0,03$	$0,43 \pm 0,02$	0,23
Conductivité thermique $\lambda$ [W/m.K]	$0,074 \pm 0,002$	$0,087 \pm 0,002$	-
Gain de masse M [%]	$133,5 \pm 11$	$48,8 \pm 4,5$	-
Gonflement G [%]	$27 \pm 2,8$	$6,1 \pm 0,6$	-

Tableau III.3. Propriétés des panneaux agglomérés par thermocompression et valeurs exigées par la norme NF EN 15197-Type FB2.

La morphologie des particules, i.e. leur forme et leur longueur, est un élément-clé dans l'amélioration des propriétés mécaniques, thermiques et physiques des panneaux de particules [132]. Pour les mêmes constituants, densité et paramètres de procédé de mise en œuvre des panneaux, l'analyse des différents résultats met en évidence l'influence de la taille des anas de lin. Les panneaux avec anas longs possèdent un module et une résistance en flexion supérieurs à ceux des panneaux à anas courts. Badejo et al. [133], Evans et al. [134] et

Wieland [135] ont montré que les propriétés des panneaux de particules, notamment la rigidité, la résistance en flexion, la cohésion interne et le gonflement en épaisseur sont fortement corrélés à la morphologie des particules. Ils ont conclu que, plus l'élancement, défini comme étant le rapport entre la longueur et la largeur des particules, est élevé, plus le rôle de renfort en flexion des panneaux est important. Heebink et al. [136] ont montré la forte dépendance du module en flexion MOE des panneaux à la longueur des particules. Ils ont constaté que les panneaux avec des particules plus longues possèdent des valeurs de MOE nettement plus élevées.

Toutefois, les panneaux avec des anas courts excellent en compression, résistance à la traction perpendiculaire, conductivité thermique, absorption d'eau et gonflement en épaisseur. En raison de la forme allongée des anas longs, des difficultés apparaissent lors du mélange avec l'adhésif, conduisant à un revêtement incomplet de la résine sur les particules. Plus la longueur des anas est faible, plus la distribution de la résine est uniforme et plus le taux d'enrobage des particules est élevé. En plus, l'opération de broyage des anas de lin contribue à la réduction des effets des inclusions restées après le tamisage sur la cohésion interne des anas. Miyamoto et al. [137] ont montré que les petites longueurs favorisent une orientation dans le plan des particules. Tous ces facteurs donnent une structure de panneau plus compacte et moins rugueuse, où les zones vides, l'hétérogénéité et les irrégularités sont réduites. Par conséquent, la cohésion interne, les propriétés en compression, la conductivité thermique, l'absorption d'eau et le gonflement en épaisseur des panneaux sont améliorées.

La comparaison des propriétés mécaniques des panneaux élaborés dans cette étude aux valeurs préconisées par la norme EN NF 15197 pour les panneaux de lin pour usage non-travaillant utilisés en milieu sec (Type FB2), montre que les panneaux avec anas longs répondent mieux en termes de propriétés en flexion aux exigences de la norme. L'amélioration des propriétés de ces panneaux tout en gardant les mêmes conditions d'élaboration est possible par recours au traitement des anas de lin. Evon et al. [138] ont montré l'effet d'un traitement thermomécanique des anas de lin sur l'amélioration des propriétés mécaniques de ses panneaux. Stevulova et al. [139] ont montré l'influence du traitement chimique par EDTA, NaOH et  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  des anas de chanvre sur l'amélioration de l'interface entre ces particules et le liant et donc les propriétés thermiques et physiques des panneaux. Plusieurs autres types de traitements des particules ont été étudiés tels que le revêtement des particules par des substances hydrophobes [140][141] et le traitement par

plasma [142] qui ont montré leur efficacité dans l'amélioration des propriétés des panneaux agglomérés.

### **III.3. Conclusion**

Des essais de traction ont été réalisés sur des peaux en matériaux composite lin/GP56, élaborés par le procédé d'infusion avec différentes séquences d'empilement. Les résultats ont mis en évidence les performances spécifiques du composite lin/GP56 par rapport à ceux d'un matériau composite modèle en verre/UP, typiquement utilisé dans des applications structurales. Ces résultats ont aussi montré un comportement en traction des matériaux composites lin/GP56 similaire à ceux trouvés dans la littérature pour chaque type de configuration, ainsi qu'une bonne superposition des courbes au niveau de la partie élastique dans chaque type d'essai. La bonne reproductibilité du procédé de fabrication des matériaux composites lin/GP56 adopté dans ce travail est ainsi démontrée.

Pour la fabrication de panneaux agglomérés anas/GP56, le procédé de moulage par thermocompression a montré sa pertinence par rapport au procédé de moulage manuel, en termes de reproductibilité, légèreté et fonctionnalité. Les observations microscopiques par microscopie électronique à balayage et micro-tomographie à rayons X ont confirmé la pertinence de ce procédé pour l'élaboration des panneaux anas/GP56, qui serviront comme âmes des structures sandwiches.

Les résultats de caractérisation ont mis en évidence l'effet de la taille des anas de lin sur les propriétés mécaniques, thermiques et physiques des panneaux élaborés par thermocompression. La recherche de bonnes propriétés en flexion et en isolation thermique des panneaux exige l'utilisation des anas de lin les plus longs. Néanmoins, l'utilisation des anas de lin plus courts favorise l'homogénéité de la densité des panneaux et la réduction de la porosité et de la rugosité de surface. Par conséquent, la stabilité dimensionnelle, l'adhésion interne et la résistance en compression des panneaux à anas de lin courts sont améliorés.



*Chapitre IV. Relations entre procédés de mise  
en œuvre et comportement en statique des  
structures sandwiches*

Considérant les résultats du troisième chapitre, les stratifiés croisés en lin/GP56 et les panneaux agglomérés par le procédé de moulage par thermocompression sont assemblés dans ce chapitre pour donner des structures sandwiches biosourcées. Trois procédés de mise en œuvre des structures sandwiches à base de lin sont testés afin de trouver la méthode la plus efficace en termes d'adhésion entre peaux et âme, rigidité et légèreté. Le premier procédé consiste en l'Infusion (I), le deuxième, le moulage par ThermoCompression (TC) et le dernier, le Moulage sous bâche à Vide (MV). L'objectif principal après l'élaboration des structures est d'étudier expérimentalement leur comportement en flexion 3-points quasi-statique afin d'évaluer leur potentiel en tant que structures fortement bio-sourcées et économiquement viables. Une structure sandwich référence composée de peaux en fibres de verre et résine polyester (UP) et d'une âme en nid d'abeilles (Nidaplast 8RI), typiquement utilisée en transport (parois et planchers des camions) est utilisée pour la comparaison. Le matériau référence est élaboré par le procédé d'infusion one-shot. Avant de procéder à la caractérisation des structures sandwiches par flexion 3-points, une analyse de l'interface peaux/âme est effectuée. Pour une comparaison correcte, le même rapport entre la distance entre appuis et l'épaisseur totale de la structure sandwich ( $l/e_t$ ) est respecté pour les différentes structures sandwiches. La caractérisation des différentes structures est complétée par une analyse du mode de rupture.

#### **IV.1. Procédés de mise en œuvre des structures sandwiches en lin**

Comme évoqué dans le premier chapitre, il existe des techniques standards et d'autres spécifiques pour la mise en œuvre des structures sandwiches. A l'échelle du laboratoire, le choix de la méthode appropriée dépend essentiellement de la nature des constituants et de la forme de la structure sandwich. Dans ce travail, trois techniques d'élaboration de structures sandwiches planes en lin ont été testées pour trouver la méthode optimale en termes d'adhésion entre les peaux et l'âme, légèreté et rigidité. Les trois techniques sont l'infusion (I), les moulages par thermocompression (TC) et sous bâche à vide (MV).

Pour la thermocompression et le moulage sous bâche à vide, des films adhésifs d'époxy SA 70 (Gurit) de grammage égal à 250 g/m<sup>2</sup> ont été utilisés pour le collage des peaux et des âmes. L'intérêt d'utilisation de ce film est de garantir une dispersion homogène de la résine après chauffage sur toute la surface de l'âme. La viscosité élevée de la résine chauffée à la température préconisée (100°C) empêche également son écoulement dans les pores de l'âme.

Quelle que soit la technique d'élaboration utilisée, les peaux sont constituées de plis croisés [0/90]<sub>s</sub> de tissus unidirectionnels de lin. Le choix est porté dans ce travail sur cette séquence d'empilement en se basant sur des données de la littérature qui montrent que cette configuration offre une forte résistance à la flexion en statique et dynamique [10][143][144]. Hani et al. ont montré que ce croisement des plis facilite la propagation de l'énergie absorbée, ce qui permet de limiter la zone d'endommagement [145].

##### **IV.1.1. Infusion**

L'infusion des structures sandwiches est similaire à celle des stratifiés en termes de superposition des plis et la mise sous vide de l'ensemble pour permettre l'aspiration de la résine à travers le moule. Une différence majeure réside dans l'insertion de l'âme entre les plis de lin afin d'assurer son assemblage aux peaux lors de l'infusion. Deux manières différentes d'insertion de l'âme ont été testées : la première consiste à mettre des anas de lin en vrac entre les plis constituant les peaux inférieure et supérieure dans un cadre en bois pour les maintenir sur les bords et assurer une épaisseur définie à la structure sandwich ; la deuxième consiste à mettre un panneau à base des anas de lin 80% (w/w) élaboré au préalable par thermocompression. Une différence secondaire entre infusion des stratifiés et des structures sandwiches réside dans l'ajout d'un tissu drainant et d'un tissu d'arrachage sous les plis de la peau inférieure afin de garantir une bonne imprégnation des plis vue l'importante épaisseur de la structure sandwich.

L'utilisation des anas de lin en vrac a donné des structures sandwichs très lourdes et d'épaisseur hétérogène (Figure IV.1.a). Par conséquent, cette méthode a été écartée et nécessiterait plus de développement. L'utilisation de panneaux thermocompressés pour l'âme a donné une structure sandwich d'épaisseur homogène dont les peaux sont bien collées à l'âme (Figure IV.2.a).

Ce procédé d'infusion a été aussi utilisé pour l'élaboration de structures sandwichs à âme en nid d'abeilles (Nidaplast 8RI) et peaux en polyester/fibres de verre, considérée comme matériau de référence (Figure IV.1.b et Figure IV.2.b). L'âme Nidaplast 8 RI est conçue spécifiquement pour l'infusion. Cette structure sandwich est typiquement utilisée dans le domaine de transport (murs et planchers de camions).

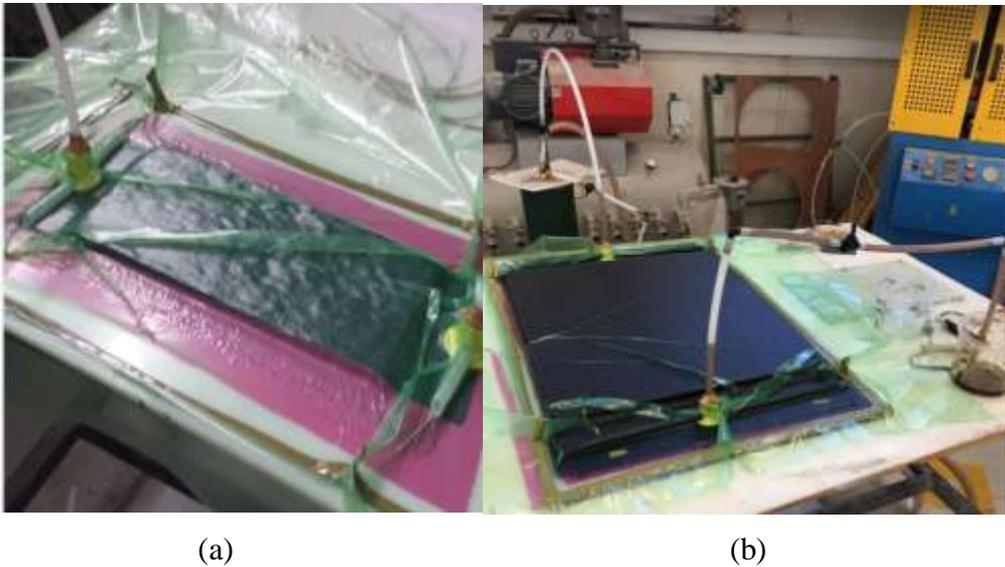


Figure IV.1. Procédé d'infusion de : (a) structure sandwich avec âme en anas de lin en vrac et (b) structure sandwich de référence.

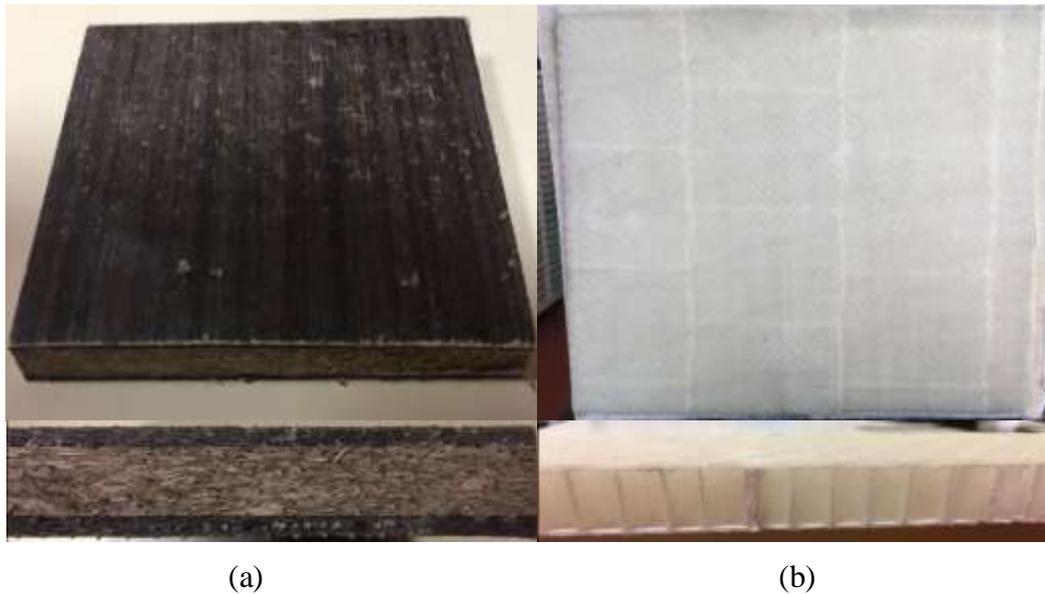


Figure IV.2.(a) Structure sandwich élaborée par infusion avec âme préalablement fabriquée par thermocompression. (b) Structure sandwich de référence verre/polyester/Nidaplast 8 RI.

#### IV.1.2. Moulage par thermocompression

Les deux peaux durcies sont couvertes sur une seule face par deux films adhésifs d'époxy SA 70 (250 g/m<sup>2</sup> - Gurit) et posées sur les deux faces d'un panneau élaboré par thermocompression (Figure IV.3). La superposition de deux films permet de renforcer davantage l'interface. L'ensemble est ensuite placé entre les deux plaques d'une presse Techmaflex. Une faible pression assurant juste le contact entre les différents constituants est appliquée pendant 2 heures à 100°C. Ces valeurs sont celles recommandées dans la fiche technique du film SA 70.

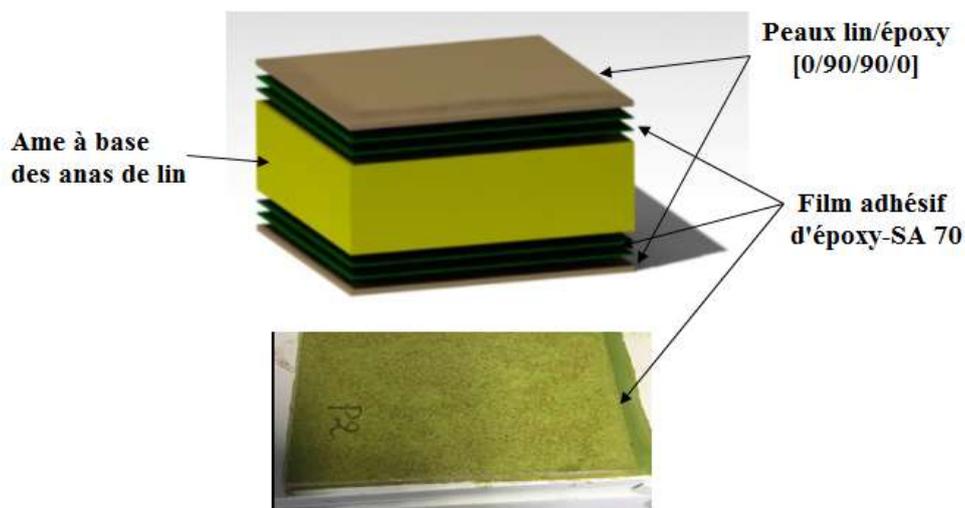


Figure IV.3. Séquence d'empilement des différents constituants d'une structure sandwich élaborée par thermocompression.

#### IV.1.3. Moulage sous vide

La séquence d'empilement est identique à celle du procédé de thermocompression. Tous les constituants sont placés sur une plaque. Puis, l'ensemble est recouvert d'une bâche imperméable et mise sous vide. La dépression à l'intérieur du moule est d'environ 0,9 bar par rapport à la pression ambiante. Enfin, le moule est placé dans une étuve pour durcir le film adhésif à 100°C pendant 2 heures. La Figure IV.4 présente le dispositif de moulage sous vide.

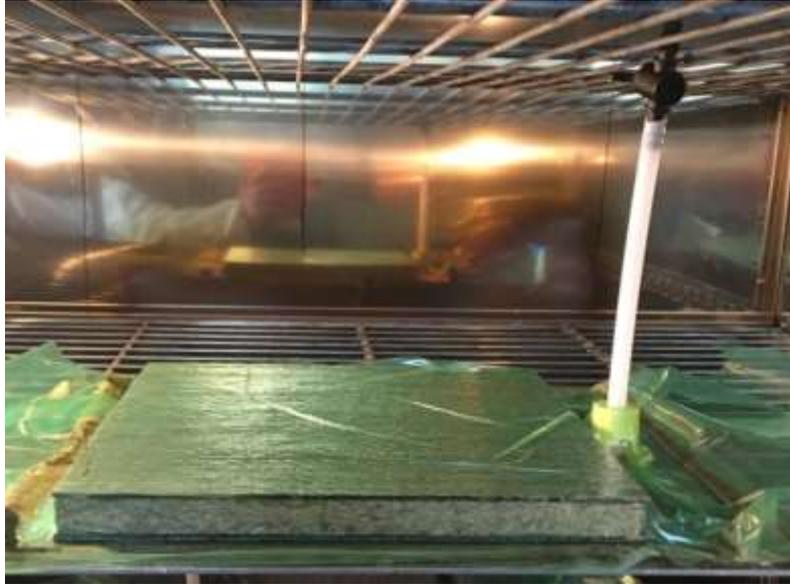
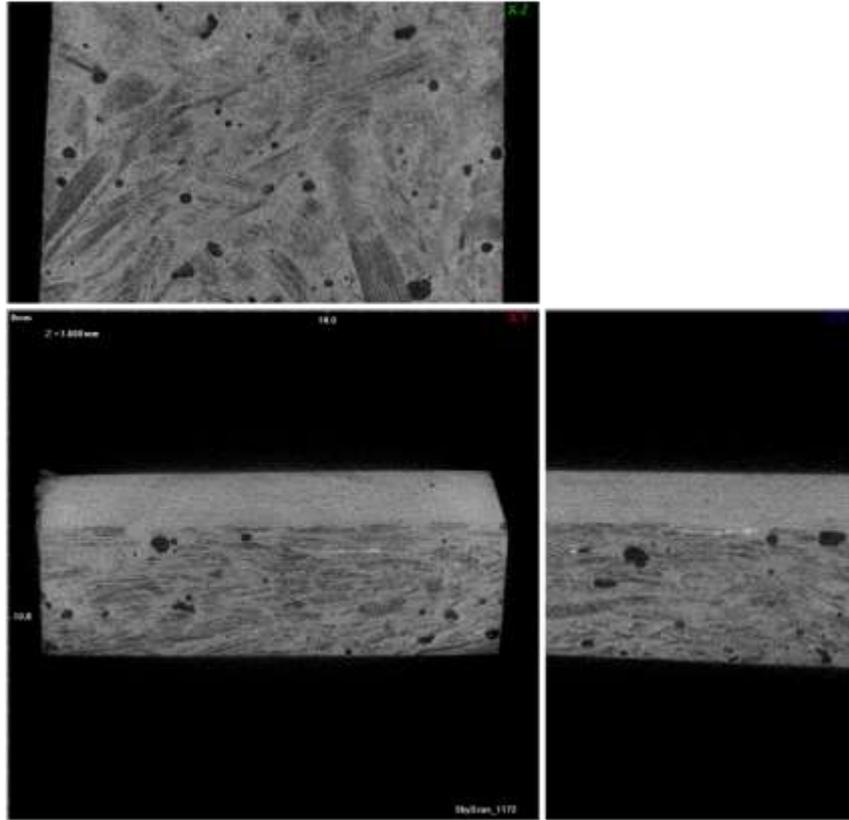


Figure IV.4. Procédé de moulage sous vide d'une structure sandwich.

#### IV.1.4. Santé-matière des structures sandwiches

Pour inspecter et mettre en évidence d'éventuels défauts des structures sandwiches selon chaque procédé de mise en œuvre et selon la taille des anas de lin, des observations microscopiques ont été réalisées par microscopie optique et par micro-tomographie à rayons X.

Les acquisitions par micro-tomographie à rayons X ont révélé que les pores entre les anas de lin dans les panneaux sandwichs élaborés par infusion sont quasiment remplis de résine (Figure IV.5). Le traitement de ces images par le logiciel Image J a donné une moyenne du taux de pores entre les anas de lin égale à 3,3 %, d'où une élévation significative de la masse totale de la structure sandwich. Ces acquisitions ont mis en évidence une interface pleine entre les peaux et l'âme en panneau aggloméré.



*Figure IV.5. Différents plans de coupes de micro-tomographie à rayons X d'un échantillon de structure sandwich élaborée par infusion.*

Pour les structures sandwichs élaborées par moulage sous vide, les observations par microscopie optique ont montré une faible adhésion entre la peau et l'âme à quelques endroits. Ceci a été remarqué sur tous les panneaux indépendamment de la taille des anas (Figure IV.6). Les échantillons de panneaux présentant une faible interface sur une large surface ont été retirés des essais mécaniques.

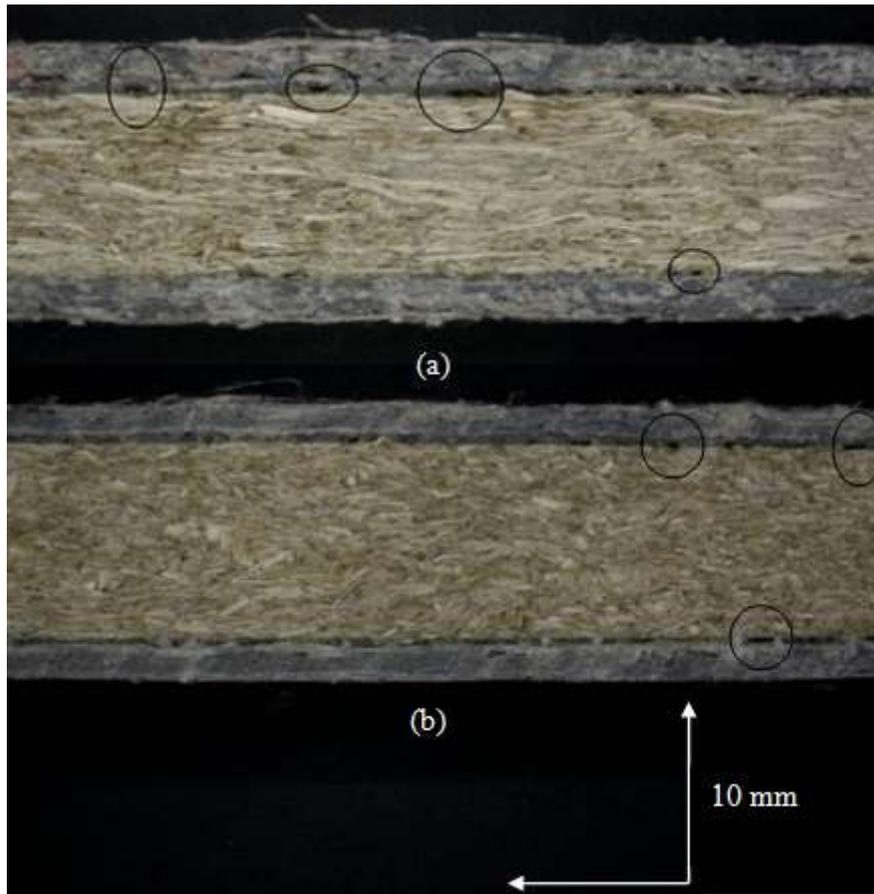


Figure IV.6. Qualité de l'interface entre peaux et âme de structures sandwichs élaborées par moulage sous vide pour les âmes avec : (a) des anas longs et (b) des anas courts.

Les observations par microscopie optique réalisées sur les structures sandwichs élaborées par thermocompression montrent l'efficacité de ce procédé dans l'amélioration de la qualité de l'interface peaux/âme quelle que soit la taille des anas de lin (Figure IV.7). Grâce à la légère pression exercée par les plateaux de la presse, l'adhésion entre les différents constituants de la structure sandwich est visuellement améliorée.

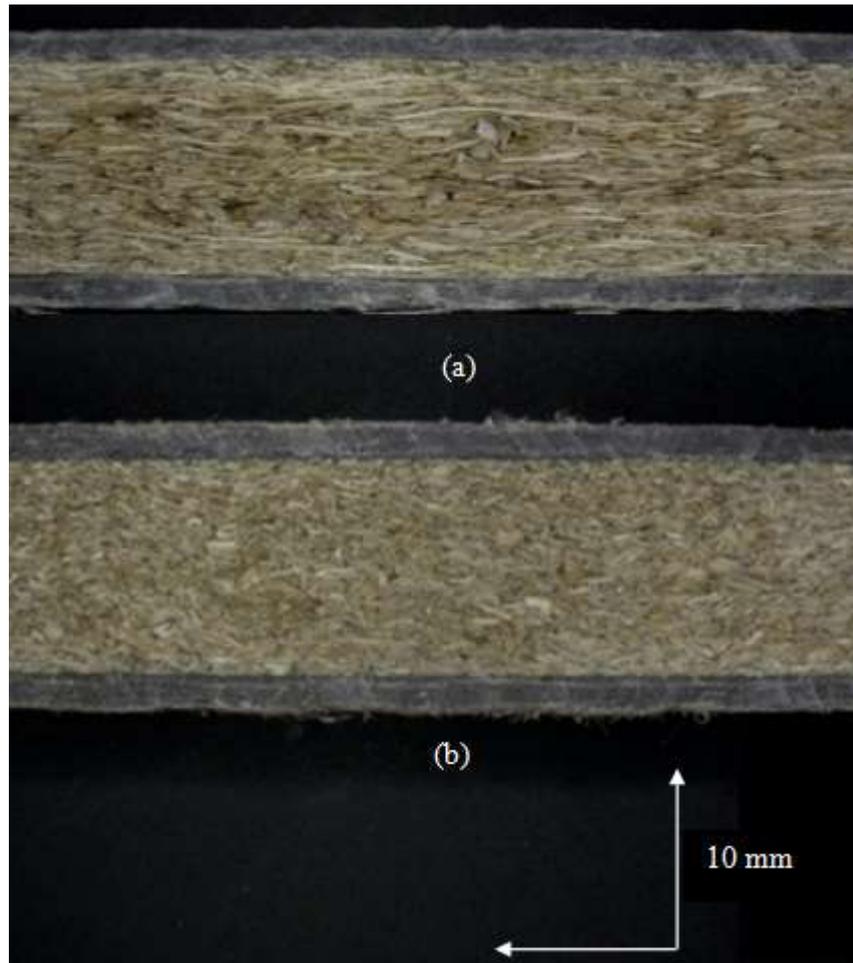


Figure IV.7. Qualité de l'interface peaux/âme de structures sandwiches élaborées par thermocompression pour les âmes avec : (a) des anas longs et (b) des anas courts.

#### IV.2. Résistance de l'interface entre peaux et âme mesurée par traction perpendiculaire

La résistance de l'interface entre les peaux et l'âme est un élément-clé dans la détermination des propriétés mécaniques des structures sandwiches de par son rôle de transfert de charge entre les peaux et l'âme. Dans la littérature, plusieurs essais mécaniques permettent la caractérisation de l'interface parmi lesquels l'essai de pelage au tambour grim pant, les essais d'arrachement et la traction perpendiculaire.

Les observations par microscope optique réalisées sur les différentes structures sandwiches ont permis de donner une idée approximative de la qualité de l'interface peaux/âme. Pour quantifier la résistance de l'interface, des essais de traction perpendiculaire ont été effectués.

#### IV.2.1. Protocole expérimental

Des essais de traction perpendiculaire ont été réalisés sur des échantillons de structure sandwich préalablement découpés par une scie à ruban, selon la norme ASTM C297<sup>10</sup>. Une attention particulière au moment de la découpe des échantillons est portée afin d'éviter la génération de défauts au niveau de l'interface entre peaux/âme. Les échantillons ont une surface de 50\*50 mm<sup>2</sup>. Pour toutes les structures sandwiches élaborées par thermocompression et moulage sous vide, deux tailles d'anas ont été utilisées séparément pour fabriquer l'âme: anas longs et anas courts. Le collage des éprouvettes sur les porte-échantillons est effectué avec une colle SR7100/SD7105 (Sicom). La Figure IV.8 illustre le dispositif expérimental utilisé.



*Figure IV.8. Echantillon de structure sandwich dans le dispositif de traction perpendiculaire.*

#### IV.2.2. Résultats et discussion

Les valeurs de la résistance à la traction perpendiculaire mesurées sur les différentes structures sandwiches testées sont présentées dans le Tableau IV.1.

---

<sup>10</sup> ASTM C297/C297M-04: Standard Test Method for Flatwise Tensile Strength of Sandwich Constructions.

	Moulage par thermocompression		Moulage sous vide	
	Panneaux avec anas longs	Panneaux avec anas courts	Panneaux avec anas longs	Panneaux avec anas courts
Cohésion interne $I_b$ [MPa]	$0,22 \pm 0,027$	$0,228 \pm 0,018$	$0,099 \pm 0,02$	$0,165 \pm 0,026$

Tableau IV.1. Résistance à la traction perpendiculaire des différentes structures sandwiches.

Les résultats montrent que les structures sandwiches moulées sous vide présentent une plus faible résistance à la traction perpendiculaire que celle des structures moulées en thermocompression. A procédé de mise en œuvre identique, les panneaux avec des anas courts résistent mieux que ceux avec des anas longs. Cela prouve l'influence de la rugosité de la surface de l'âme sur son adhésion avec le film adhésif d'époxy. Ces résultats expérimentaux sont en bon accord avec les observations microscopiques réalisées sur l'interface peaux/âme.

Toutefois, il est évident à noter que le comportement en traction perpendiculaire des différentes structures sandwiches est la combinaison des comportements de l'âme en anas de lin, du film adhésif d'époxy et des peaux composites. Ainsi, ces résultats présentés doivent être accompagnés par des faciès de rupture des échantillons pour mieux discerner l'endroit critique des structures sandwiches.

Pour les structures sandwiches élaborées par thermocompression, les ruptures observées ont toujours lieu dans l'âme (Figure IV.9).



Figure IV.9. Rupture observée sur une structure sandwich élaborée par thermocompression et sollicitée en traction perpendiculaire.

Cependant, un délaminage entre le film adhésif et l'âme est plutôt constaté dans le cas des structures sandwiches élaborées par le procédé de moulage sous vide (Figure IV.10). Il est évident à mentionner que ce type de rupture est plutôt causé par la mauvaise adhésion entre le film et l'âme, dûe à la pression insuffisante du procédé. Selon la fiche technique du fournisseur, le film adhésif SA70 possède des propriétés mécaniques intéressantes par rapport à celles de l'âme [146].



Figure IV.10. Faciès de rupture d'une structure sandwich élaborée par moulage sous vide.

### IV.3. Comportement des structures sandwiches en flexion 3-points quasi-statique

#### IV.3.1. Formalisme lié à la rigidité équivalente en flexion

Selon Huygens, l'adjonction d'une âme légère et épaisse entre deux peaux composites fait s'accroître la rigidité du stratifié à travers l'augmentation de son moment d'inertie. Par conséquent, la rigidité en flexion de toute la structure est significativement augmentée pour un faible accroissement de masse, d'où l'intérêt des structures sandwiches par rapport aux matériaux monocouches en flexion.

Pour un mono-matériau, le produit du module d'élasticité  $E$  et du moment d'inertie  $I$  permet de déterminer la rigidité en flexion de la poutre. Dans le cas d'une structure sandwich, la rigidité en flexion symbolisée par  $D$ , est la somme des rigidités à la flexion des différentes composantes :

$$(EI)_{eq} = D = \frac{E_p b e_p^3}{6} + \frac{E_a b e_a^3}{12} + \frac{E_p b e_p d^2}{2} \quad \text{IV.1}$$

où :

$E_p$  et  $E_a$  sont respectivement les modules de Young de la peau et de l'âme

$e_p$ ,  $e_a$  et  $e_t$  sont respectivement les épaisseurs de la peau, de l'âme et de la structure sandwich

$b$  est la largeur de la structure sandwich

$d$  est la somme des épaisseurs de l'âme et de la peau ( $d=e_a+e_p$ )

Les deux premiers termes de l'équation représentent les rigidités en flexion des peaux et de l'âme par rapport à leur propre axe neutre, tandis que le troisième présente plutôt la rigidité en flexion des peaux par rapport à l'axe neutre de toute la structure (Figure IV.11).

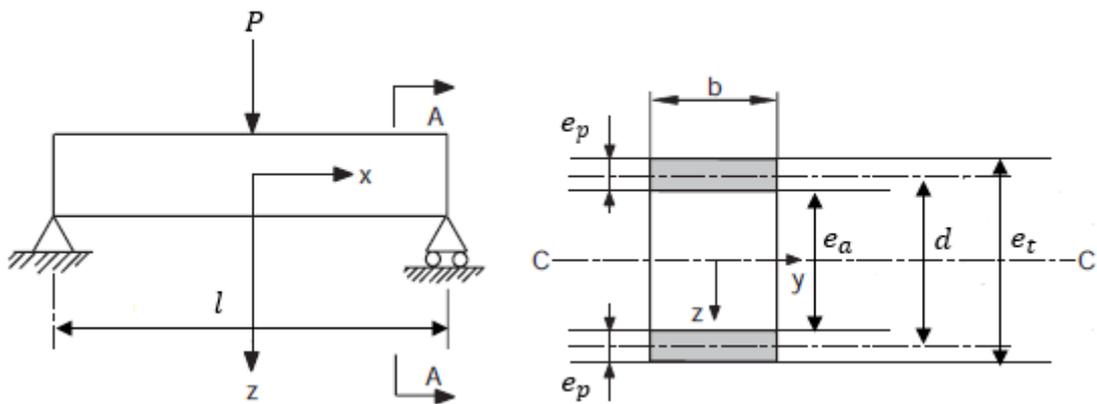


Figure IV.11. Dimensions d'une structure sandwich ;  $l$  est la distance entre appuis, également appelée longueur de portée et  $P$ , la charge appliquée.

Contrairement aux mono-matériaux, la raideur d'une structure sandwich ne dépend pas seulement de la rigidité équivalente en flexion, mais aussi de la rigidité équivalente en cisaillement gouvernée par le module de cisaillement  $G_a$  et de l'épaisseur  $e_a$  de l'âme [42]. La rigidité en cisaillement, symbolisée par  $N$ , est donnée par :

$$(AG)_{eq} = N = \frac{bd^2G_a}{e_a} \quad \text{IV.2}$$

Toutefois en pratique, la conception d'une structure sandwich repose fondamentalement sur des hypothèses simplificatrices inspirées de la théorie des plaques sandwiches [30]. Ces hypothèses s'appuient principalement sur l'utilisation des peaux fines (exprimée par l'équation IV.3 et d'une âme à faible module d'élasticité (équation IV.4) :

$$\frac{d}{e_p} > 5,77 \quad \text{IV.3}$$

$$\frac{E_p}{E_a} \cdot \frac{e_p d^2}{e_a^3} > 16,7 \quad \text{IV.4}$$

La satisfaction de ces hypothèses permet de simplifier l'expression de la rigidité en flexion de la structure sandwich à :

$$(EI)_{eq} = D = \frac{E_p b e_p d^2}{2} \quad \text{IV.5}$$

L'application d'une charge concentrée P sur un panneau sandwich posé sur deux appuis aux extrémités provoque sa flexion. La flèche résultante est la somme d'une composante due à sa rigidité en flexion et d'une composante due à la déformation par cisaillement de l'âme :

$$\delta = \delta_f + \delta_c = \frac{Pl^3}{B_1 D} + \frac{Pl}{B_2 N} \quad \text{IV.6}$$

où  $B_1$  et  $B_2$  sont des constantes dépendantes de la nature de chargement.

Le Tableau IV.2 résume les valeurs des différentes constantes pour plusieurs types de chargement.

Type de chargement	$B_1$	$B_2$	$B_3$	$B_4$
	$\delta_f = \frac{Pl^3}{B_1 D}$	$\delta_c = \frac{Pl}{B_2 N}$	$M = \frac{Pl}{B_3}$	$Q = \frac{P}{B_4}$
	3	1	1	1
	8	2	2	1
	48	4	4	2
	384/5	8	8	2
	192	4	8	2
	384	8	12	2

Tableau IV.2. Valeurs des constantes  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $B_3$  et  $B_4$  selon différents types de chargements.

L'équation IV.6 divisée par la charge concentrée P donne la complaisance de la structure sandwich :

$$\frac{\delta}{P} = \frac{l^3}{B_1 D} + \frac{l}{B_2 N} \quad \text{IV.7}$$

Il est clair que la raideur  $\left(\frac{P}{\delta}\right)$  ou la complaisance dépendent du type de chargement et de la distance entre appuis l. Selon la norme NF T 54-606<sup>11</sup>, la portée l doit varier entre 10 et 20 fois l'épaisseur du panneau. Pour la détermination des propriétés de cisaillement, sa longueur doit être égale à 10 fois l'épaisseur de toute la structure sandwich, tandis que les propriétés en flexion sont déterminées avec des longueurs proches de 20 fois l'épaisseur totale.

Dans la littérature, plusieurs modèles analytiques ont été développés afin de prédire le comportement élastique en flexion des structures sandwichs. Généralement, ils sont basés sur la théorie des plaques sandwichs, dérivée de la théorie des stratifiés avec cisaillement transverse [30][40].

En pratique, deux méthodes permettent la détermination des rigidités équivalentes en flexion D et en cisaillement N. La première méthode a recours à des essais de flexion 3 et 4-points quasi-statiques. Pour chaque type d'essai qui est effectué avec une distance spécifique entre appuis ( $l_1$  en flexion 3-points et  $l_2$  en flexion 4-points), les complaisances du panneau sandwich obtenues en flexion 3-points  $\left(\frac{\delta_1}{P_1}\right)$  et en flexion 4-points  $\left(\frac{\delta_2}{P_2}\right)$  sont respectivement données par :

$$\frac{\delta_1}{P_1} = \frac{l_1^3}{48D} + \frac{l_1}{4N} \quad \text{IV.8}$$

$$\frac{\delta_2}{P_2} = \frac{11l_2^3}{768D} + \frac{l_2}{8N} \quad \text{IV.9}$$

Ces formules forment un système de deux équations à deux inconnues, dont les solutions sont données par :

$$D = \frac{P_1 l_1^3 \left[1 - \left(\frac{11l_2^2}{8l_1^2}\right)\right]}{48\delta_1 \left[1 - \left(\frac{2P_1 l_1 \delta_2}{P_2 l_2 \delta_1}\right)\right]} \quad \text{IV.10}$$

<sup>11</sup> NF T 54-606 : Structures sandwichs à base de Plastiques-Essai de flexion.

$$N = \frac{P_1 l_1 \left[ \left( \frac{8l_1^2}{11l_2^2} \right) - 1 \right]}{4\delta_1 \left[ \left( \frac{16P_1 l_1^3 \delta_2}{11P_2 l_2^3 P_1} \right) - 1 \right]} \quad \text{IV.11}$$

La seconde méthode consiste pour un seul type d'essai, à faire varier la distance entre appuis entre 10 et 20 fois l'épaisseur de la structure sandwich. A titre d'exemple, lors de l'utilisation de la flexion 3-points, le rapport entre la flèche et la charge évolue en fonction de la longueur de portée  $l$  suivant l'équation IV.8. La division de cette équation par  $l$  donne :

$$\frac{\delta}{Pl} = \frac{l^2}{48D} + \frac{1}{4N} \quad \text{IV.12}$$

Cette relation représente l'équation d'une droite affine  $y=a.l^2+b$ , dont la pente et l'ordonnée à l'origine permettent de déduire respectivement  $D$  et  $N$ .

#### IV.3.2. Modes de rupture en flexion 3-points des structures sandwiches

L'intérêt essentiel d'une structure sandwich réside dans sa rigidité spécifique élevée par rapport à une structure monolithique. Les peaux doivent alors présenter de bonnes propriétés à la fois en traction et en compression. Quant à l'interface et l'âme, elles doivent résister au cisaillement. Toutefois, de tels comportements ne sont pas toujours garantis lorsque les structures sandwiches sont soumises en service et à des conditions sévères, où elles finissent par rompre.

Plusieurs modes d'endommagement des différentes structures sandwiches sous chargement ont été identifiés et étudiés dans la littérature. Triantafillou et Gibson ont été les premiers à traiter l'endommagement des structures sandwiches soumises à la flexion 3-points [45]. Ils ont développé des équations décrivant la charge à laquelle la rupture se produit pour chaque mode d'endommagement possible dans une structure sandwich à peaux en aluminium et âme en mousse. Ils ont aussi développé des cartes de modes de rupture, présentant le rapport entre l'épaisseur de la peau et la distance entre appuis en fonction de la densité de l'âme, qui permettent ainsi de donner un aperçu du mode d'endommagement possible d'une structure sandwich selon sa géométrie et son type de chargement. Aujourd'hui, plusieurs cartes de modes de rupture de différentes structures sandwiches se basant sur le modèle de Gibson ont été développées [147][148][149].

Indépendamment des défauts de fabrication, des hétérogénéités et des concentrations de contraintes dues à l'anisotropie, toutes les recherches s'accordent sur la forte dépendance du

mode d'endommagement d'une structure sandwich soumise à la flexion 3-points à sa géométrie, à la distance entre appuis et à la résistance des peaux et de l'âme. L'analyse des modes d'endommagement nécessite la connaissance de la répartition des contraintes normales  $\sigma_p$  et  $\sigma_a$ , et des contraintes tangentielles  $\tau_p$  et  $\tau_a$  agissant sur les peaux (p) et l'âme (a). Ces contraintes peuvent être déterminées en utilisant la théorie de la flexion classique, adaptée à la nature de la section transversale de la structure sandwich. Pour une section plane et perpendiculaire à l'axe neutre de la structure, la multiplication de la déformation au point distant de  $y$  par rapport à l'axe neutre par le module d'élasticité approprié donne la contrainte normale correspondante. Ces contraintes sont maximales pour une distance  $y$  égale à  $e_a/2$  (Figure IV.12) :

$$(\sigma_p)_{\text{Max}} = \frac{M \cdot y}{D} E_p = \frac{M}{be_p e_a} = \frac{Pl}{4be_p e_a} \quad \text{IV.13}$$

$$(\sigma_a)_{\text{Max}} = \frac{M \cdot y}{D} E_a = \frac{M}{be_p e_a} \frac{E_a}{E_p} = \frac{Pl}{4be_p e_a} \frac{E_a}{E_p} \quad \text{IV.14}$$

où  $M$  est le moment fléchissant.

Les contraintes moyennes de cisaillement dans les peaux et dans l'âme valent :

$$2\tau_p = \tau_a = \frac{Q}{be_a} = \frac{P}{2be_a} \quad \text{IV.15}$$

où  $Q$  est l'effort tranchant.

En réalité, la contrainte de cisaillement varie à travers les peaux et l'âme d'une manière parabolique. A l'égard de la forte rigidité et de la faible épaisseur des peaux par rapport à l'âme, la contrainte de cisaillement est ainsi considérée en pratique comme linéaire dans les peaux et constante dans l'âme (Figure IV.13).

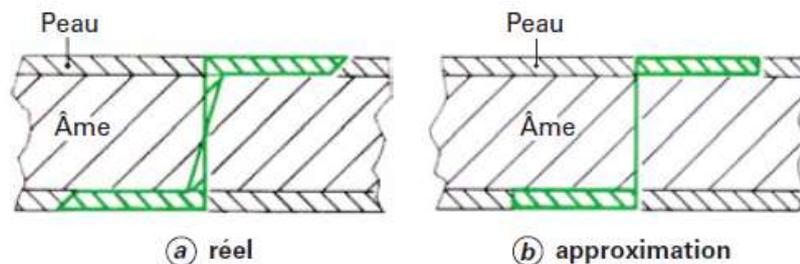


Figure IV.12. Répartition des contraintes normales de flexion dans une structure sandwich

[40].

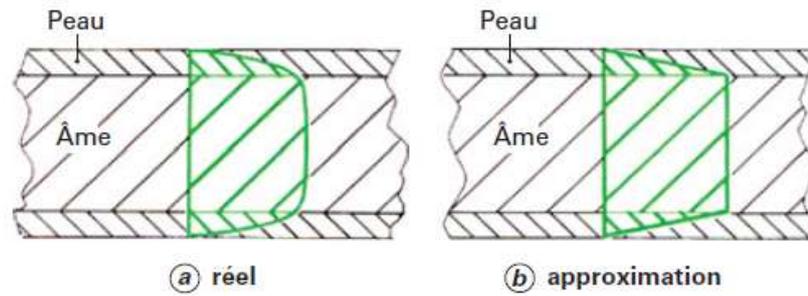


Figure IV.13. Répartition des contraintes de cisaillement dans une structure sandwich [40].

Les différents modes d'endommagement des structures sandwiches symétriques les plus rencontrés sont résumés dans le Tableau IV.3.

Mode d'endommagement	Conditions	Schéma descriptif
Rupture par compression de la peau supérieure	La contrainte normale dans la peau est supérieure à la contrainte ultime en compression de la peau en composite	
Rupture par traction de la peau inférieure	La contrainte normale dans la peau est supérieure à la contrainte ultime en traction de la peau en composite	
Rupture par cisaillement de l'âme	La contrainte de cisaillement dans l'âme est supérieure à la résistance au cisaillement du matériau de l'âme	
Flambement généralisé	Les efforts de cisaillement sont supérieurs au module de cisaillement de l'âme. Les faibles épaisseurs d'âme favorisent le flambement	
Indentation : pénétration d'une partie de la peau dans l'âme	La résistance en compression de l'âme est insuffisante pour résister aux charges locales appliquées sur la surface du panneau	

Tableau IV.3. Différents modes d'endommagement de structures sandwiches symétriques soumises à la flexion 3-points.

Les équations associées à chacun de ces modes de défaillance sont détaillées dans le chapitre V.

#### **IV.4. Caractérisation expérimentale des structures sandwiches en flexion**

Pour étudier la raideur des structures sandwiches développées dans ce travail et discriminer leurs modes d'endommagement, la méthode expérimentale décrite dans le paragraphe IV.3.1 et résumée par l'équation IV.12 pour la rigidité est adoptée en utilisant une série d'essais de flexion 3-points quasi-statiques.

##### **IV.4.1. Protocole expérimental**

Des essais de flexion 3-points quasi-statiques ont été réalisés selon la norme NF T 54-606. Vu la différence d'épaisseur entre les structures sandwiches développées en lin et les structures de référence en verre et afin de pouvoir comparer leurs propriétés respectives, la portée  $l$  n'est pas considérée comme dimension caractéristique de l'essai de flexion, mais plutôt le rapport  $(l/e_c)$  appelé élancement. Les dimensions de l'âme en anas de lin imposées par les dimensions du moule disponible au laboratoire ( $30*30*1\text{cm}^3$ ) donnent un élancement variant entre 10 et 16. Pour les structures de référence en verre (épaisseur de 22 mm), l'élancement est compris entre 10 et 20. Pour chaque distance entre appuis, une charge « P » est appliquée au centre de l'éprouvette (Figure IV.14). La mesure de la flèche  $W$  est assurée au moyen du déplacement de la traverse qui s'effectue à une vitesse constante de 5 mm/min. Plusieurs éprouvettes de mêmes dimensions ont été testées afin d'étudier la reproductibilité des essais.



*Figure IV.14. Dispositif expérimental de flexion 3-points.*

#### IV.4.2. Evaluation du comportement en flexion du sandwich à base de lin

L'évolution de la charge en fonction de la flèche pour une portée  $l$  de 250 mm des différents types des structures sandwiches en lin est présentée en Figure IV.15. Ces courbes mettent en évidence l'effet de la taille des anas et du procédé de mise en œuvre des structures sandwiches sur leur comportement en flexion 3-points quasi-statique.

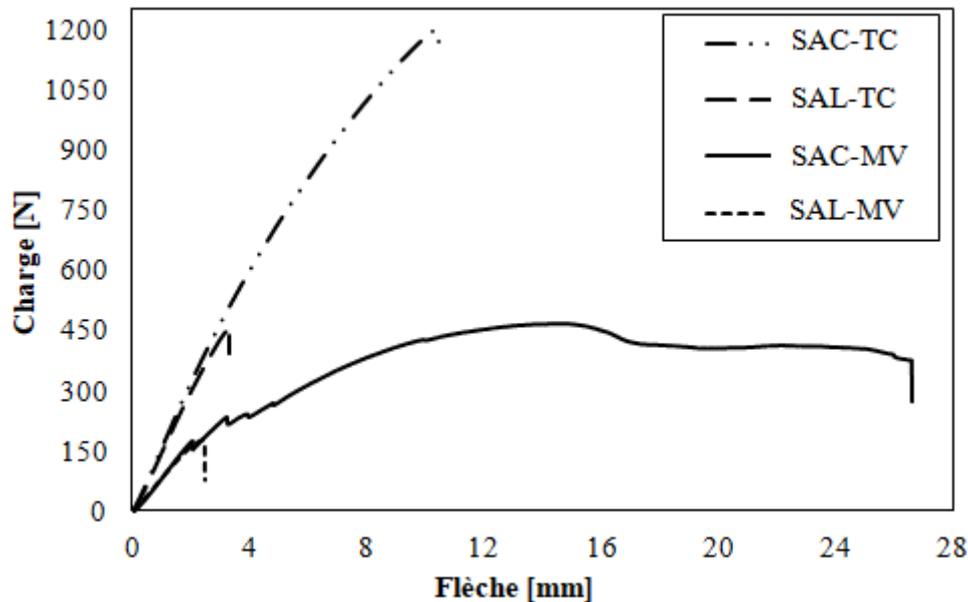


Figure IV.15. Comportement en flexion 3-points quasi-statique des différents types de structures sandwiches à base de lin : SAC (sandwich avec âme en anas courts) et SAL (sandwich avec anas longs).

A titre indicatif, les différentes caractéristiques mesurées (raideurs élastiques, charges maximales de flexion et flèches à la rupture) des différents panneaux en lin sont résumées dans le Tableau IV.4.

	Raideur élastique [N/mm]	Charge maximale [N]	Flèche à la rupture [mm]
SAC-TC	141,3 ± 13,3	1098,3 ± 102,3	9,8 ± 2
SAL-TC	123,4 ± 15,4	448,4 ± 53,1	3,3 ± 0,6
SAC-MV	111,3 ± 17,2	466,8 ± 62,4	14,8 ± 3,0
SAL-MV	93,2 ± 25,3	140,1 ± 49,8	2,3 ± 0,3

Tableau IV.4. Récapitulatif des caractéristiques mesurées des panneaux sandwichs en flexion 3-points quasi-statique pour une longueur de portée égale à 250 mm.

La Figure IV.16 met en relief l'effet de la variation de la distance entre appuis sur la raideur des structures sandwichs. Quelque soient la longueur de portée et le type de structure sandwich (lin ou verre), les courbes charge/flèche se composent toujours de trois parties :

- i. Une première partie linéaire élastique correspondant au comportement de la peau sollicitée en traction
- ii. Une deuxième partie non-linéaire qui s'étend jusqu'à la charge maximale correspondant plutôt au comportement de l'âme au début en compression, suivi de son comportement en cisaillement
- iii. Une troisième partie concernant la défaillance du panneau sandwich, dont la manière diffère selon l'âme.

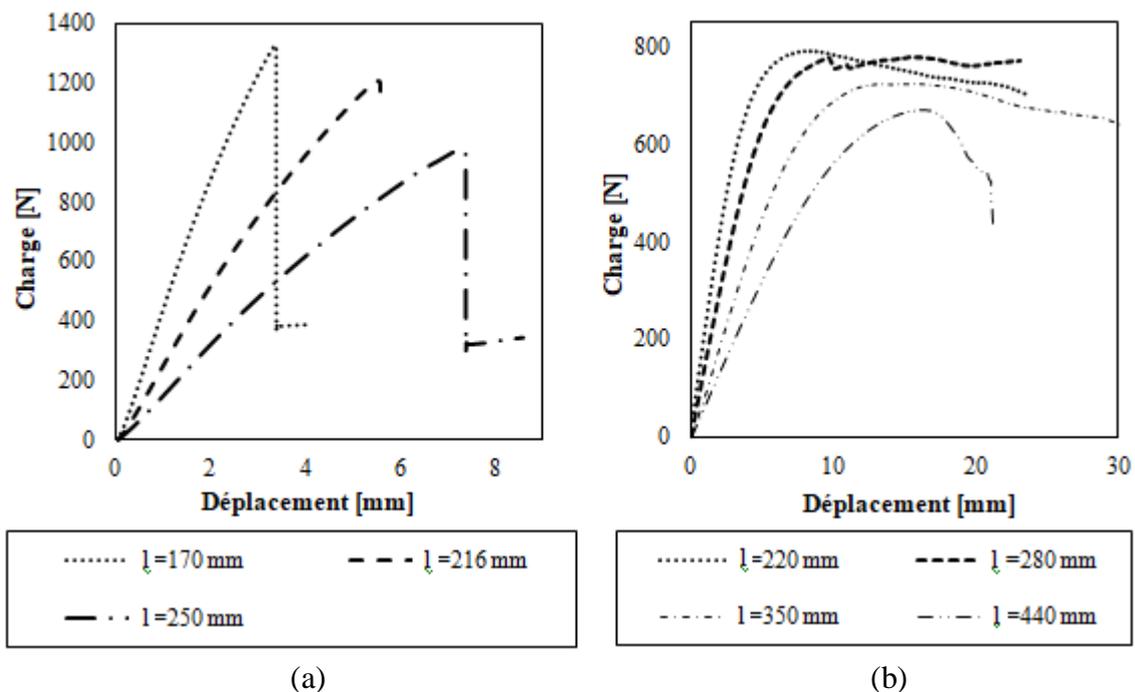


Figure IV.16. Comportement en flexion 3-points en fonction de la distance entre appuis: (a) des structures sandwichs élaborées par thermocompression avec âme en anas courts et (b) des structures sandwichs de référence en verre et à âme en Nidaplast 8 RI.

A cause de la différence d'épaisseur totale entre les structures sandwichs de référence (22 mm) et celles en lin (15,5 mm) et afin de pouvoir comparer entre leurs propriétés en flexion, toutes les caractéristiques mesurées sont présentées en fonction de l'élanement ( $l/e_t$ ). L'évolution de la raideur ( $P/\delta$ ) en fonction de  $(l^2/e_t^2)$  et du rapport  $(\delta/Pl)$  en fonction de  $(l^2/e_t^2)$

de différentes structures sandwichs sont illustrées respectivement en Figure IV.17 et Figure IV.18.

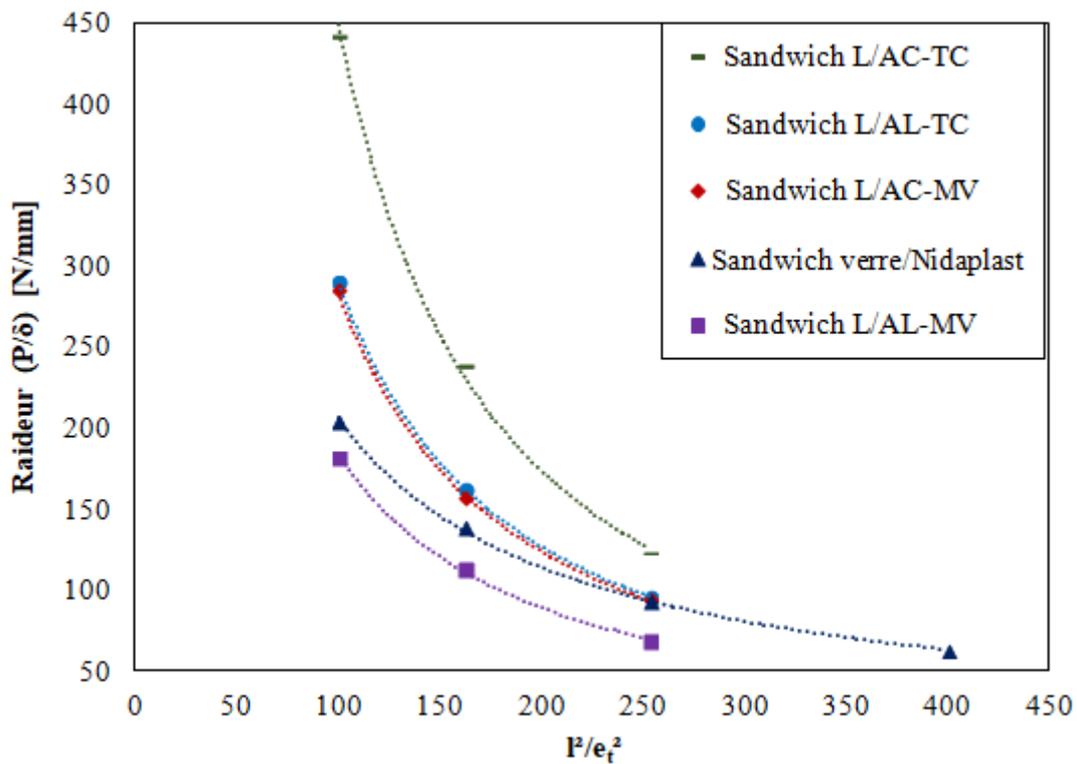


Figure IV.17. Evolution de la raideur des structures sandwichs en fonction de  $(l^2/e_1^2)$ .

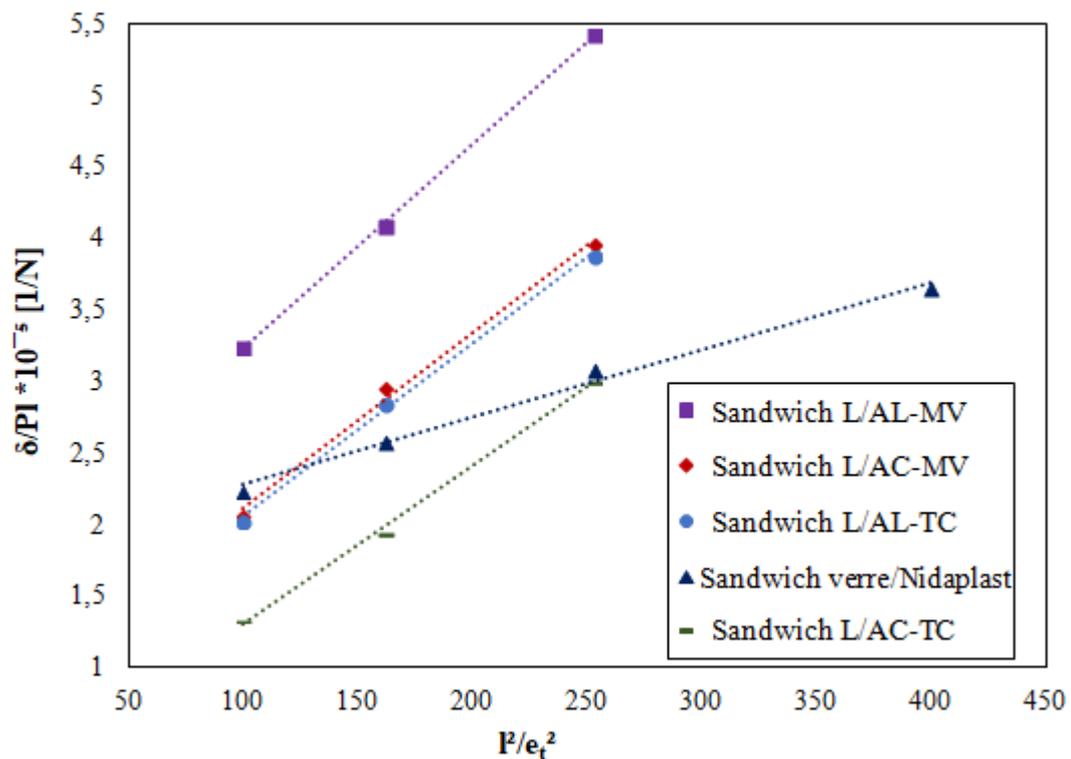


Figure IV.18. Evolution du rapport  $(\delta/Pl)$  des structures sandwichs en fonction de  $(l^2/e_1^2)$ .

Plusieurs constats résultent de ces courbes. Premièrement, les structures sandwiches L/PA-TC sont les plus rigides parmi toutes celles en lin. Deuxièmement, les structures sandwiches fabriquées par moulage en thermocompression sont plus rigides que celles fabriquées par moulage sous vide à longueur d'anas identique. Troisièmement, pour le même procédé d'élaboration, il est constaté que les panneaux sandwichs avec âme à base d'anas courts sont plus rigides que ceux avec âme à base d'anas longs. Quatrièmement, le matériau de référence, pour des courtes distances entre appuis, paraît moins rigide à la fois que les structures sandwiches élaborées par moulage en thermocompression et que celles avec âme à anas courts fabriquées par moulage sous vide. Néanmoins en augmentant la longueur de portée  $l$ , la raideur des structures sandwiches en verre augmente relativement à celles en lin. Ceci se vérifie à travers les valeurs calculées à partir des mesures, des rigidités équivalentes en flexion  $D$  et en cisaillement  $N$  (Tableau IV.5).

Type de structure sandwich	$D \cdot 10^6$ [N.mm <sup>2</sup> ]	$N$ [kN]
verre/Nidaplast	213	13,7
L/AC-TC	54,5	126
L/AL-TC	49,8	29,3
L/AC-MV	49	28,2
L/AL-MV	42	14

*Tableau IV.5. Rigidités équivalentes calculées en flexion et en cisaillement des structures sandwiches de référence et en lin.*

Les valeurs du Tableau IV.5 montrent que les structures sandwiches en lin possèdent des valeurs de rigidité équivalente en flexion ( $D$ ) proches entre elles car ces valeurs dépendent des propriétés des peaux qui sont toutes identiques en termes de constituants et configuration. L'écart restant entre les résultats peut être lié au procédé de mise en œuvre, aux dimensions des panneaux ou aux erreurs expérimentales. Cependant, les valeurs de la rigidité équivalente en cisaillement ( $N$ ) sont nettement variables. Ceci dépend de l'âme qui commande la rigidité en cisaillement des structures sandwiches.

La supériorité des structures sandwiches avec âme à anas courts en propriétés en flexion par rapport à celles à anas longs s'explique essentiellement par le module et la contrainte à la rupture en compression plus élevés des panneaux de particules en anas courts, qui favorise

davantage la stabilisation des peaux chargées et évite la défaillance prématurée des panneaux (cf. Tableau III.3). L'aspect lisse des surfaces des panneaux en anas courts doit également contribuer significativement à l'augmentation de la surface d'adhésion entre les peaux et l'âme, d'où l'élévation des propriétés en flexion de ces structures sandwiches. L'effet des petites tailles des particules sur l'amélioration des propriétés en flexion a été également prouvé par Castro et al. lors de l'étude du comportement en flexion 3-points de structures sandwiches avec âme commerciale en liège aggloméré [150].

Concernant le procédé de mise en œuvre, à taille identique d'anas, les structures sandwiches élaborées par moulage sous vide possèdent des propriétés en flexion plus faibles que celles des structures élaborées par moulage en thermocompression. Ceci résulte de la faible adhésion entre peaux et âme.

Les résultats expérimentaux obtenus sont comparés aux résultats analytiques déterminés selon la théorie des plaques sandwiches décrite au paragraphe IV.3.1. Les équations IV.2, IV.5 et IV.7 permettent de déterminer respectivement la rigidité en flexion  $D$  et en cisaillement  $N$  ainsi que la raideur  $P/\delta$  en fonction de la distance entre appuis  $l$ . Les courbes expérimentales et théoriques sont présentées en Figure IV.19.

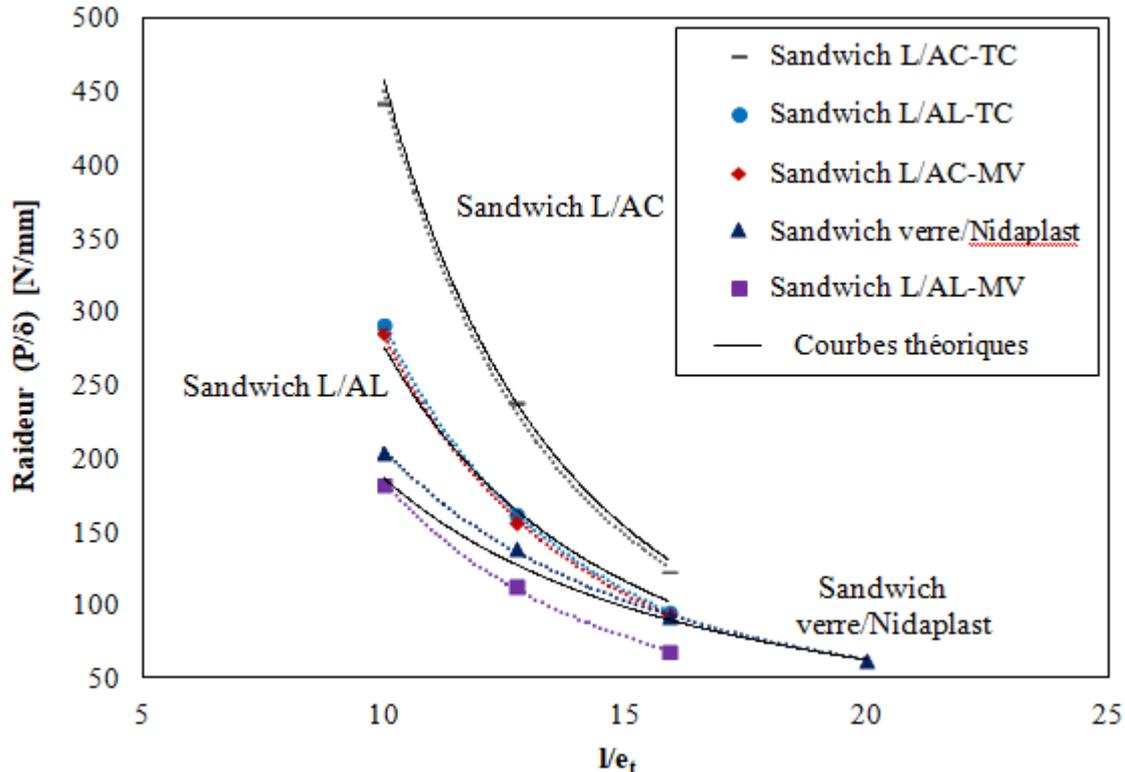


Figure IV.19. Comparaison entre courbes expérimentales et théoriques de l'évolution de la raideur en fonction de l'élançement des différentes structures sandwiches.

Une très bonne corrélation entre les courbes expérimentale et théorique des structures sandwiches avec anas courts et élaborées par thermocompression est observée. Toutefois, un petit écart est constaté pour les structures sandwiches avec anas longs élaborées par thermocompression et les structures de référence. Cet écart est marqué pour les plus courtes et longues distances entre appuis pour les structures sandwiches à base de lin. Ceci peut être en partie expliqué par les petits problèmes d'homogénéité trouvés dans les panneaux agglomérés à base d'anas longs. Pour les structures sandwiches de référence, l'écart est plutôt détecté pour les courtes distances entre appuis. Le module de cisaillement expérimental de l'âme en nid d'abeilles Nidaplast est de l'ordre de 10,2 MPa, soit 13,2% supérieure de la valeur donnée par le fournisseur de l'âme (9 MPa). Cette légère augmentation est peut-être due à l'infiltration de résine à l'intérieur de quelques pores de l'âme au moment de l'infusion (Figure IV.20).

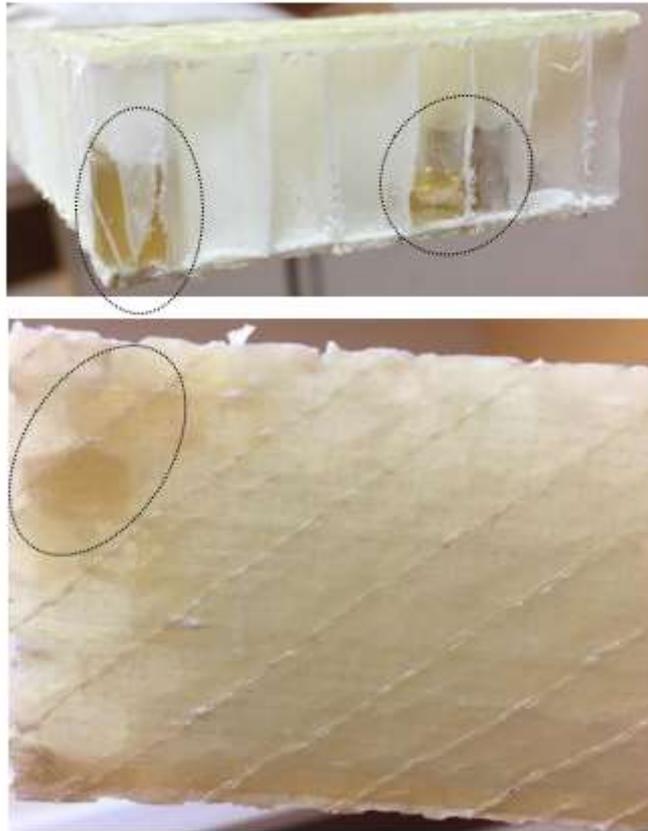


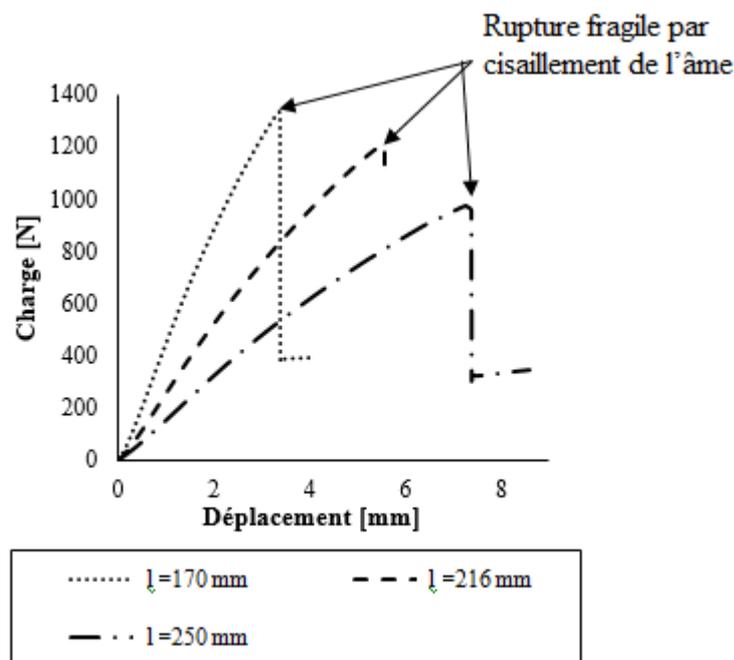
Figure IV.20. Infiltration de résine dans quelques pores de l'âme en nid d'abeilles.

En conclusion, les modèles de rigidité en flexion utilisés sont appropriés pour décrire le comportement en flexion des structures sandwiches à fibres et anas de lin.

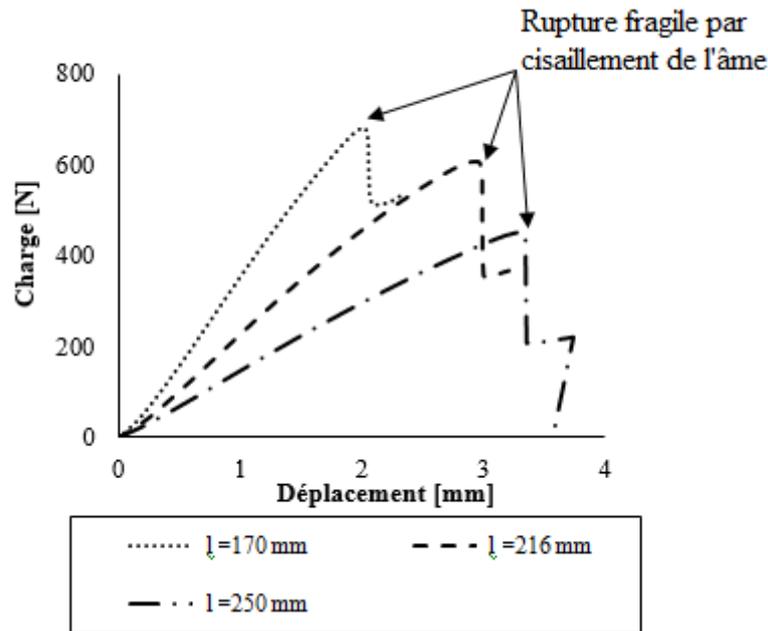
### IV.3.3. Mécanismes d'endommagement des structures sandwiches en lin

Lors des essais de flexion 3-points quasi-statiques, différents modes d'endommagement ont été observés en fonction de l'âme, du procédé d'élaboration et de la distance entre appuis.

Pour les structures sandwiches en lin élaborées par moulage en thermocompression, une rupture de type fragile causée par cisaillement au niveau de l'âme est toujours observée, spécifiquement au niveau des zones contenant des imperfections telles que des porosités ou la présence résiduelle de racines ou de graines de lin. Ce type d'endommagement est lié aux faibles propriétés en cisaillement de l'âme à anas de lin par rapport à celles des peaux et de l'interface. Les courbes charge/déplacement présentées en Figure IV.21 mettent en évidence l'effet, d'une part, de la taille des anas de lin et, d'autre part, de la distance entre appuis sur la rupture des panneaux par cisaillement. Pour une faible distance entre appuis (170 mm), les panneaux avec âme en anas longs se rompent avant ceux avec âme en anas courts, juste après un court déplacement de 2 mm. L'augmentation de la distance entre appuis de 170 mm à 250 mm retarde la rupture de deux types de panneaux avec une charge maximale plus faible, notamment pour les panneaux avec âme en anas longs, qui sont eux-mêmes toujours plus faibles.



(a)



(b)

Figure IV.21. Rupture par cisaillement des structures sandwichs élaborées par moulage en thermocompression avec: (a) anas courts et (b) anas longs.

Pour comprendre la rupture précoce par cisaillement des âmes avec anas longs, le module de Coulomb  $G_a$  et la résistance en cisaillement  $\tau_a$  des deux types d'âme sont calculés selon la norme EN NF T54-606 respectivement par :

$$G_a = N \cdot \frac{4e_a}{b(e_t + e_a)^2} \quad \text{IV.16}$$

$$\tau_a = \frac{P}{b(e_t + e_a)} \quad \text{IV.17}$$

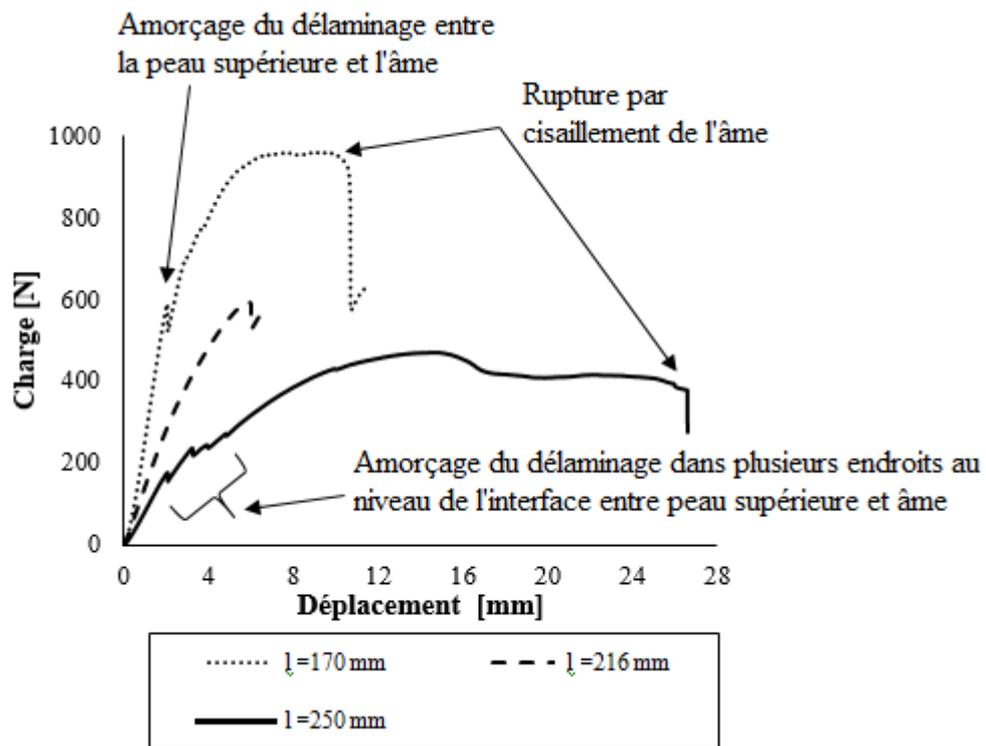
où  $P$  est la charge correspondante à la rupture par cisaillement de l'âme.

Les moyennes et les écarts-types du module de Coulomb et de la résistance en cisaillement déterminés sont réunis dans le Tableau IV.6. Les résultats obtenus prouvent bien les plus faibles propriétés en cisaillement des âmes à anas longs par rapport à celles des âmes avec anas courts, d'où leur rupture précoce.

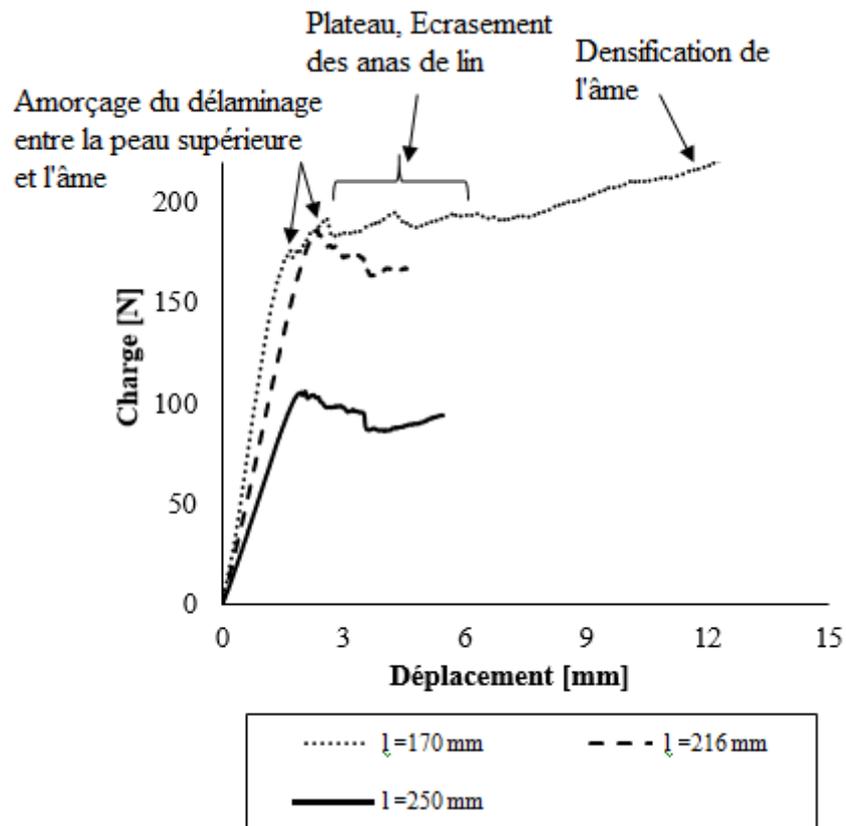
	Ame avec anas longs	Ame avec anas courts
$G_a$ (MPa)	$47,4 \pm 3,2$	$227,5 \pm 23,7$
$\tau_a$ (MPa)	$0,66 \pm 0,03$	$1,34 \pm 0,04$

Tableau IV.6. Résistances en cisaillement des âmes à base d'anas de lin déduites des essais de flexion 3-points.

Pour les structures sandwiches en lin élaborées par moulage sous vide, l'initiation de l'endommagement est toujours causée par l'amorçage d'un délaminage entre la peau supérieure et l'âme due à la faiblesse de l'interface liée au procédé de fabrication. Ceci se manifeste sur les courbes charge/déplacement à travers l'observation de plateaux correspondants à la charge maximale après la fin de la partie linéaire élastique (Figure IV.22). Aux endroits délaminés, la fonction essentielle de l'âme dans la transmission des efforts entre la peau supérieure et inférieure n'est plus assurée. Avec l'avancement de l'essai, une compression locale est ainsi appliquée sur les surfaces des panneaux situées sous les appuis, d'où l'observation d'un certain plateau durant lequel les anas de lin s'écrasent progressivement. Ce phénomène observé dans les panneaux avec les deux types d'âme et pour quasiment toutes les distances entre appuis est suivi d'une légère densification de l'âme. A un déplacement relativement élevé, les panneaux finissent à se rompre par cisaillement de l'âme à l'endroit des défauts.



(a)



(b)

Figure IV.22. Rupture par délaminage suivi de cisaillement d'âme pour les structures sandwichs élaborées par moulage sous vide à : (a) anas courts et (b) anas longs.

Concernant les structures sandwichs référence avec peaux en verre/UP et âme en Nidaplast 8RI, la rupture dépend essentiellement de la longueur de portée  $l$  (Figure IV.23).

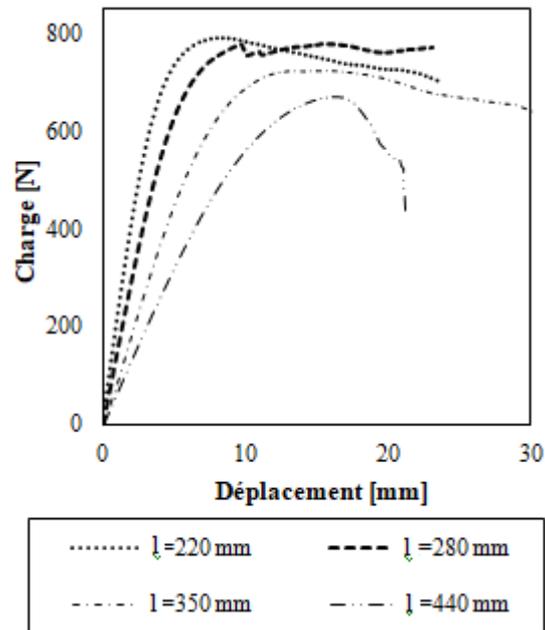
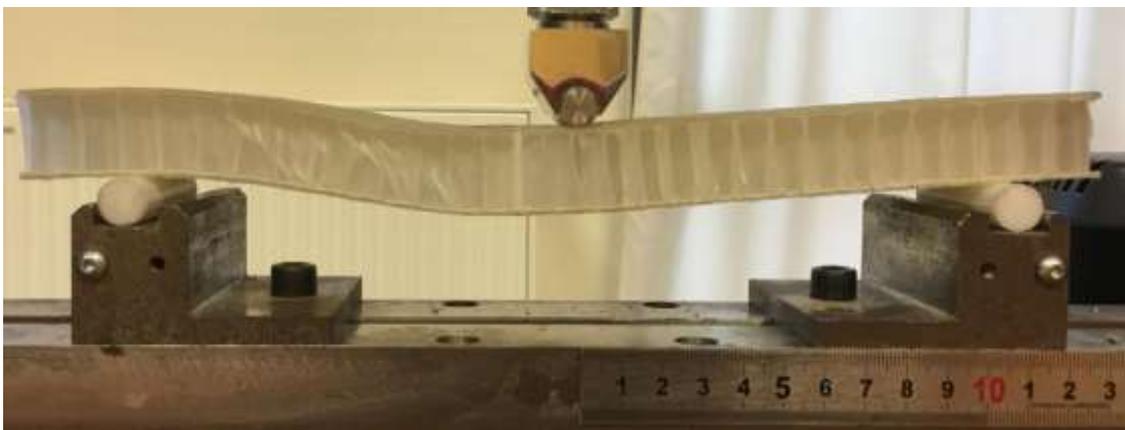
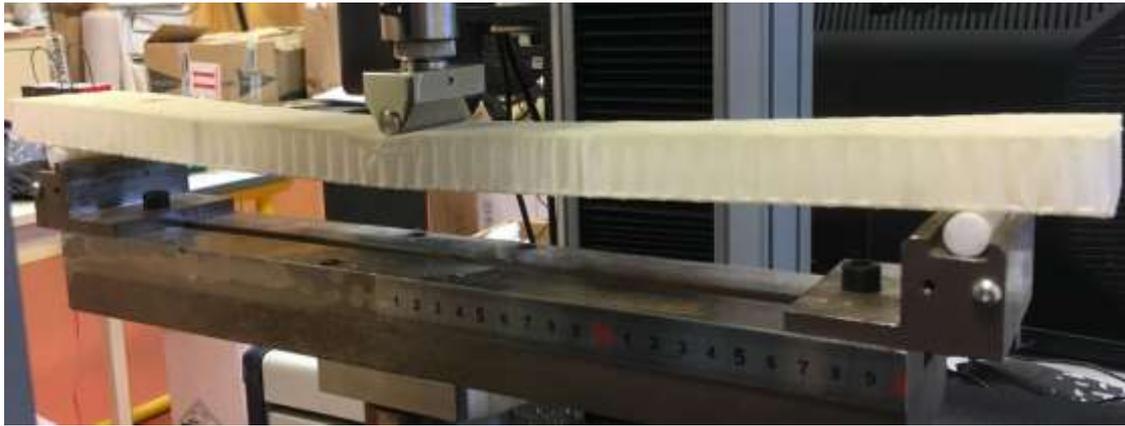


Figure IV.23. Evolution du comportement en flexion 3-points en fonction de la distance entre appuis des structures sandwichs références en verre et âme en Nidaplast 8RI.

Pour des courtes distances entre appuis, la rupture est généralement causée par cisaillement de l'âme en nid d'abeilles (Figure IV.24.a). Pour des distances plus longues, c'est plutôt un endommagement par flambement localisé « wrinkling » de la peau supérieure qui est observé (Figure IV.24.b). Il se manifeste par un délaminage local entre les fibres de verre et la matrice et un effondrement local de l'âme au niveau de l'appui, entraînant ainsi une chute relativement brutale de la rigidité de la structure sandwich. Ceci paraît clair sur la Figure IV.23 qui met en relief la nature ductile de la rupture des structures sandwichs pour  $l=220$  mm par rapport à celle relativement fragile pour  $l=440$  mm.



(a)



(b)



(c)

Figure IV.24. Mode de rupture observé sur les structures sandwichs références verre/Nidaplast : (a) pour  $l=220$  mm, (b)  $l=440$  mm et (c) pour toutes les distances entre appuis testées (220, 280, 350 et 440 mm).

Les mesures de propriétés en cisaillement de l'âme en nid d'abeille Nidaplast 8RI et de la résistance à la compression des peaux composite verre/UP sont résumées dans le Tableau IV.7.

Sandwichs de référence verre/Nidaplast	
$G_a$ [MPa]	$10,2 \pm 0,5$
$\tau_a$ [MPa]	$0,3 \pm 0,004$
$\sigma_a$ [MPa]	$50,7 \pm 7,5$

Tableau IV.7. Module et résistance en cisaillement de l'âme Nidaplast 8RI et résistance en compression des peaux composites verre/UP.

La comparaison entre les propriétés en cisaillement de l'âme en nid d'abeilles et l'âme développée dans ce travail à base d'anas de lin et de résine GP56 met en relief les performances des panneaux agglomérés particulièrement avec les anas courts utilisés comme âme.

Une étude analytique plus approfondie de la défaillance des structures sandwiches, visant à construire une carte des modes de rupture des structures développées est réalisée dans le chapitre V.

#### **IV.5. Conclusion**

A travers ce chapitre, un ensemble de caractérisations expérimentales mécaniques a été effectué sur les structures sandwiches développées en lin, en tant que nouvelles structures bio-sourcées et comparées à des structures sandwiches de référence en verre/Nidaplast.

Dans la démarche méthodologique, deux procédés (moulages sous vide et en thermocompression) ont été retenus pour la mise en œuvre de structures sandwiches dont les peaux sont en lin/GP56 et dont l'âme est en anas de lin agglomérés par la résine GP56. La caractérisation de l'interface entre peaux/âme par des essais de traction perpendiculaire accompagnés d'observations microscopiques a révélé les imperfections liées au procédé de moulage sous vide. Après vérification de la qualité de l'interface, les propriétés mécaniques en flexion 3-points quasi-statique des différentes structures sandwiches élaborées ont été mesurées. Un premier constat de cette étude est que le comportement en flexion des structures sandwiches développées dépend de la taille des anas de lin et du procédé de mise en œuvre. Pour les mêmes distances entre appuis, les structures sandwiches élaborées par moulage en thermocompression et avec âme en anas courts de lin sont toujours plus rigides que celles avec âme en anas longs et celles élaborées par moulage sous vide. Par rapport au matériau référence, les résultats ont montré que, pour des faibles élancements ( $l/e_i$ ) les structures sandwiches élaborées par moulage en thermocompression et celles avec âme en anas courts fabriquées par moulage sous vide sont plus rigides, particulièrement en cisaillement. Néanmoins, en augmentant l'élancement ( $l/e_i$ ), la structure sandwich de référence améliore sa raideur progressivement. L'étude du comportement en flexion 3-points jusqu'à la rupture a ouvert la voie vers un seul mode de rupture pour les structures sandwiches à base de lin, i.e. le cisaillement de l'âme et vers deux modes de défaillance pour les structures sandwiches de référence : pour de courtes distances entre appuis, plutôt un cisaillement de l'âme et, pour des longues portées, du flambement localisé.

A l'égard de tous ces résultats, il est avéré que les structures sandwiches à base de lin présentent des indicateurs prometteurs en tant que structures en grande partie bio-sourcées et peu chères pour le remplacement d'autres structures relativement chères et moins écologiques.

Une optimisation des épaisseurs de peaux et de l'âme et de sa densité constitue l'étape suivante à envisager pour une amélioration de la rigidité en flexion et en cisaillement de l'ensemble de la structure pour un minimum de masse.



*Chapitre V. Optimisation de la conception  
des structures sandwiches en lin*

L'optimisation de la conception des structures sandwiches développées dans ce travail est abordée suivant trois approches différentes avec rigidité et résistance imposées. Avant la démarche de résolution, l'évolution des propriétés mécaniques de l'âme est exprimée en fonction de la densité relative sous formes de relations empiriques. Pour les structures sandwiches, une approche analytique inspirée des travaux de Lorna Gibson est développée afin de trouver les relations correspondantes à des solutions optimales valables pour toute structure sandwich sollicitée en flexion. Une approche graphique est également proposée pour l'optimisation de la conception de structure sandwich avec des objectifs simultanés de rigidité et de résistance à la rupture. Enfin, une approche algorithmique basée sur la méthode des essais particuliers adaptée aux problèmes bi-objectifs est adoptée pour la résolution de ce problème d'optimisation. Une synthèse comparative entre les trois approches est effectuée d'une part pour vérifier leur validité et d'autre part pour identifier la méthode la plus efficace.

### V.1. Modélisation du comportement élastique des anas de lin

La modélisation du comportement d'un anas de lin commence par la modélisation de sa paroi cellulaire, dont la structure et la composition biochimique ont été déjà décrites dans le deuxième chapitre. Il y a été vu que les parois cellulaires des anas de lin sont constituées de cellulose noyée dans une matrice d'hémicelluloses et de lignines assemblées en plusieurs couches, dans lesquelles la fraction volumique et l'orientation des fibrilles de cellulose varient. Cette disposition semblable à un stratifié renforcé de fibres a incité différents auteurs à utiliser la théorie des composites pour la modélisation des propriétés de la paroi cellulaire.

Connaissant les propriétés de chaque constituant biochimique, Mark [151] a été le premier à modéliser le comportement des parois cellulaires des trachéides avec le calcul de la rigidité et de la résistance de chaque couche et la combinaison des propriétés selon la disposition des couches par rapport à la direction axiale, afin de donner un tenseur de rigidité complet avec les résistances axiales et transversales de la paroi cellulaire. Toutefois, la modélisation d'une telle structure repose inévitablement sur des hypothèses simplificatrices et des approximations liées à l'anisotropie des parois cellulaires et à la sensibilité des propriétés à l'angle de disposition des couches.

Pour la modélisation des propriétés élastiques du bois (Figure V.1), Price a considéré les cellules de bois comme un ensemble de tubes cylindriques parallèles, dont le chargement axial entraîne leur compression ou leur allongement et le chargement transversal provoque la déformation de leur section de circulaire à ovale principalement par flexion [51]. La finalité de ses analyses l'a conduit à constater que le module d'élasticité transversal d'un tube varie comme le cube de la densité, tandis que le module d'élasticité axial varie linéairement avec la densité. De telles relations trouvées pour des tubes cylindriques assemblés sont en bonne corrélation avec le modèle décrivant le comportement élastique de structures en nid d'abeilles.

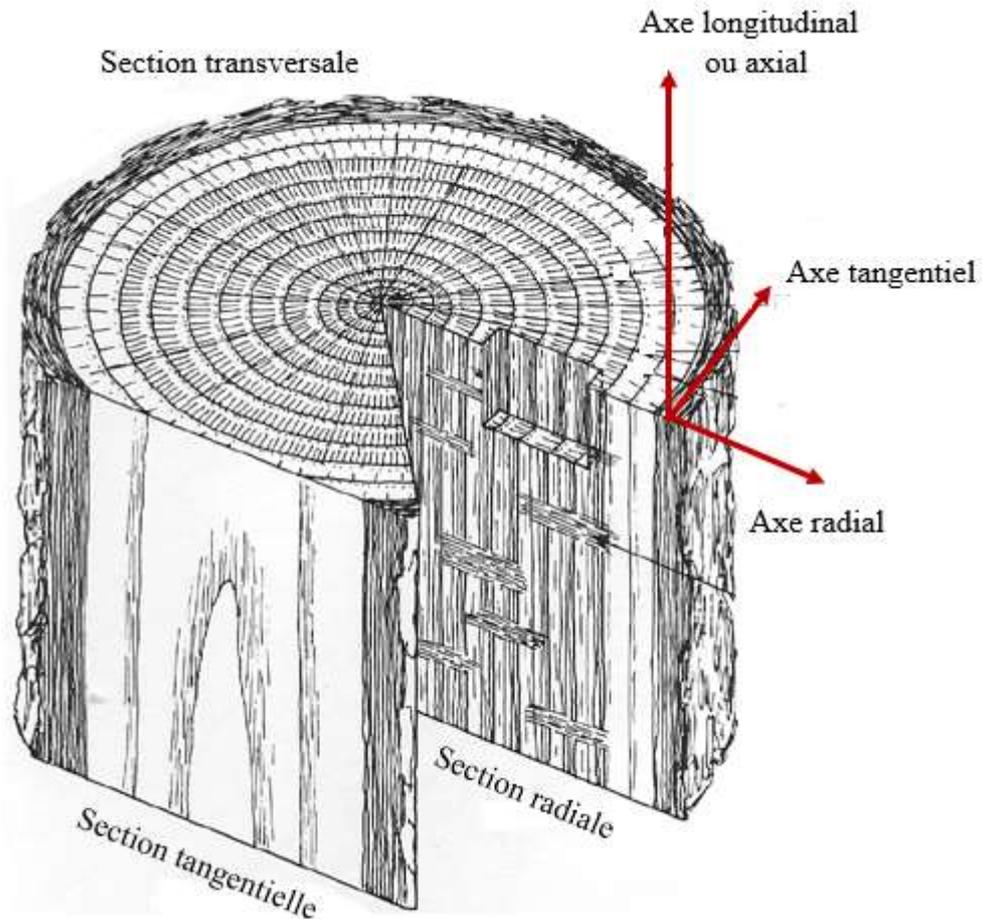


Figure V.1. Section au niveau d'un tronc de chêne.

Plus tard, Gibson et al.[51] ont développé davantage le modèle de Price en considérant une géométrie des cellules de bois plus réaliste que les tubes cylindriques, plutôt semblable à un réseau parallèle de prismes hexagonaux serrés. Leur recours à une approche expérimentale (Figure V.2) a permis de calibrer le modèle en donnant des équations empiriques des propriétés, qui tient compte de la complexité de la structure réelle du bois : présence de stries et des trous, variation de dimensions des cellules, etc.

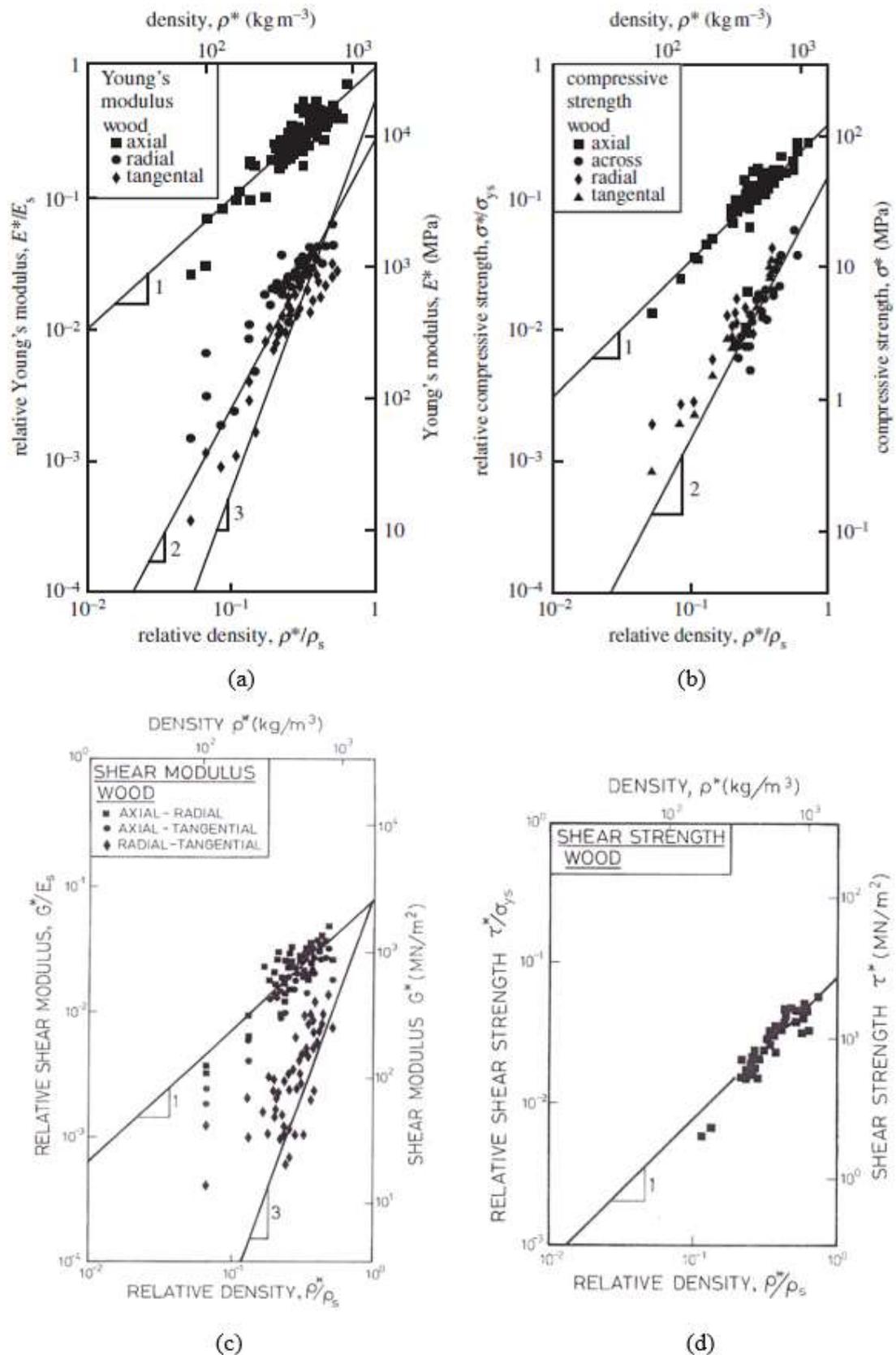


Figure V.2. Evolution : (a) du module d'Young, (b) de la résistance en compression, (c) du module de cisaillement et (d) de la résistance en cisaillement en fonction de la densité du bois

[51].

Gibson et al. ont montré que lors d'un chargement le long du grain de bois, les parois cellulaires se compressent axialement et finissent par se rompre par flambement local. Il s'ensuit que le module d'Young axial  $E_A$ , les modules de cisaillement dans les plans axial-radial  $G_{AR}$  et axial-tangentiel  $G_{AT}$ , les résistances en cisaillement  $\tau_{AR}$  et  $\tau_{AT}$  et en compression  $\sigma_A$  du bois le long du grain dépendent linéairement de la densité relative ( $\rho/\rho_s$ ) :

$$E_A = C_1 E_s \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right) \quad \text{V.1}$$

$$G_{AR} = G_{AT} = C_2 E_s \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right) \quad \text{V.2}$$

$$\tau_{AR} = \tau_{AT} = C_3 \sigma_{ys} \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right) \quad \text{V.3}$$

$$\sigma_A = C_4 \sigma_{ys} \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right) \quad \text{V.4}$$

où  $E_s$ ,  $\sigma_{ys}$  et  $\rho_s$  sont respectivement le module d'Young, la limite d'élasticité le long du grain de bois et la masse volumique de la paroi cellulaire solide pleine. Selon [51],  $E_s=35$  GPa,  $\sigma_{ys}=350$  MPa et  $\rho_s=1500$  kg/m<sup>3</sup>.

La Figure V.2.a montre que le module axial tel que prédit par l'équation V.1 et tracé par une ligne droite dont la pente est égale à 1 est en bonne corrélation avec les points expérimentaux. Par conséquent, la constante  $C_1$  est considérée égale à 1.

$C_2$  est un facteur à ajuster selon le module de cisaillement hors-plan de la paroi cellulaire. Les résultats expérimentaux présentés en Figure V.2.c mettent en évidence une quasi-égalité entre les modules de cisaillement dans les plans axial-radial et axial-tangentiel et ceux-ci varient linéairement avec la densité relative en concordance avec l'équation V.2. Selon [51], le module de cisaillement hors-plan de la paroi cellulaire du bois est égal à 2,6 GPa, ce qui donne  $C_2$  égale à 0,074.

Les valeurs des constantes  $C_3$  et  $C_4$  sont obtenues en tenant compte de la différence entre la valeur mesurée de la limite élastique en traction  $\sigma_{ys} = 350$  MPa et la valeur trouvée par extrapolation respectivement pour la résistance en cisaillement (30 MPa) et la limite élastique en compression (120 MPa) le long du grain du bois pour une densité relative égale à 1, correspondant à la partie solide entièrement dense de la paroi cellulaire (Figure V.2.b et d). Ainsi,  $C_3$  et  $C_4$  valent respectivement 0,086 et 0,34.

Cependant, lors d'un chargement dans la direction radiale ou tangentielle du grain, les parois cellulaires du bois fléchissent et, à des charges suffisamment élevées, elles collapsent

plastiquement. En se basant sur les modèles pour les structures en nid d'abeilles, le module d'Young  $E_T$ , le module de cisaillement dans le plan radial-tangentiel  $G_{RT}$  et les résistances en cisaillement  $\tau_T$  et en compression  $\sigma_T$  du bois dans la direction tangentielle sont donnés par :

$$E_T = C_5 E_s \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right)^3 \quad \text{V.5}$$

$$G_{RT} = C_6 E_s \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right)^3 \quad \text{V.6}$$

$$\tau_{RT} = C_7 \sigma_{ys} \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right)^2 \quad \text{V.7}$$

$$\sigma_T = C_8 \sigma_{ys} \left( \frac{\rho}{\rho_s} \right)^2 \quad \text{V.8}$$

Les valeurs des constantes  $C_5$ ,  $C_6$ ,  $C_7$  et  $C_8$  déterminées pour une densité relative égale à 1 [51] sont résumées dans le Tableau V.1.

$C_5$	$C_6$	$C_7$	$C_8$
0,54	0,074	-	0,14

Tableau V.1. Valeurs des constantes liées aux chargements radial et tangentiel.

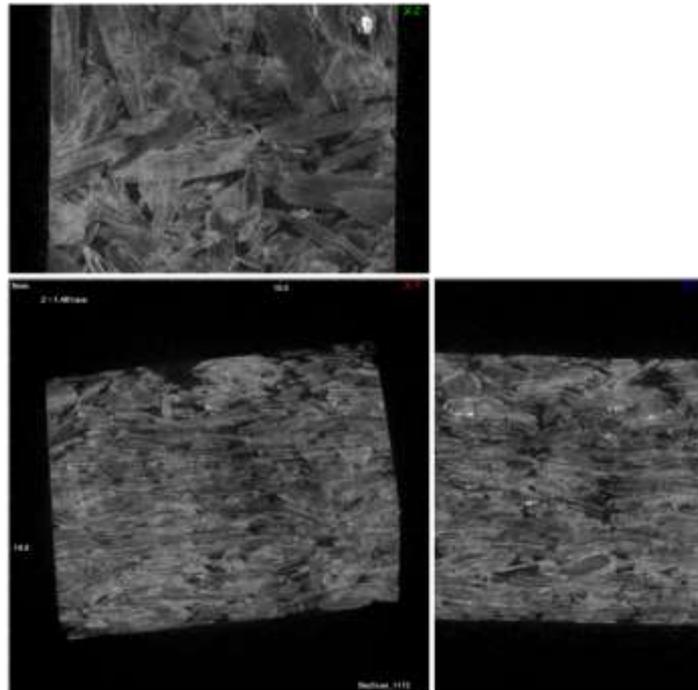
La modélisation du comportement mécanique des structures en nid d'abeilles semblables au bois a montré que les modules et les résistances varient linéairement avec la densité lors d'un chargement axial de la paroi cellulaire. Alors que pour un chargement dans la direction tangentielle du grain de bois, les modules et les résistances varient respectivement avec le cube et le carré de la densité.

Les observations microscopiques réalisées par MEB et par micro-tomographie à rayons X sur des anas de lin ont révélé une structure vasculaire en nid d'abeilles dont la forme des vaisseaux a tendance à être hexagonale (Figure II.15). La composition chimique des anas de lin analysée dans le deuxième chapitre montre que les fractions massiques des différents constituants chimiques particulièrement de cellulose ( $43 \pm 1,3\%$ ) dans les anas de lin sont relativement proches de celles du bois tendre ( $47 \pm 6\%$ ) (cf. Tableau II.5).

Considérant les similitudes de structure et de composition chimique entre bois et anas de lin, une évolution linéaire identique à celle du bois entre le module d'Young et résistance à la rupture des anas de lin et la densité relative est considérée pour la suite.

## V.2. Modélisation du comportement élastique des panneaux agglomérés

L'utilisation de panneaux agglomérés à base de particules végétales progresse dans de nombreux secteurs. La prédiction de leur comportement mécanique constitue une étape primordiale dans la démarche de leur optimisation. Plusieurs modèles micromécaniques basés sur l'analyse de structures régulières sont proposés dans la littérature. Cependant, les panneaux agglomérés présentent généralement une structure irrégulière. Les images de micro-tomographie à rayons X sur des échantillons de panneaux développés dans cette étude ont révélé une orientation 2D aléatoire dans le plan des anas de lin (Figure V.3). Ainsi, le développement de modèles qui intègrent dans leur formalisme la prise en compte de la porosité, de l'architecture des granulats, leurs orientations et leurs microstructures est indispensable pour une prédiction précise. Plusieurs modèles numériques basés sur la méthode des éléments finis ont été développés pour prédire le comportement des structures irrégulières. Des modèles théoriques inspirés de la théorie d'Eshelby à base d'inclusions ou de la théorie de Mackenzie existent également. L'application de ces modèles sur les panneaux agglomérés, considérés fortement hétérogènes, nécessite un certain nombre d'hypothèses afin de simplifier le calcul. Le recours à des relations empiriques constitue une autre solution couramment utilisée.



*Figure V.3. Orientation des anas de lin dans un échantillon de panneau aggloméré par moulage en thermocompression en micro-tomographie à rayons X : en haut, coupe vue du dessus et, en bas, coupes transverses.*

Dans ce contexte, la démarche suivie par Gibson pour la modélisation du comportement mécanique du bois à travers sa structure est exploitée et adaptée ici aux panneaux d'anas de lin développés, afin de déterminer des relations empiriques entre leurs propriétés mécaniques et leurs densités relatives (cf. paragraphe V.1). Ces relations sont nécessaires pour l'étape suivante d'optimisation des propriétés géométriques et physiques de structures sandwiches avec âme en anas de lin.

Cette méthodologie repose en premier lieu sur la transformation des matériaux constitutifs des panneaux agglomérés en un matériau homogène équivalent constitué de 80% en masse d'anas de lin et de 20% de résine GP 56. Le taux massique des anas de lin correspond à la partie solide constituée de ses parois cellulaires. Les propriétés et la masse volumique de la paroi cellulaire des anas de lin sont ainsi intégrées pour la caractérisation du matériau homogène. Selon les essais d'indentation d'El Hajj [152], le module d'élasticité de la paroi cellulaire d'un anas de lin est égal à 8,7 GPa dans la direction longitudinale et 1,912 GPa dans la direction transversale. Vis-à-vis de l'absence de données bibliographiques sur la masse volumique de la paroi cellulaire des anas de lin, une hypothèse basée sur l'analyse des compositions biochimiques est émise. Elle consiste à considérer une masse volumique de la paroi cellulaire des anas de lin similaire à celles des fibres de lin [153] et du bois [83], i.e. 1500 kg/m<sup>3</sup>. Cette valeur servira ainsi dans le calcul de la fraction volumique de chaque constituant et de la masse volumique du matériau homogène équivalent ( $\rho_s$ ). La détermination de la fraction volumique de chaque constituant permet le calcul du module d'élasticité  $E_s$  du matériau équivalent, qui est considéré parfait et sans porosité par la loi des mélanges.

Les relations permettant le calcul des fractions volumiques des anas de lin et de la résine catalysée dans le matériau équivalent sont données respectivement par :

$$V(anas) = \frac{1}{1 + \left(\frac{1}{M_{anas}} - 1\right) \frac{\rho_{anas}}{\rho_{GP56}}} \quad \text{V.9}$$

$$V(GP56) = \frac{\frac{M_{GP56}}{\rho_{GP56}}}{\frac{M_{anas}}{\rho_{anas}} + \frac{M_{GP56}}{\rho_{GP56}}} \quad \text{V.10}$$

où

$M_{anas}$  est la fraction massique des anas de lin dans le panneau aggloméré (égale à 80%),

$M_{GP56}$  est la fraction massique de la résine catalysée (égale à 20%) et

$\rho_{GP56}$  est la masse volumique de la résine catalysée (égale à 1167 kg/m<sup>3</sup>).

L'application numérique des équations V.9 et V.10 donne respectivement une fraction volumique des anas de lin égale à 75,7% et une fraction volumique de la résine catalysée de 24,3%.

En se basant sur la loi des mélanges, la masse volumique  $\rho_s$  et le module d'élasticité dans la direction longitudinale des anas de lin  $E_s$  sont donnés respectivement par :

$$\rho_{c_{max}} = \rho_s = \frac{\rho_{GP56}}{1 - M_{anas} \cdot \left(1 - \frac{\rho_{GP}}{\rho_{anas}}\right)} \quad \text{V.11}$$

$$E_s = V(anas) * E_{anas, long} + V(GP56) * E_{GP56} \quad \text{V.12}$$

L'application numérique des équations V.11 et V.12 donne respectivement une masse volumique  $\rho_s$  égale à 1419 kg /m<sup>3</sup> et un module d'élasticité  $E_s$  de 7,454 GPa.

Après détermination des caractéristiques du matériau homogène équivalent, la deuxième étape suivie consiste à déterminer les relations empiriques entre les modules d'élasticité  $E_a$  et de cisaillement  $G_a$  relatifs en fonction de la densité relative de panneaux agglomérés, en tenant compte de la porosité et de l'hétérogénéité du matériau. La Figure V.4 présente les dénominations choisies pour les trois directions principales du panneau. Grâce aux essais de flexion 3-points, les modules d'Young  $E_a$  dans la direction longitudinale et de cisaillement  $G_a$  dans le plan radial-tangentiel des panneaux ont été déterminés. Le module d'Young dans la direction radiale est déterminé par des essais de compression. L'indice « a » choisi pour la suite fait référence à l'âme puisque les panneaux élaborés ont servi comme âmes aux structures sandwichs développées dans cette étude.

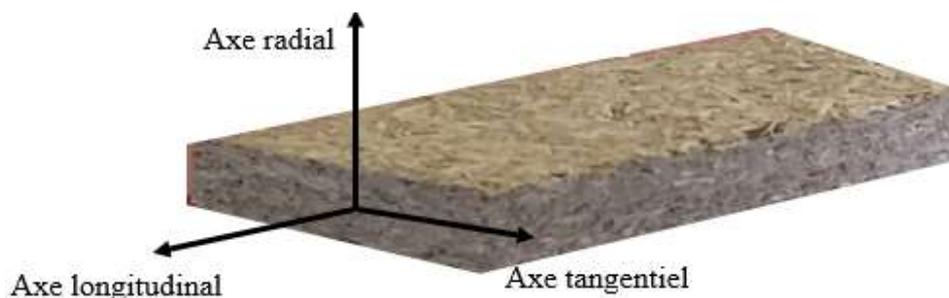


Figure V.4. Les trois directions principales d'un panneau aggloméré.

Les évolutions des modules mesurés relatifs ( $E_{a-L}/E_s$ ), ( $E_{a-R}/E_s$ ) et ( $G_{a-LT}/E_s$ ) en fonction de la densité relative ( $\rho_a/\rho_s$ ) sont présentées en Figure V.5 en tenant compte de la variabilité de densité relative des panneaux échantillon par échantillon.

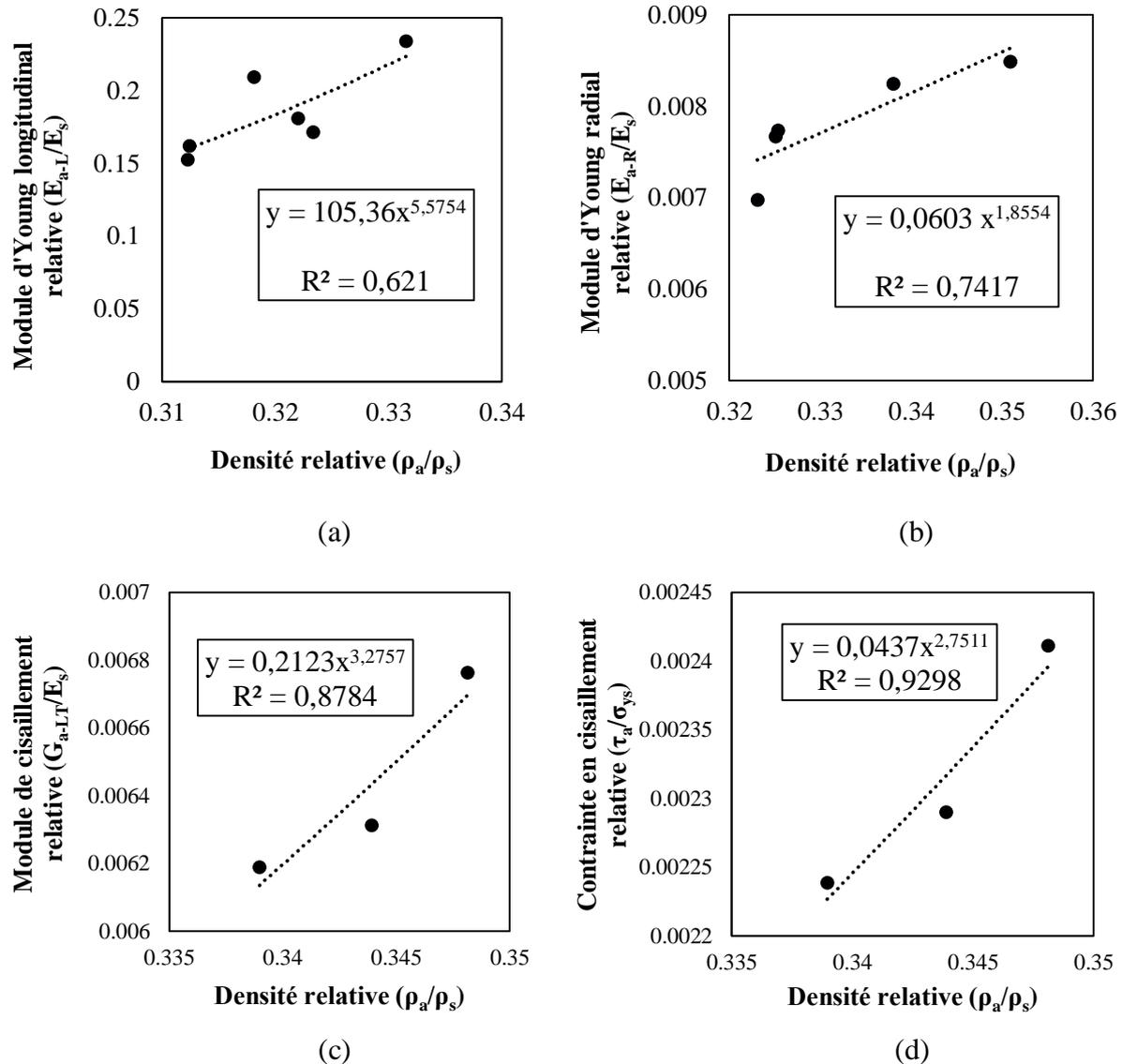


Figure V.5. Relations empiriques entre la densité relative des panneaux agglomérés en anas de lin et : (a) le module d'Young longitudinal relatif, (b) le module d'Young radial relatif, (c) le module de cisaillement dans le plan radial-tangentiel relatif et (d) la contrainte relative en cisaillement.

Dans le petit intervalle de densité relative testé, les relations empiriques obtenues montrent que les modules d'élasticité longitudinal en flexion ( $E_{a-L}/E_s$ ) et radial en compression ( $E_{a-R}/E_s$ ) évoluent respectivement à peu près à la puissance six et au carré de la densité relative ( $\rho_a/\rho_s$ ) (Figure V.5.a et b), tandis que le module ( $G_{a-LT}/E_s$ ) et la contrainte en cisaillement ( $\tau_{a-LT}/\sigma_{ys}$ )

relatifs évoluent approximativement avec le cube de la densité relative ( $\rho_a/\rho_s$ ) (Figure V.5.c et d). D'une manière générale, les relations obtenues sont:

$$\frac{E_{a-L}}{E_s} = C_E \left( \frac{\rho_a}{\rho_s} \right)^m \quad \text{V.13}$$

$$\frac{E_{a-R}}{E_s} = C_c \left( \frac{\rho_a}{\rho_s} \right)^p \quad \text{V.14}$$

$$\frac{G_{a-LT}}{E_s} = C_G \left( \frac{\rho_a}{\rho_s} \right)^e \quad \text{V.15}$$

$$\frac{\tau_{a-LT}}{\sigma_{ys}} = C_\tau \left( \frac{\rho_a}{\rho_s} \right)^n \quad \text{V.16}$$

avec :

$C_E$	$C_c$	$C_G$	$C_\tau$	$m$	$p$	$e$	$n$
105,36	0,06	0,21	0,043	5,57	1,85	3,27	2,75

Tableau V.2. Coefficients de proportionnalité et puissances trouvés empiriquement.

### V.3. Optimisation d'une structure sandwich en lin : méthode analytique

L'utilisation de structures sandwichs est en plein essor dans des domaines variés en raison essentiellement de leur rigidité et leur résistance à la flexion spécifiques élevées. L'exploration de structures sandwichs très légères avec des hautes performances mécaniques est l'un des sujets importants de l'optimisation structurelle. Les propriétés de peaux et d'âme, leurs géométries et la structure cellulaire de l'âme sont les paramètres-clés dans la démarche d'optimisation de structures sandwichs en accord avec les critères d'allègement et les fonctionnalités désirées.

Dans la littérature, plusieurs travaux ont été menés pour déterminer le comportement mécanique de structures sandwichs de manière analytique [42][154], expérimentale [143][144][155] ou numérique [156][157][158]. En revanche, peu de recherches se concentrent sur l'optimisation des différents paramètres liés à leur conception afin de répondre à des propriétés mécaniques exigées par l'application. Allen a été parmi les premiers à résoudre ce problème d'optimisation en donnant les épaisseurs optimales correspondant aux peaux et à l'âme pour le minimum de masse d'une structure sandwichs soumise à une contrainte de rigidité [42]. Plus tard, Huang et al. ont introduit d'autres contraintes liées à la

résistance dans le problème d'optimisation des structures sandwichs [159]. En tant que paramètre-clé, Kuenzia considéré la densité de l'âme comme variable à optimiser avec les épaisseurs des différents constituants en s'appuyant sur une relation linéaire entre les propriétés de l'âme et sa densité [160]. Toutefois, cette relation linéaire n'est pas valable pour toutes les âmes [51]. Considérant les différentes configurations cellulaires formant les âmes (nid d'abeilles, treillis, mousse à cellules ouvertes ou fermées, etc.), plusieurs démarches d'optimisation de conception des structures sandwichs ont été proposées. Gibson et al. ont développé des méthodes analytiques pour l'optimisation de la rigidité [161] et de la résistance [162] pour un minimum de masse de structures sandwichs avec âme en mousse. Whicks et al. ont conduit une optimisation à travers la minimisation de la masse de structures sandwichs avec âme en treillis soumises à des charges de flexion et de cisaillement [163]. Hou et al. ont opté une méthode numérique d'optimisation multi-objectifs pour la conception d'une structure sandwich avec âme ondulée sujette à résister aux chocs, en modifiant les paramètres de forme et de taille liés à l'âme pour maximiser l'absorption d'énergie [164].

L'objectif de ce paragraphe est d'utiliser les propriétés de peaux et de panneaux agglomérés déterminés dans le chapitre III et les relations empiriques obtenues pour l'optimisation de la conception d'une structure sandwich avec peaux renforcées de fibres de lin et âme à anas longs de lin. Cette optimisation prend en compte les épaisseurs de peaux et de l'âme ainsi que la densité de l'âme pour répondre à des propriétés mécaniques imposées avec le minimum de masse. Le travail d'optimisation adopté dans cette thèse s'appuie sur une démarche analytique, inspirée du formalisme de Gibson appliqué aux structures sandwichs à peaux métalliques et âme en mousse, sur une démarche graphique et sur une démarche numérique complémentaire basée sur les algorithmes métaheuristiques stochastiques. Cette approche numérique est exploitée dans un premier temps pour la validation des résultats analytiques et graphiques et par la suite pour l'optimisation numérique.

### **V.3.1. Pour une rigidité donnée**

La structure sandwich à optimiser est schématisée en Figure V.6. Les peaux sont caractérisées par leur module d'Young  $E_p$  et leur densité  $\rho_p$ . L'âme est caractérisée, d'une part, par les propriétés  $E_s$  et  $\rho_s$  des constituants de base (parties solides de parois cellulaires des anas de lin et résine GreenPoxy 56) et, d'autre part, par les propriétés  $E_a$ ,  $G_a$  et  $\rho_a$  de panneaux agglomérés issus du mélange des anas de lin avec la résine.

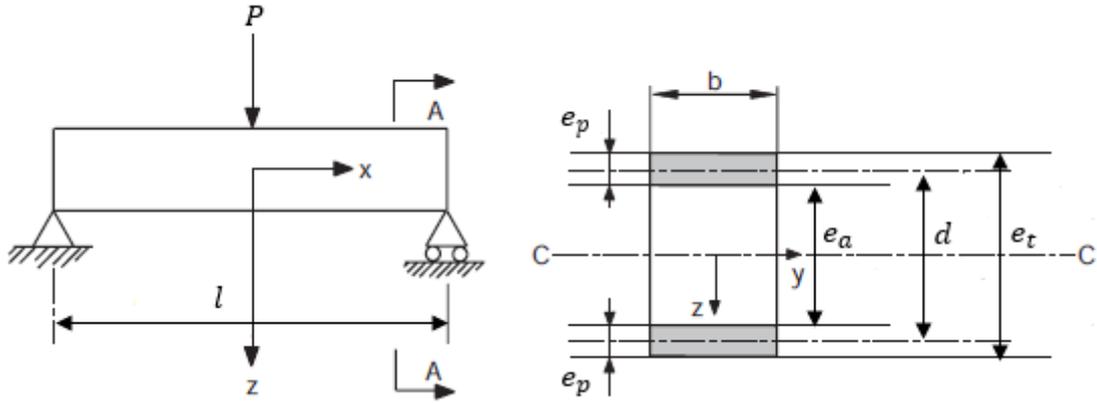


Figure V.6. Structure sandwich soumise à la flexion 3-points.

Les relations des modules d'Young et de cisaillement en fonction de la densité relative sont données respectivement par les équations V.13 et V.15.

En tenant compte des équations IV.2 et IV.5 et de l'épaisseur faible des peaux par rapport à celle de l'âme ( $d \sim e_a$ ), alors les rigidités équivalentes en flexion  $D$  et en cisaillement  $N$  de la structure sandwich sont exprimées respectivement par :

$$(EI)_{eq} = D = \frac{E_p b e_p e_a^2}{2} \quad \text{V.17}$$

$$(AG)_{eq} = N = b e_a G_a \quad \text{V.18}$$

L'équation IV.7 de la complaisance résultante de l'application d'une charge  $P$  au milieu d'une structure sandwich posée sur deux appuis, se simplifie en :

$$\frac{\delta}{P} = \frac{2l^3}{B_1 E_p b e_p e_a^2} + \frac{l}{B_2 b e_a G_a} \quad \text{V.19}$$

En remplaçant  $G_a$  par sa formulation donnée par l'équation V.15, l'expression de la complaisance devient :

$$\frac{\delta}{P} = \frac{2l^3}{B_1 E_p b e_p e_a^2} + \frac{l}{B_2 C_G b e_a E_s \left(\frac{\rho_a}{\rho_s}\right)^e} \quad \text{V.20}$$

La démarche analytique d'optimisation consiste alors à chercher les paramètres géométriques ( $e_p$  et  $e_a$ ) et physiques ( $\rho_a$ ) optimaux qui permettent de donner le minimum de masse à la structure sandwich pour une raideur ( $P/\delta$ ) donnée.

La relation donnant la masse M constitue la fonction-objectif à résoudre s'exprime par :

$$M = 2\rho_p b l e_p + \rho_a b l e_a \quad \text{V.21}$$

Pour faire intervenir la raideur dans cette relation, il est nécessaire de remplacer l'une des variables  $e_p$ ,  $e_a$  et  $\rho_a$  par sa formulation en fonction de  $(P/\delta)$  ou son inverse. Par exemple, en isolant la densité de l'âme  $\rho_a$ , qui est en fonction des autres variables, de l'équation V.20, il vient :

$$\rho_a = \left( \frac{1}{C_G} \frac{B_1 E_p}{B_2 E_a} \frac{\rho_s^e l e_p e_a}{\left( \frac{\delta}{P} B_1 E_p b e_p e_a^2 - 2l^3 \right)} \right)^{1/e} \quad \text{V.22}$$

et en injectant ceci dans l'équation V.21, cela donne :

$$M = 2\rho_p b l e_p + \left[ \left( \frac{1}{C_G} \frac{B_1 E_p}{B_2 E_a} P \rho_s^e b^e l^{(1+e)} e_p e_a^{(1+e)} \right)^{1/e} * \left( \delta B_1 E_p b e_p e_a^2 - 2Pl^3 \right)^{-1/e} \right] \quad \text{V.23}$$

Pour simplifier la résolution de la fonction-objectif M, l'équation V.23 peut être réécrite sous cette forme :

$$M = 2\rho_p b l e_p + A e_a^{(1+e)/e} e_p^{1/e} (B e_p e_a^2 - 2Pl^3)^{-1/e} \quad \text{V.24}$$

avec :

$$A = \left( \frac{1}{C_G} \frac{B_1 E_p}{B_2 E_a} P \rho_s^e b^e l^{(1+e)} \right)^{1/e} \quad \text{V.25}$$

et

$$B = \delta B_1 E_p b \quad \text{V.26}$$

La méthodologie de résolution du problème d'optimisation consiste à trouver les solutions aux dérivées de la fonction-objectif par rapport aux deux variables  $e_p$  et  $e_a$  :

$$\frac{\partial M}{\partial e_p} = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial M}{\partial e_a} = 0$$

L'application de cette démarche n'est possible que lorsque la fonction-objectif est convexe. Ceci implique que la fonction-objectif est continue, deux fois dérivable et que le déterminant de la matrice hessienne ainsi que ses dérivées secondes par rapport aux deux variables sont strictement supérieurs à zéro :

$$\begin{vmatrix} \frac{\partial^2 M}{\partial e_p^2} & \frac{\partial^2 M}{\partial e_p \partial e_a} \\ \frac{\partial^2 M}{\partial e_a \partial e_p} & \frac{\partial^2 M}{\partial e_a^2} \end{vmatrix} > 0$$

$$\frac{\partial^2 M}{\partial e_p^2} > 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial^2 M}{\partial e_a^2} > 0$$

L'étude de la fonction-objectif M donnée par l'équation donne satisfaction aux trois conditions citées ci-dessus. Ceci conduit alors au système d'équations suivant :

$$\begin{cases} \left( \frac{e b \rho_p}{PA l^2 e_a^{(1+e)/e}} \right)^{e/(1-e)} = e_p (B e_p e_a^2 - 2Pl^3)^{-1-e/1-e} \\ \frac{A e_p^{1/e} e_a^{1/e}}{(B e_p e_a^2 - 2 P l^3)^{(1+e)/e}} \left( \frac{(e-1)}{e} B e_p e_a^2 - \frac{(2+2e)}{e} P l^3 \right) = 0 \end{cases} \quad \text{V.27}$$

La résolution de ce système d'équations donne les épaisseurs optimales de l'âme et de la peau respectivement par :

$$e_{a(opt)} = l \left[ e^e \left( \frac{4}{e-1} \right)^{1+e} \left( \frac{e-1}{2+2e} \right)^{1-e} C_G \left( \frac{\delta b}{P} \right)^{1-e} \left( \frac{B_2}{B_1^e} \right) \left( \frac{E_s}{E_p^e} \right) \left( \frac{\rho_p}{\rho_s} \right)^e \right]^{1/(3e-1)} \quad \text{V.28}$$

$$e_{p(opt)} = \frac{(2+2e) P l^3}{e-1 \delta b B_1 E_p e_{a(opt)}^2} \quad \text{V.29}$$

La substitution des épaisseurs de la peau et de l'âme dans l'équation V.22 par leurs valeurs optimales calculées selon les équations V.28 et V.29 donne la densité optimale de l'âme :

$$\rho_{a(opt)} = \left( \frac{1 B_1 E_p \rho_s^e l e_{p(opt)} e_{a(opt)}}{C_G B_2 E_s \left( \left( \frac{\delta}{P} \right) B_1 E_p b e_{p(opt)} e_{a(opt)}^2 - 2l^3 \right)} \right)^{1/e} \quad \text{V.30}$$

Ces formulations sont valables pour une conception optimale de toute structure sandwich soumise à une contrainte de rigidité.

Considérant ces formulations correspondantes aux épaisseurs de peaux et d'âme et à la densité de l'âme optimales et pour une longueur et largeur données, alors l'évolution de la masse minimale en fonction de la raideur pour la structure sandwich développée est présentée en Figure V.7 ( $b=31\text{mm}$ ,  $l=216\text{mm}$ ,  $\rho_p=1217,55\text{ kg/m}^3$ ,  $\rho_s=1419\text{ kg/m}^3$ ,  $E_p=11200\text{ MPa}$ ,  $E_s=7454\text{ MPa}$ ,  $C_G=0,21$ ,  $B_1=48$  et  $B_2=4$ ).

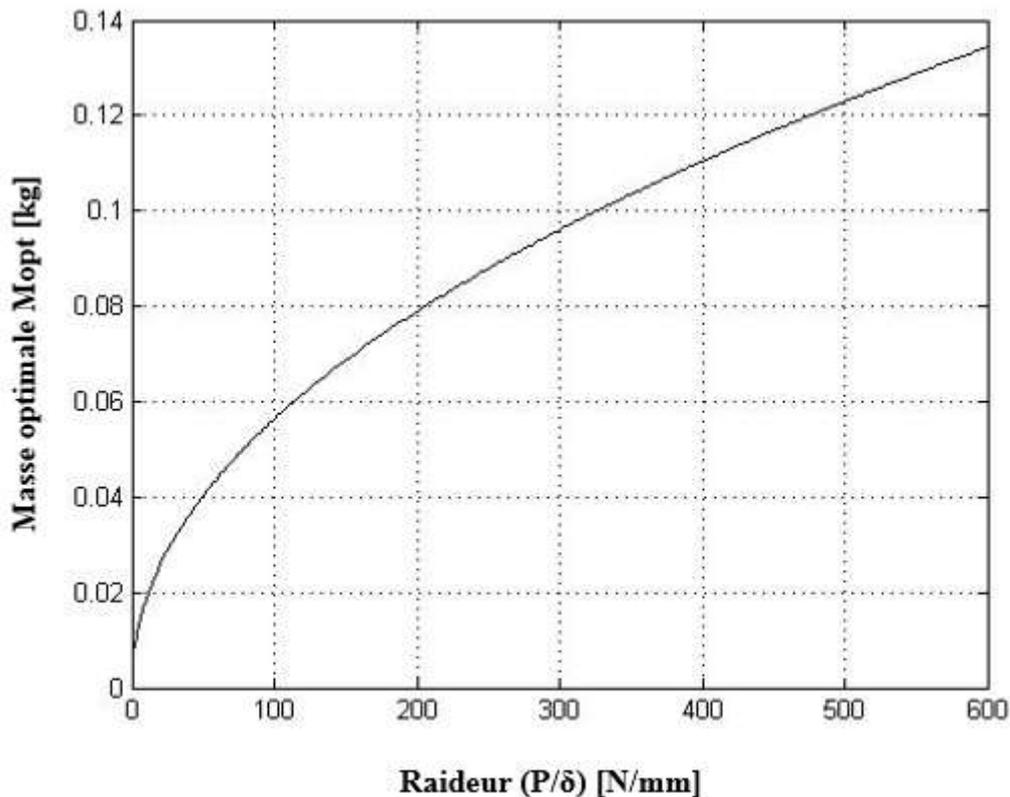


Figure V.7. Masse minimale en fonction de la raideur de la structure sandwich avec peaux en lin et âme en anas de lin.

Réciproquement, cette figure peut être utilisée pour définir la raideur correspondant à une masse donnée de cette structure sandwich à base de lin.

### V.3.2. Pour une résistance donnée

Les causes d'endommagement des structures sandwichs sont multiples. Cependant, la plastification et/ou le flambement de peau et la rupture par cisaillement de l'âme sont les modes de défaillance les plus communs de structures sandwichs soumises à la flexion 3-

points. Les expressions de charges critiques correspondantes à ces modes de rupture de structures sandwiches sont :

- rupture par plastification de peau :

$$P = B_3 b e_a \left( \frac{e_p}{l} \right) \sigma_{yp} \quad \text{V.31}$$

- rupture par flambement localisé de la peau supérieure :

$$P = 0.5 B_3 b e_a \left( \frac{e_p}{l} \right)^3 \sqrt[3]{E_p E_a G_a} \quad \text{V.32}$$

- rupture par cisaillement de l'âme :

$$P = B_4 b e_a C_\tau \left( \frac{\rho_a}{\rho_s} \right)^n \sigma_{ya} \quad \text{V.33}$$

où :

$B_3$  et  $B_4$  sont des constantes liées au chargement et

$\sigma_{yp}$  et  $\sigma_{ya}$  sont les résistances respectivement des peaux et d'âme.

Ces trois expressions montrent que chaque mode de rupture dépend du type de chargement ( $B_3$  et  $B_4$ ), des paramètres liés aux matériaux de peau et d'âme ( $E_p, E_a, G_a, \sigma_{yp}, \sigma_{ya}, C_\tau, \rho_p, \rho_a, \rho_s$  et  $n$ ) et des propriétés géométriques ( $e_p, e_a, b$  et  $l$ ).

Le contrôle et l'adaptation de ces paramètres avec les exigences d'une application permettent soit d'éviter soit de se rendre compte du mode de rupture le plus susceptible de se produire lors de l'utilisation d'une structure sandwich.

Une transition entre les modes de rupture existe lorsque les charges de rupture correspondant à deux modes sont égales. Ainsi, les équations de frontière entre les trois modes principaux de rupture sont données par :

- frontière de rupture entre plastification de peau et flambement localisé de la peau supérieure :

$$\frac{\rho_a}{\rho_s} = \left( \frac{\sigma_{yp}}{0.5 (E_p C_E C_G E_s^2)^{1/3}} \right)^{3/(m+e)} \quad \text{V.34}$$

- frontière de rupture entre flambement localisé de la peau supérieure et cisaillement de l'âme :

$$\frac{\rho_a}{\rho_s} = \left( \frac{0.5B_3 \left(\frac{e_p}{l}\right) (E_p C_E C_G E_s^2)^{1/3}}{B_4 C_\tau \sigma_{ys}} \right)^{3/(3n-m-e)} \quad \text{V.35}$$

- frontière de rupture entre plastification de peau et cisaillement de l'âme :

$$\frac{\rho_a}{\rho_s} = \left( \frac{B_3 \sigma_{yp} \left(\frac{e_p}{l}\right)}{B_4 C_\tau \sigma_{ys}} \right)^{1/n} \quad \text{V.36}$$

Une technique couramment utilisée est d'illustrer ces frontières en une « carte de rupture ». En précisant les paramètres liés aux matériaux de peau et d'âme ainsi que le type de chargement, cette carte permet de représenter le mode de rupture dominant pour toutes les conceptions possibles d'un type de structure sandwich. Grâce aux constantes de proportionnalité et aux puissances déterminées à travers les relations empiriques obtenues et les propriétés mesurées liées aux matériaux de peau et d'âme, cette technique est appliquée aux structures sandwiches développées avec âme en anas longs de lin. Ainsi, la carte de rupture obtenue est présentée en Figure V.8.

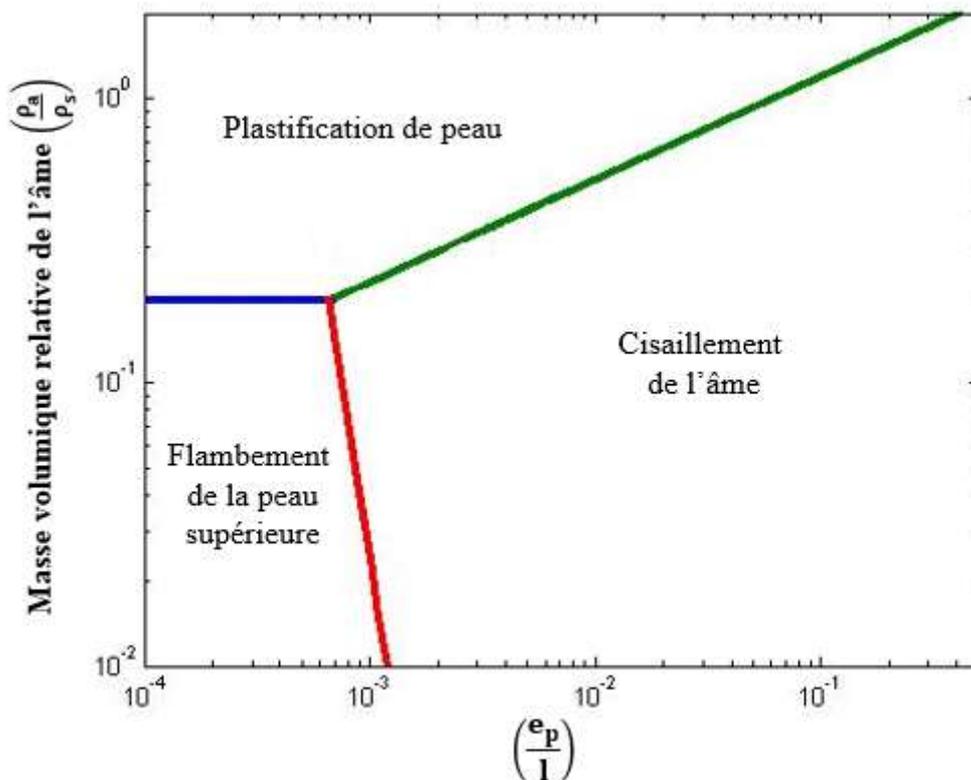


Figure V.8. Carte de rupture des structures sandwiches en fibres de lin/anas longs de lin/GP56.

L'analyse de la carte de rupture montre que pour des épaisseurs faibles de peaux, la structure sandwich se rompt par flambement localisé de la peau supérieure lorsque la densité de l'âme est faible et sinon par plastification de peau. En augmentant l'épaisseur de peau, une transition vers le mode de rupture par cisaillement de l'âme est observée.

Expérimentalement, les structures sandwiches avec âme en anas longs de lin ont montré une rupture par cisaillement de l'âme pour les différentes distances entre appuis testées. Pour vérifier la compatibilité de la méthode analytique présentée ci-dessus avec les résultats expérimentaux obtenus dans le chapitre précédent, les ruptures expérimentales avec leurs données associées sont tracées sur la carte de rupture (Figure V.9).

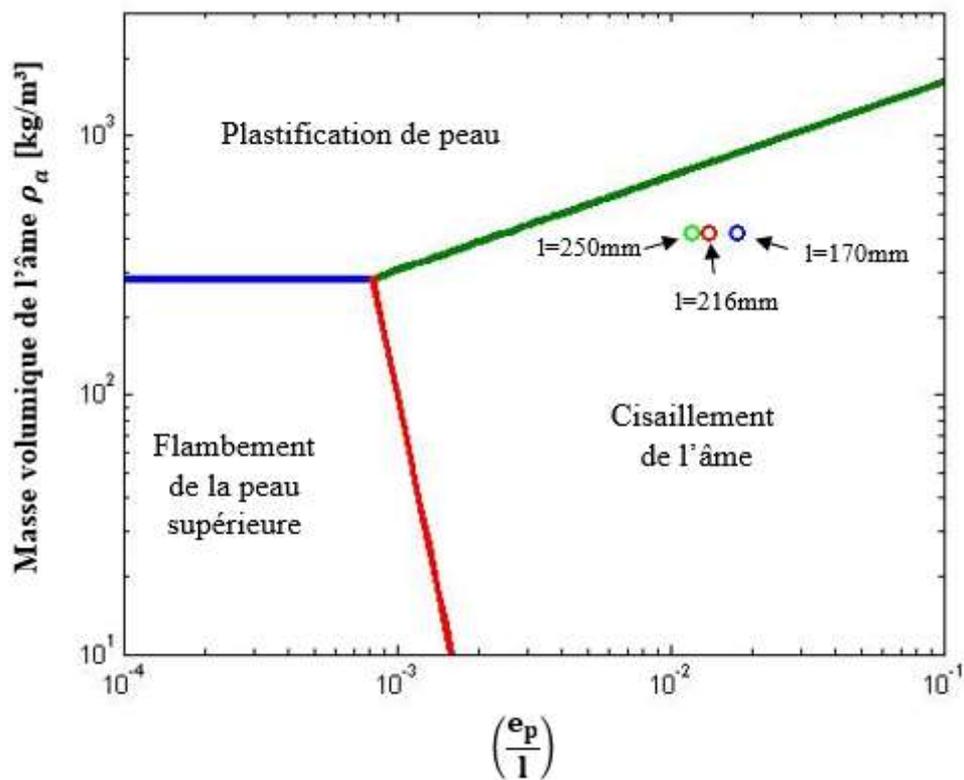


Figure V.9. Placement des résultats expérimentaux sur la carte de rupture des structures sandwiches en fibres de lin/anas longs de lin/GP56.

La Figure V.9 montre une adéquation entre le mode de rupture prédit analytiquement par la carte de rupture et les résultats expérimentaux pour les trois distances entre appuis.

Dans la démarche d'optimisation de la masse d'une structure sandwich pour une résistance donnée, il est pratique de se servir de la carte de rupture. En utilisant chacun des modes de rupture comme contrainte, il est possible d'optimiser la conception d'une structure sandwich par le recours à la même méthodologie d'optimisation décrite ci-dessus pour le problème de

rigidité. La comparaison entre les différents optimums obtenus permet de donner la masse minimale. La conception choisie doit être tracée sur la carte de rupture afin de vérifier sa défaillance dans le mode donné. Une autre approche donnée par Triantafillou et al. [162] suppose qu'une conception optimale doit donner lieu à une rupture simultanée de peau et d'âme, sinon l'un des constituants de la structure est considéré comme surdimensionné. Ceci conduit à considérer les deux possibilités de rupture suivantes : rupture simultanée par plastification de peau et cisaillement de l'âme ou rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme.

- Rupture simultanée par plastification de peau et cisaillement de l'âme

La démarche commence comme pour le problème de la rigidité. Les premières étapes de la démarche consistent à réarranger, d'une part, l'équation V.31 pour donner l'expression de  $e_p$  en fonction de  $e_a$  et d'autre part, l'équation V.33 pour exprimer la densité relative de l'âme  $\frac{\rho_a}{\rho_s}$  en fonction de  $e_a$ . L'expression de la masse est donnée par l'équation V.21.

La substitution de  $e_p$  et  $\rho_a$  par leurs expressions dans l'équation V.21 donne :

$$M = 2\rho_p \frac{Pl^2}{B_3\sigma_{yp}e_a} + l\rho_s \left( \frac{P}{B_4C_\tau\sigma_{ys}} \right)^{1/n} (be_a)^{1-\frac{1}{n}} \quad \text{V.37}$$

Les paramètres optimaux sont obtenus en mettant la dérivée de l'équation V.37 par rapport à  $e_a$  égale à zéro. Ainsi, les épaisseurs et la densité optimales d'une structure sandwich amenant à rupture simultanée par plastification de peau et cisaillement de l'âme sont données respectivement par :

$$e_{a(opt)} = \left( \frac{2\rho_p Pl}{\left(1 - \frac{1}{n}\right) \left(\frac{P}{B_4C_\tau\sigma_{ys}b}\right)^{1/n} \rho_s B_3\sigma_{yp}b} \right)^{n/2n-1} \quad \text{V.38}$$

$$e_{p(opt)} = \frac{P}{b} \frac{l}{B_3\sigma_{yp}e_{a(opt)}} \quad \text{V.39}$$

$$\rho_{a(opt)} = \rho_s \left( \frac{P}{B_4 C_\tau \sigma_{ys} b e_{a(opt)}} \right)^{1/n} \quad V.40$$

- Rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme

En réarrangeant les équations V.32 et V.33, les expressions de  $e_p$  et  $\rho_a$  sont données respectivement par :

$$e_p = \frac{Pl}{0,5B_3 b e_a (E_p C_E C_G E_s^2)^{1/3} \left( \frac{\rho_a}{\rho_s} \right)^{(m+e)/3}} \quad V.41$$

$$\rho_a = \rho_s \left( \frac{P}{B_4 C_\tau \sigma_{ys} b e_a} \right)^{1/n} \quad V.42$$

L'injection de ces expressions dans l'équation V.21 donne :

$$M = \frac{2Pl^2 \rho_p}{A \left( \frac{\rho_a}{\rho_s} \right)^{(m+e)/3}} + \left( \frac{P}{D} \right)^{1/n} l \rho_s (b e_a)^{(n-1)/n} \quad V.43$$

avec  $A=0,5B_3(E_p C_E C_G E_s^2)^{1/3}$  et  $D=B_4 C_\tau \sigma_{ys}$

Les paramètres optimaux sont à nouveau trouvés en fixant la dérivée de l'équation de la masse IV.4 par rapport à l'épaisseur de l'âme égale à zéro. Les solutions analytiques sont données par :

$$e_{a(opt)} = \left( \frac{3 - 3n}{m + e - 3n} \frac{\rho_s A b}{\rho_p P l} \left( \frac{P}{D b} \right)^{\frac{n(m+e)+3n}{3n^2}} \right)^{\frac{1}{\frac{m+e}{3n} - 2 + \frac{1}{n}}} \quad V.44$$

$$\rho_{a(opt)} = \rho_s \left( \frac{m + e - 3n}{3 - 3n} \frac{\rho_p b l}{\rho_s P A D^2} \right)^{\frac{1}{\frac{m+e}{3} + 1 - 2n}} \quad V.45$$

$$e_{p(opt)} = \frac{Pl}{A b e_{a(opt)} \left( \frac{\rho_{a(opt)}}{\rho_s} \right)^{(m+e)/3}} \quad V.46$$

En remplaçant chaque terme par sa valeur trouvée expérimentalement, il est possible ainsi de déterminer les épaisseurs de peaux et de l'âme ainsi que la densité de l'âme optimales des

structures sandwichs développées dans cette étude, pour une rupture simultanée par plastification de peau et par cisaillement de l'âme et pour une rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme.

Toutefois, il est possible d'avoir une valeur de densité optimale de l'âme, qui ne coïncide pas avec le mode de rupture visé. Dans ce cas, pour envisager une rupture simultanée par plastification de peau et cisaillement de l'âme, il est nécessaire d'augmenter la densité de l'âme au-delà de la valeur donnée par la frontière de transition entre les modes de rupture par plastification et flambement localisé de la peau supérieure. Sinon, pour une rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme, la densité de l'âme doit être diminuée.

#### V.4. Optimisation d'une structure sandwich en lin : méthode graphique

Comme montré dans la partie V.3, la méthode analytique a prouvé sa validité dans l'optimisation de la conception de structures sandwichs à base de lin en rigidité ou en résistance. La résolution de ce problème par la même méthode analytique à la fois en rigidité et en résistance simultanément est beaucoup plus compliquée. Une autre technique de résolution largement répandue dans les problèmes linéaires est la méthode graphique. Cette technique est plus simple, rapide et donne une vision globale de tous les éléments (fonction-objectif, contraintes, variables et constantes) intervenant dans le problème d'optimisation. Cependant, elle n'est applicable que lorsque le nombre d'inconnues est inférieur ou égal à 2. En considérant les épaisseurs de peaux et d'âme comme les deux inconnues du problème d'optimisation de la masse, la fonction-objectif (équation V.21) peut s'écrire :

$$\frac{e_p}{l} = \frac{M}{2bl^2\rho_p} - \frac{\rho_a}{2\rho_p} \left( \frac{e_a}{l} \right) \quad \text{V.47}$$

Le réarrangement de l'équation V.19 permet de relier les deux inconnues  $\left(\frac{e_p}{l}\right)$  et  $\left(\frac{e_a}{l}\right)$  à la rigidité  $\left(\frac{P}{\delta}\right)$  :

$$\frac{e_p}{l} = \frac{2B_2}{B_1} \frac{G_a}{E_p \left(\frac{e_a}{l}\right)} \left[ \frac{1}{\left( B_2 \left(\frac{\delta}{p}\right) b G_a \left(\frac{e_a}{l}\right) \right) - 1} \right] \quad \text{V.48}$$

Pour résoudre le problème d'optimisation de la masse pour la contrainte de rigidité par la méthode graphique, la démarche consiste à tracer les courbes équivalentes aux équations

V.47et V.48 (Figure V.10). Pour toute masse  $M$ , les courbes décrivant l'évolution de  $(\frac{e_p}{l})$  en fonction de  $(e_a)$  sont linéaires. Le point d'intersection entre la courbe équivalente à la rigidité et la droite donnant la masse la plus faible correspond à la solution optimale du problème d'optimisation.

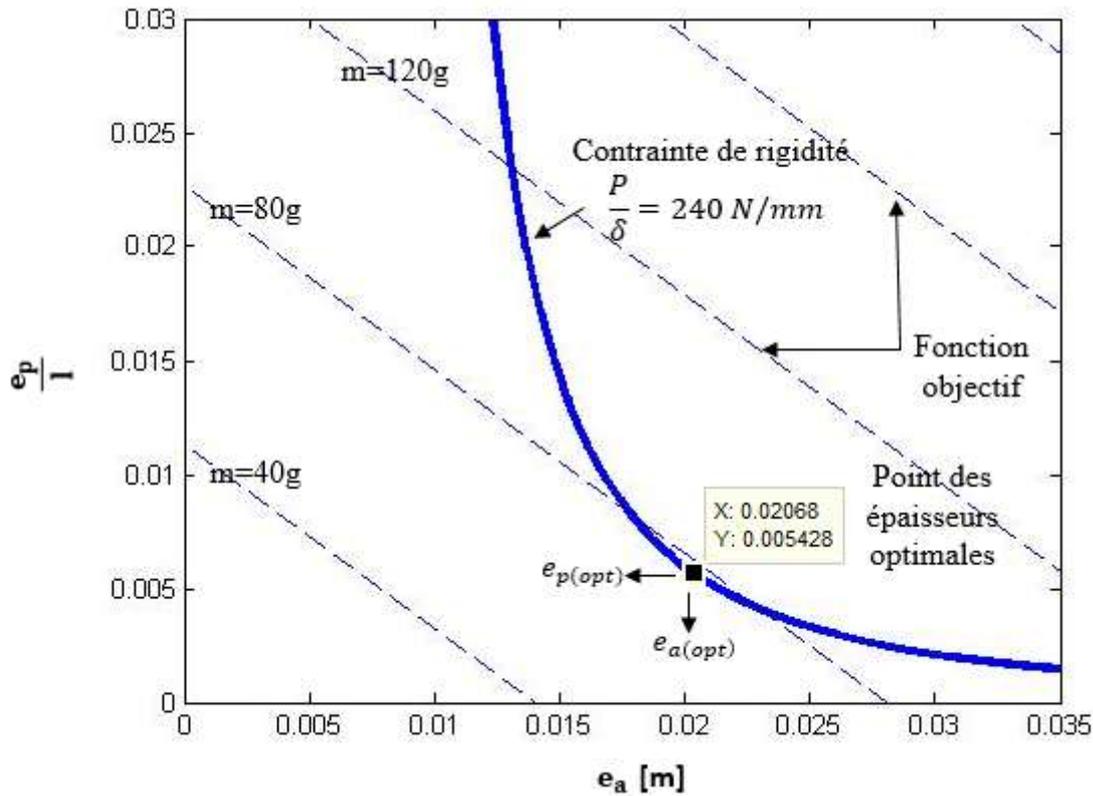


Figure V.10. Résolution graphique du problème d'optimisation de la conception d'une structure sandwich en lin à rigidité donnée.

L'application d'une démarche similaire à rigidité et à résistance données ( $\frac{P}{\delta} = 240 \frac{N}{mm}$ , avec  $P = 500N$ ) et pour les mêmes dimensions et caractéristiques de structures sandwiches qu'utilisées précédemment donne la Figure V.11.

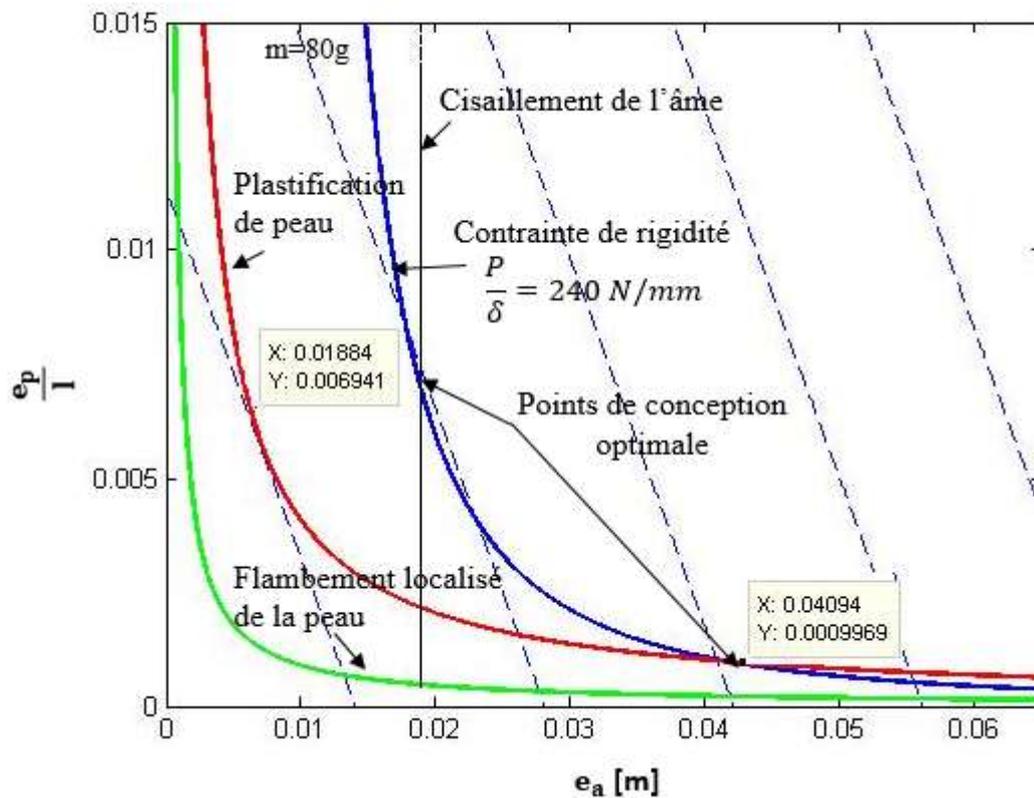


Figure V.11. Résolution graphique du problème d'optimisation de la conception d'une structure sandwich en lin à rigidité et à résistance données.

La Figure V.11 montre une intersection, d'une part, entre la courbe décrivant la rigidité et celle de rupture par cisaillement de l'âme pour une masse minimale de 80g et, d'autre part, entre la courbe de rigidité et celle de rupture par plastification de peau pour une masse plus élevée. Ces points d'intersections donnent les épaisseurs de peaux et d'âme optimales de la structure sandwich en lin pour les contraintes de rigidité et de résistance données.

Une synthèse entre les résultats trouvés par les méthodes analytique et graphique sera réalisée à la fin de ce chapitre avec les résultats de la méthode numérique de la partie suivante.

### V.5. Optimisation d'une structure sandwich en lin : méthode algorithmique

Le nombre limité de contraintes et de variables dans la méthode graphique et la complexité de résolution par la méthode analytique ont amené à aborder les méthodes algorithmiques telles que les algorithmes du simplexe, les algorithmes déterministes et les algorithmes génétiques afin de résoudre de manière efficace des problèmes d'optimisation. Le choix d'une méthode par rapport à l'autre dépend de la forme de la fonction-objectif et celle des contraintes. Les algorithmes du simplexe ne sont applicables que sur des problèmes linéaires. Les algorithmes déterministes sont des méthodes itératives qui nécessitent une fonction explicite afin de

converger vers un minimum local. En ingénierie, les fonctions et les contraintes ne sont pas toujours explicites ou simples à formuler. Le recours à des méthodes métaheuristiques permet de résoudre des problèmes d'optimisation difficiles d'une manière plus efficace que les méthodes classiques (les méthodes déterministes, notamment) en convergeant vers un optimum global de la fonction. Grâce à son aspect stochastique, cette méthode peut être adaptée à une large gamme de problèmes de domaines différents, sans nécessiter de changements profonds dans l'algorithme employé. Divers algorithmes métaheuristiques existent, souvent inspirés de la nature. Les plus connus sont les algorithmes génétiques (GA) [165], les algorithmes de colonies de fourmis [166] et les algorithmes d'optimisation par essais particuliers [167]. Ces dernières années, ces algorithmes d'intelligence en essaims ont connu une croissance importante grâce à leur aptitude à résoudre des fonctions non-linéaires, non-dérivables, de grande dimension et difficilement modélisées analytiquement. Particulièrement, l'optimisation par essais particuliers a prouvé son efficacité et sa polyvalence dans la résolution avec succès de divers problèmes d'optimisation dans des domaines assez variés [168][169][170].

Dans ce contexte, cette technique d'optimisation par essais particuliers (OEP) est sélectionnée pour être appliquée à notre problème d'optimisation de structure sandwich en lin.

### **V.5.1. Présentation de la méthode d'optimisation par essais particuliers**

L'optimisation par essais particuliers (OEP) ou Particle Swarm Optimisation (PSO) en anglais, est l'un des algorithmes évolutionnaires inspirés de la nature, proposé par Russell Eberhart et James Kennedy en 1995 [171]. Il s'agit d'une technique métaheuristique à aspect stochastique qui imite le comportement de recherche de nourriture des essaims d'oiseaux.

L'individu dans une population est appelé particule et ne possède aucune masse ou volume. La première étape de l'algorithme est l'initialisation des particules de l'essaim de manière aléatoire dans l'espace de recherche du problème. A chaque itération, chaque particule se déplace dans l'espace de recherche en fonction de:

- sa composante d'inertie : chaque particule suit sa direction courante de déplacement.
- sa composante cognitive (meilleure position historique) : chaque particule est dotée d'une mémoire lui permettant de se diriger toujours vers le meilleur site par lequel elle est déjà passée.

- sa composante sociale (meilleure position globale) : chaque particule est informée du meilleur site, par lequel ses congénères sont déjà passés et elle tend à les suivre.

A chaque itération  $t+1$ , chaque particule ajuste ses vecteurs vitesse de vol et position selon les équations de la 7<sup>ème</sup> étape données dans l'algorithme ci-dessous. Après déplacement des particules, les nouvelles positions sont évaluées et les deux vecteurs  $\vec{Pbest}_i$  et  $\vec{Gbest}$  sont mis à jour (Figure V.12).

Ce processus d'optimisation est répété jusqu'à satisfaction du critère d'arrêt.

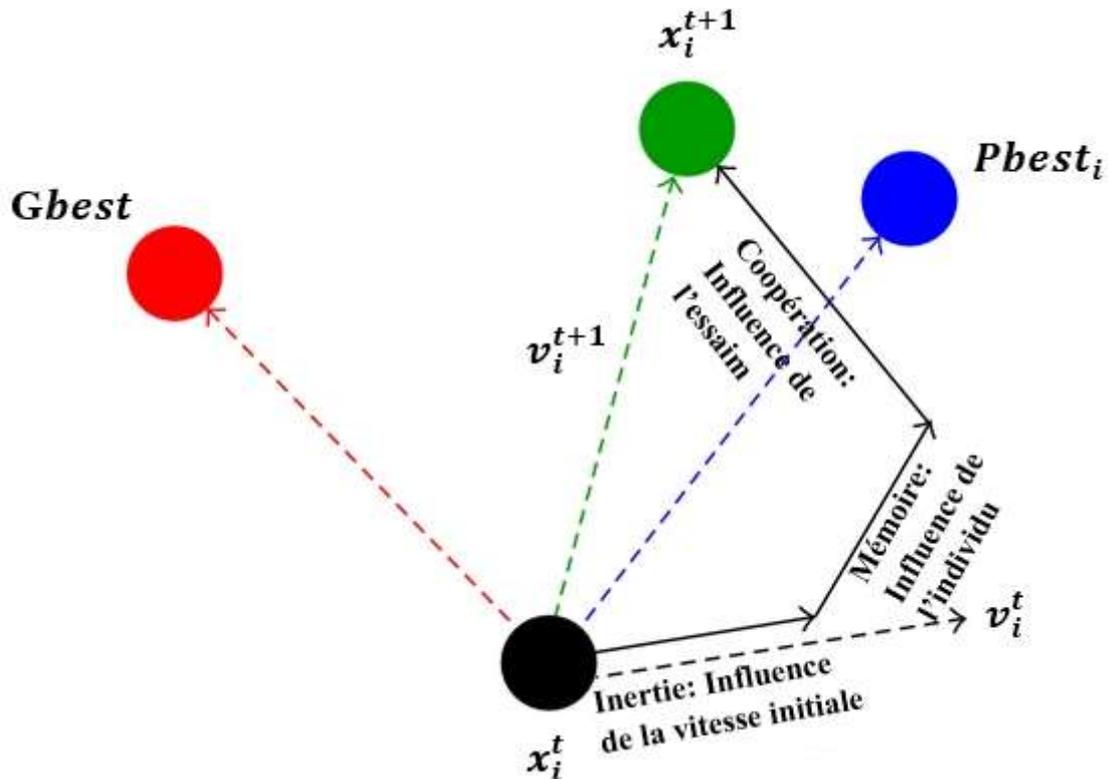


Figure V.12. Représentation vectorielle des mises à jour de la vitesse et de la position d'une particule en OEP.

L'algorithme présenté ci-dessous résume les différentes étapes basiques d'optimisation par OEP.

1. **Début**
2. **Initialiser** aléatoirement N particules: position  $\vec{x}_i$  et vitesse  $\vec{v}_i$
3. **Evaluer** les positions des particules
4. **Définir**  $\vec{Pbest}_i = \vec{x}_i$  pour chaque particule i
5. **Calculer**  $\vec{Gbest}$  selon

$$\vec{Gbest}(t+1) = \arg \min_{\vec{Pbest}_i} f(\vec{Pbest}_i(t+1)), 1 \leq i \leq N$$

6. **Tant que** le critère d'arrêt n'est pas satisfait **faire**

7. **Déplacer** les particules selon

$$v_{i,j}^{t+1} = wv_{i,j}^t + c_1r_{1i,j}^t[pbest_{i,j}^t - x_{i,j}^t] + c_2r_{2i,j}^t[gbest_j^t - x_{i,j}^t]$$

$$j \in \{1, 2, \dots, D\}$$

$$x_{i,j}^{t+1} = x_{i,j}^t + v_{i,j}^{t+1}, j \in \{1, 2, \dots, D\}$$

8. **Evaluer** les positions des particules

9. **Mettre** à jour  $\vec{Pbest}_i$  et  $\vec{Gbest}$  selon

$$\vec{Pbest}_i(t+1) = \begin{cases} \vec{Pbest}_i(t), & \text{si } f(\vec{x}_i(t+1)) \geq \vec{Pbest}_i(t) \\ \vec{x}_i(t+1), & \text{sinon} \end{cases}$$

$$\vec{Gbest}(t+1) = \arg \min_{\vec{Pbest}_i} f(\vec{Pbest}_i(t+1)), 1 \leq i \leq N$$

10. **Fin**

où :

$\vec{x}_i$  et  $\vec{v}_i$  sont les vecteurs position et vitesse de la particule  $i$ .

$\vec{Pbest}_i$  correspond à la meilleure position mémorisée par la particule  $i$ .

$\vec{Gbest}$  représente la meilleure position atteinte par toutes les particules de l'essaim.

$N$  est le nombre de particules de l'essaim.

$f$  est la fonction-objectif à optimiser.

$w$  est une constante, appelée coefficient d'inertie, qui permet de contrôler l'effet de la direction de déplacement instantané sur le déplacement suivant.

$c_1$  et  $c_2$  sont deux constantes, appelées coefficients d'accélération.  $c_1$  est le coefficient qui agit sur le comportement cognitif des particules de l'essaim.  $c_2$  est le coefficient qui contrôle le comportement social des particules.

$r_1$  et  $r_2$  sont deux nombres aléatoires tirés uniformément dans l'intervalle  $[0,1]$ , à chaque itération  $t$  et pour chaque dimension  $j$ .

Comme le montre l'algorithme ci-dessus, plusieurs paramètres de contrôle interviennent dans la résolution du problème d'optimisation par OEP, à savoir la dimension du problème, le nombre de particules, les coefficients d'accélération et d'inertie, le nombre d'itérations, les valeurs aléatoires qui mettent à l'échelle la contribution des composantes cognitives et

sociales et le critère d'arrêt. Pour cela, le choix des valeurs de ces paramètres nécessitent une attention particulière afin d'assurer une bonne convergence vers les solutions optimales.

### V.5.2. Application de l'OEP dans l'optimisation de structures sandwiches

Dans la démarche analytique d'optimisation des épaisseurs  $e_p$  et  $e_a$  et de la densité de l'âme  $\rho_a$  suivie dans ce travail, la minimisation de la masse de la structure sandwich a été le seul objectif poursuivi pour une raideur ( $P/\delta$ ) ou une résistance à la flexion imposées. Toutefois pour une optimisation globale, il est intéressant de considérer également le volume de la structure sandwich comme un deuxième objectif à minimiser, puisqu'il peut constituer un paramètre-clé dans plusieurs domaines d'application. Dans ce contexte, un algorithme basé sur la méthode d'optimisation par essais particuliers adapté aux problèmes bi-objectifs est appliqué à notre problème d'optimisation. Cet algorithme inspiré de Coello et al. [172] a prouvé son efficacité de résolution des problèmes d'optimisation dans plusieurs travaux [173][174]. Sa mise en place est conduite sous environnement MATLAB.

#### - Formulation du problème d'optimisation d'une structure sandwich

Les variables, les fonctions-objectifs et les contraintes constituent les éléments de base pour la formulation d'un problème d'optimisation. Les variables considérées dans ce problème sont les épaisseurs de peaux et de l'âme ( $e_p$  et  $e_a$ ), ainsi que la densité ( $\rho_a$ ) de l'âme. Un intervalle de valeurs possibles est défini pour chacune de ces variables.

Deux fonctions-objectifs sont considérées dans ce problème d'optimisation de la conception d'une structure sandwich en lin. La première présente la masse du panneau en fonction des variables  $e_p$ ,  $e_a$  et  $\rho_a$  (équation V.21). La deuxième donne le volume :

$$V = bl(2e_p + e_a) \quad \text{V.49}$$

L'opération d'optimisation consiste à minimiser ces fonctions. Pour résoudre correctement ce problème bi-objectif, différentes contraintes sont imposées :

- la rigidité ( $P/\delta$ ), exprimée par l'équation V.20 avec une valeur de 240 N/mm, identique à celle imposée dans les parties analytique et graphique est utilisée.
- les résistances appliquées soit séparément soit simultanément :
  - à la rupture simultanée par plastification de peaux et cisaillement de l'âme
  - à la rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme.

Pour respecter la carte de rupture tracée ci-dessus, correspondante à la structure sandwich de cette étude, une contrainte liée à la densité de l'âme ( $\rho_a$ ) est ajoutée à celle de résistance. Il s'ensuit que :

- pour une résistance à la rupture simultanée par plastification de peaux et cisaillement de l'âme, la densité de l'âme doit être supérieure à celle donnée par la frontière entre rupture par plastification et flambement de peau, qui est égale à  $290 \text{ kg/m}^3$ .
- pour une résistance à la rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme, la densité de l'âme doit être inférieure à celle de la frontière ( $< 290 \text{ kg/m}^3$ ).

Pour pouvoir comparer entre les résultats de différentes méthodes de résolution, le principe d'optimisation numérique est appliqué sur des structures sandwiches à :

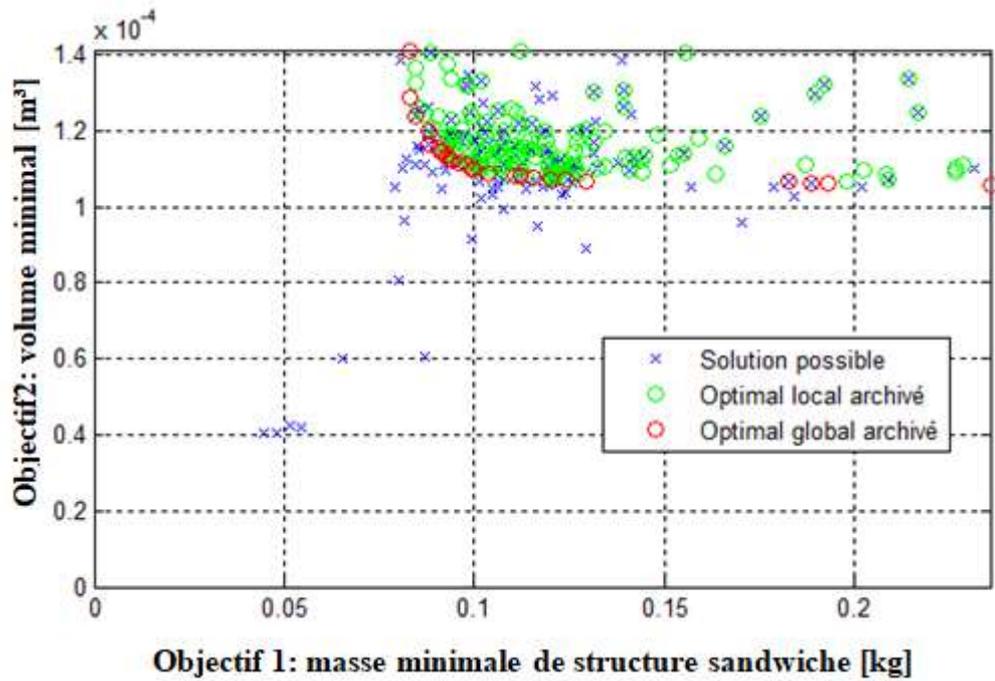
- Longueur  $l$  et largeur  $b$ ,
- propriétés physiques et mécaniques des peaux ( $\rho_p, E_p$ ) et de matériaux solides constitutifs de l'âme ( $\rho_s, E_s$ ),
- et type de chargement

identiques aux structures sandwiches étudiées dans les parties analytique et graphique.

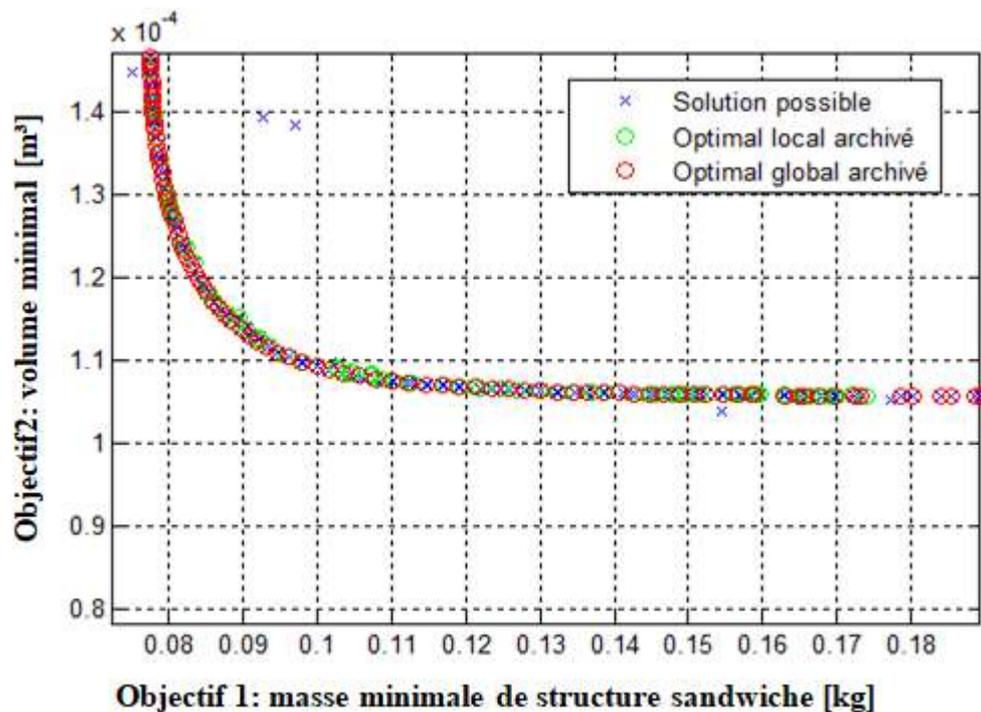
Une taille d'essaim de 200 particules évoluant sur 200 itérations a été définie pour toutes les exécutions de l'algorithme d'OEP.

#### - **Résolution du problème d'optimisation**

Contrairement à l'OEP mono-objectif et à la méthode analytique, la résolution bi-objectifs donne toujours un ensemble de solutions différentes du problème d'optimisation au lieu d'une solution unique, aussi connu sous le nom d'optimum de Pareto (Figure V.13).



(a)



(b)

Figure V.13. Optimum de Pareto formé pour les deux objectifs: (a) après 20 itérations et (b) après 200 itérations.

Diverses combinaisons de solutions sont données par l'algorithme d'optimisation par essais particuliers. Quelques combinaisons de solutions proposées pour les caractéristiques mécaniques de structures sandwiches en lin mentionnées ci-dessus et pour les mêmes

contraintes de rigidité ( $\frac{P}{\delta} = 240 \text{ N/mm}$ ) et de résistance ( $P=500\text{N}$ ) imposées sont présentées dans les Tableau V.3, Tableau V.4, Tableau V.5 et Tableau V.6.

	<b>l</b> (mm)	<b>b</b> (mm)	<b>e<sub>p</sub></b> (mm)	<b>e<sub>a</sub></b> (mm)	<b>ρ<sub>a</sub></b> (Kg/m <sup>3</sup> )	<b>M</b> (g)	<b>V</b> (dm <sup>3</sup> )
<b>Solution1</b>	216	31	1,3	25	420	91,7	0,185
<b>Solution2</b>	216	31	1,3	22,7	450	89,5	0,169
<b>Solution3</b>	216	31	1,5	18,5	513	88,4	0,144
<b>Solution4</b>	216	31	1,6	17,7	530,15	88,7	0,139
<b>Solution5</b>	216	31	1,9	15,3	588,4	90,8	0,127

*Tableau V.3. Solutions proposées au problème d'optimisation de structures sandwiches en lin par l'algorithme d'optimisation par essais particulaires à rigidité imposée.*

	<b>l</b> (mm)	<b>b</b> (mm)	<b>e<sub>p</sub></b> (mm)	<b>e<sub>a</sub></b> (mm)	<b>ρ<sub>a</sub></b> (Kg/m <sup>3</sup> )	<b>M</b> (g)	<b>V</b> (dm <sup>3</sup> )
<b>Solution1</b>	216	31	1,3	7	500	44	0,064
<b>Solution2</b>	216	31	2,4	10,8	420	70,3	0,105
<b>Solution3</b>	216	31	3	7,3	474,6	74,3	0,099
<b>Solution4</b>	216	31	1,5	6	530,15	44	0,060

*Tableau V.4. Solutions proposées au problème d'optimisation de structures sandwiches en lin par l'algorithme d'optimisation par essais particulaires à résistance à la rupture simultanée par plastification de peau et cisaillement de l'âme et à densité d'âme supérieure à 290 kg/m<sup>3</sup>.*

	<b>l</b> (mm)	<b>b</b> (mm)	<b>e<sub>p</sub></b> (mm)	<b>e<sub>a</sub></b> (mm)	<b>ρ<sub>a</sub></b> (Kg/m <sup>3</sup> )	<b>M</b> (g)	<b>V</b> (dm <sup>3</sup> )
<b>Solution1</b>	216	31	1	81,1	250	152	0,556
<b>Solution2</b>	216	31	1	59,4	280	127,6	0,410
<b>Solution3</b>	216	31	1,2	49.1	300	118.2	0,344

*Tableau V.5. Solutions proposées au problème d'optimisation de structures sandwiches en lin par l'algorithme d'optimisation par essais particuliers à résistance à la rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme et à densité d'âme inférieure à 290 kg/m<sup>3</sup>.*

	<b>l</b> (mm)	<b>b</b> (mm)	<b>e<sub>p</sub></b> (mm)	<b>e<sub>a</sub></b> (mm)	<b>ρ<sub>a</sub></b> (Kg/m <sup>3</sup> )	<b>M</b> (g)	<b>V</b> (dm <sup>3</sup> )
<b>Solution1</b>	216	31	0,5	22,3	400	67,8	0,155
<b>Solution2</b>	216	31	1	6	644,2	42,2	0,054
<b>Solution3</b>	216	31	1,5	10	535	60,3	0,087
<b>Solution4</b>	216	31	1,5	32,1	350	99,8	0,235
<b>Solution 5</b>	216	31	1,5	81,1	250	160	0,562
<b>Solution 6</b>	216	31	2	27,6	370	100,9	0,211

*Tableau V.6. Solutions proposées au problème d'optimisation de structures sandwiches en lin par l'algorithme d'optimisation par essais particuliers à rigidité et à résistance imposées simultanément.*

## V.6. Discussion sur les résultats des différentes méthodes

Les différentes solutions proposées par les méthodes analytique, graphique et numérique sont comparées dans le Tableau V.7 qui présente les solutions optimales trouvées pour le problème d'optimisation en rigidité.

	<b>l</b> (mm)	<b>b</b> (mm)	<b>e<sub>p</sub></b> (mm)	<b>e<sub>a</sub></b> (mm)	<b>ρ<sub>a</sub></b> (Kg/m <sup>3</sup> )	<b>M</b> (g)	<b>V</b> (dm <sup>3</sup> )
<b>Méthode analytique</b>	216	31	1,36	20	477,5	86,19	0,152
<b>Méthode graphique</b>	216	31	1,17	20,68	425	~80	0,154
<b>Solution3 de la méthode numérique</b>	216	31	1,5	18,5	513	88,4	0,144

Tableau V.7. Résultats du problème d'optimisation en rigidité par les méthodes analytique, graphique et numérique.

Il est à noter une quasi-similitude entre les résultats des trois méthodes au niveau de la masse optimale. En considérant la masse donnée par la méthode analytique comme référence, alors la méthode graphique donne un écart de 7,2% et la méthode numérique 2,6%. Cette proximité au niveau des résultats valide les trois approches suivies pour la résolution du problème d'optimisation de n'importe quelles structures sandwiches lin en rigidité.

Concernant la résolution du problème en résistance à la rupture, les résultats trouvés par les différentes méthodes sont fonction du type de rupture :

- rupture simultanée par plastification de peaux et cisaillement de l'âme (Tableau V.8)

	<b>l</b> (mm)	<b>b</b> (mm)	<b>e<sub>p</sub></b> (mm)	<b>e<sub>a</sub></b> (mm)	<b>ρ<sub>a</sub></b> (Kg/m <sup>3</sup> )	<b>M</b> (g)	<b>V</b> (dm <sup>3</sup> )
<b>Méthode analytique</b>	216	31	1,17	7,54	593,1	49	0,066
<b>Solution1 de la méthode numérique</b>	216	31	1,3	7	500	44	0,064

Tableau V.8. Résultats du problème d'optimisation en résistance à la rupture simultanée par plastification de peaux et cisaillement de l'âme suivant les méthodes analytique et numérique.

- rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme (Tableau V.9)

Les solutions données par la méthode analytique sont des solutions complexes. Un calcul du module de chacune des solutions complexes est réalisé afin d'obtenir des valeurs réelles.

	<b>l</b> (mm)	<b>b</b> (mm)	<b>e<sub>p</sub></b> (mm)	<b>e<sub>a</sub></b> (mm)	<b>ρ<sub>a</sub></b> (Kg/m <sup>3</sup> )	<b>M</b> (g)	<b>V</b> (dm <sup>3</sup> )
<b>Méthode analytique</b>	216	31	4,89.10 <sup>-17</sup>	22,25	145,4.10 <sup>6</sup>	2,1.10 <sup>7</sup>	0,148
<b>Solution 3 de la méthode numérique</b>	216	31	1,2	49,1	300	118,2	0,344

*Tableau V.9. Résultats du problème d'optimisation en résistance à la rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme suivant les méthodes analytique et numérique.*

Il est évident que les résultats donnés par la méthode analytique sont incohérents dans le Tableau V.9. Ceci est dû à la densité trop élevée de l'âme par rapport à celle donnée par la frontière entre rupture par plastification et par flambement de la peau sur la carte de rupture présentée en Figure V.8. En effet, l'addition de la limite de densité à celle de la résistance à la rupture dans la méthode analytique rend le calcul plus compliqué. Une résolution simple n'est alors possible que lorsque la masse volumique de l'âme est considérée constante. Cependant, la méthode numérique appliquée au problème d'optimisation de la structure sandwich avec les deux contraintes et les trois variables a donné des solutions optimales cohérentes (Tableau V.5). Ceci prouve l'avantage de cette méthode numérique par rapport à la méthode analytique quand le problème devient complexe.

Pour les contraintes de rigidité et de résistance à la rupture par plastification et flambement de la peau et par cisaillement de l'âme toutes imposées simultanément, les solutions optimales des épaisseurs et de la densité de l'âme des structures sandwiches en lin sont trouvées par les méthodes graphique (Figure V.11) et numérique (Tableau V.6). L'approche graphique a montré deux points de conception optimale :

- l'intersection entre la courbe décrivant la rigidité et celle de rupture par cisaillement de l'âme,
- l'intersection entre la courbe décrivant la rigidité et celle de rupture par plastification.

Les résultats graphiques obtenus sont présentés dans le Tableau V.10.

		<b>l</b> (mm)	<b>b</b> (mm)	<b>e<sub>p</sub></b> (mm)	<b>e<sub>a</sub></b> (mm)	<b>ρ<sub>a</sub></b> (Kg/m <sup>3</sup> )	<b>M</b> (g)
<b>Méthode graphique</b>	<b>Point 1</b>	216	31	1,5	18,84	425	80
	<b>Point 2</b>	216	31	0,22	40,9	425	~125

Tableau V.10. Résultats du problème d'optimisation en rigidité et en résistance suivant la méthode graphique.

Pour mieux visualiser les résultats des Tableau V.6 et Tableau V.10 et vérifier leur compatibilité avec la carte de rupture des structures sandwichs développées dans cette étude, les points donnés par la méthode graphique et les solutions proposées par la méthode numérique sont tracés sur cette carte (Figure V.14).

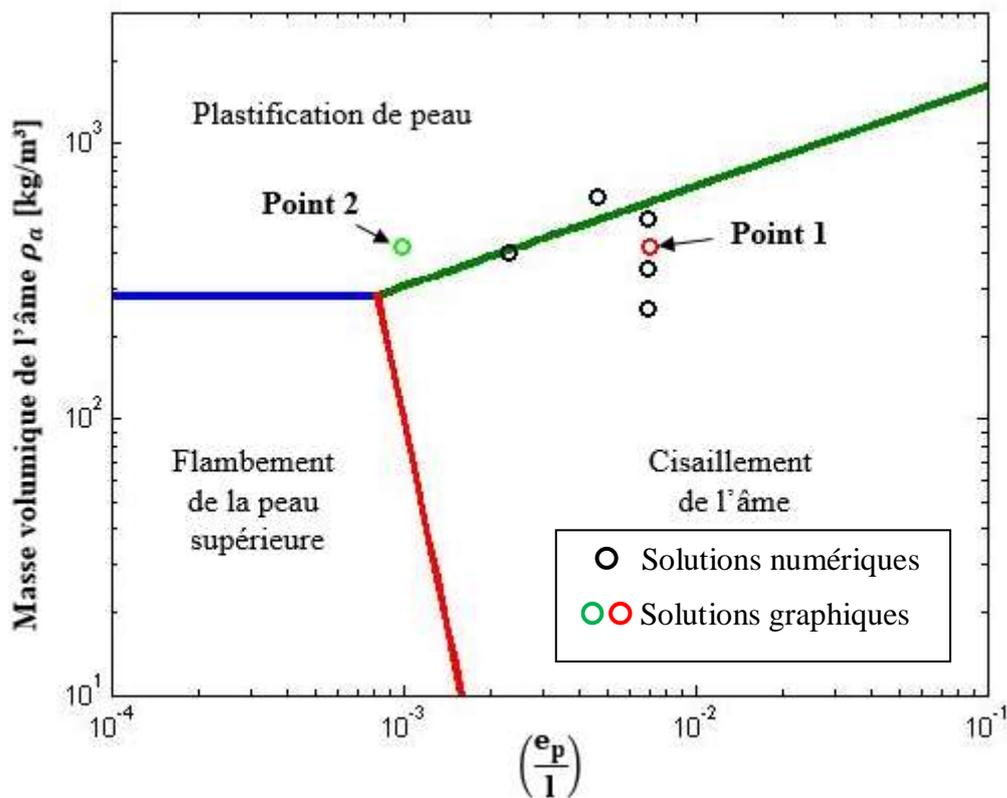


Figure V.14. Tracé des résultats des méthodes graphique et numérique sur la carte de rupture des structures sandwichs avec peaux en fibres de lin/GP56 et âme en anas longs de lin.

Les ruptures prédites par la méthode graphique sont en bonne concordance avec la carte de rupture correspondante aux structures étudiées. Concernant la méthode numérique, trois solutions proposées par l'algorithme d'optimisation par essais particulaires localisent juste à côté de la frontière de la rupture simultanée par plastification de peaux et cisaillement de l'âme.

Les trois approches analytique, graphique et numérique proposées dans ce travail sont concluantes pour la résolution du problème d'optimisation, à rigidité et à résistance imposées, des épaisseurs et de la densité de l'âme de n'importe quelle structure sandwich en lin sollicitée à la flexion. La méthode algorithmique d'optimisation par essais particuliers se montre avantageuse pour l'efficacité de la résolution du problème notamment lorsque les contraintes et les variables sont multiples.

### V.7. Conclusion

Au début de ce chapitre, une modélisation du comportement mécanique des panneaux agglomérés en fonction de la densité relative est réalisée sous forme de relations empiriques. Les résultats ont montré que les modules d'élasticité longitudinal en flexion ( $E_{a-L}/E_s$ ) et radial en compression ( $E_{a-R}/E_s$ ) évoluent respectivement à peu près avec la puissance six et le carré de la densité relative ( $\rho_a/\rho_s$ ), tandis que le module ( $G_{a-LT}/E_s$ ) et la contrainte en cisaillement ( $\tau_{a-LT}/\sigma_{ys}$ ) relatives évoluent approximativement avec le cube de la densité relative ( $\rho_a/\rho_s$ ). Ensuite, le problème d'optimisation de la conception de structures sandwiches en lin développées dans ce travail, à rigidité et à résistance à la rupture imposées, est résolu selon des approches analytique, graphique et numérique. La démarche d'optimisation consiste à trouver la masse minimale de structure sandwich en lin. Considérant l'expression de la masse, qui est fonction des épaisseurs de différents constituants et de la densité de l'âme comme fonction-objectif, la résolution du problème consiste à donner les épaisseurs et la densité de l'âme optimales.

Par recours aux dérivées premières de la fonction-objectif par rapport aux variables du problème d'optimisation, la méthode analytique a permis de donner des solutions optimales correspondantes aux trois variables du problème ( $e_p$ ,  $e_a$  et  $\rho_a$ ) en fonction de la longueur et de la largeur de structure, des propriétés mécaniques des peaux et de l'âme, du type de chargement et de la contrainte imposée.

La méthode graphique est plus simple et rapide. Elle permet de donner une vision globale de tous les éléments (fonction-objectif, contraintes, variables et constantes) intervenant dans le

problème d'optimisation. Les points d'intersection entre ces éléments constituent les solutions optimales.

La méthode algorithmique d'optimisation par essais particuliers a prouvé une meilleure efficacité et simplicité dans la résolution du problème de la conception de structure sandwich en lin à rigidité et à résistance imposées simultanément, par rapport aux deux méthodes précédentes.

Grâce aux résultats très proches donnés par les différentes méthodes, il est conclu que les trois approches proposées sont valides, d'une part, pour la résolution du problème d'optimisation de la conception de structures sandwiches en lin telles que développées dans ce travail et, d'autre part, pour la résolution de ce même problème pour n'importe quelle autre structure sandwich.

Cette démarche d'optimisation est essentielle afin d'obtenir des structures sandwiches qui répondent aux critères structurels, fonctionnels et économiques.



## Conclusion générale et perspectives

Les pertinences techniques et environnementales des fibres de lin ont suscité l'intérêt des scientifiques et des industriels à exploiter leur potentialité en vue d'élargir leurs domaines d'applications. Aujourd'hui, en étudiant la légèreté, le comportement mécanique, l'amortissement des vibrations et le cycle de vie des composites renforcés de fibres de lin, les chercheurs s'efforcent de les positionner favorablement vis-à-vis des matériaux composites entièrement synthétiques pour des applications structurelles. Associé à des structures sandwiches, le tissu technique de lin contribue significativement à l'amélioration de leurs performances acoustiques, thermiques, vibratoires et bien évidemment de leurs performances mécaniques spécifiques. Dans ce contexte, l'objectif initial de ce travail étant de fabriquer des structures sandwiches avec peaux renforcées de fibres de lin capables de répondre à des contraintes fonctionnelles, économiques et environnementales.

Afin de favoriser la gestion de cycle de vie des structures sandwiches étudiées tout en respectant leurs fonctionnalités mécaniques, la sélection d'une matrice et d'une âme totalement ou partiellement biosourcées adaptée aux fibres de lin, constitue un atout majeur. En se basant sur des données compilées de la bibliographie, le couple fibres de lin/époxy a montré une bonne adhérence et adaptation. Dans la démarche d'une éco-conception, la résine thermodurcissable SR GreenPoxy 56 partiellement biosourcée a été sélectionnée pour servir initialement comme matrice dans les peaux renforcées de fibres de lin des structures sandwiches étudiées. L'étude de son comportement en traction a montré sa forte rigidité. L'originalité de ces travaux de thèse se concentre sur l'âme développée à base d'anas de lin agglomérés également par la résine SR GreenPoxy 56, afin de favoriser le critère écologique des panneaux. En tant que liant particulier et afin d'étudier sa capacité d'imprégnation, une étude de la mouillabilité des anas de lin par la résine SR GreenPoxy 56 a été réalisée. Dans un premier temps, la méthode de Wilhelmy a été suivie pour mesurer les tensions de surface du liant et des anas de lin et leurs composantes polaire et dispersive, ainsi que l'angle de contact statique entre un anas et différents liquides y compris la résine. Dans un second temps et afin de se rapprocher d'une imprégnation dans un milieu fibreux, la méthode de remontée

capillaire a été appliquée pour mesurer l'angle de contact dynamique. Les résultats ont montré une capacité d'adhésion favorable entre les anas de lin et la résine sélectionnée.

Après identification des matériaux constituant des structures sandwich étudiées, un travail conjoint entre les procédés d'élaboration et les propriétés recherchées est réalisé. Les peaux en composites élaborés par le procédé d'infusion ont révélé de bonnes propriétés spécifiques en traction. Concernant les panneaux agglomérés anas/époxy, deux procédés de mise en œuvre ont été développés. Le procédé de moulage par thermocompression a montré sa pertinence par rapport au procédé de moulage manuel, en termes de reproductibilité, légèreté et fonctionnalité. Ce choix a été appuyé d'une part, par des observations microstructurales par microscopie optique et électronique à balayage et par micro-tomographie à rayons X et, d'autre part, par des résultats expérimentaux. Afin d'appréhender et d'évaluer les différentes performances de ces panneaux en anas de lin, deux tailles de particules ont été testées, dont les résultats de caractérisation ont mis en évidence leurs effets sur les propriétés mécaniques, thermiques et physiques des panneaux élaborés. La recherche de bonnes propriétés en flexion et en isolation thermique des panneaux exige l'utilisation des anas longs. Néanmoins, l'utilisation des anas de lin courts ( $L=2\text{mm}$ ) favorise l'homogénéité de la densité des panneaux et la réduction de la porosité et de la rugosité de surface. Par conséquent, la stabilité dimensionnelle, l'adhésion interne et la résistance en compression des panneaux à anas courts sont améliorés. Associés à la carte d'Ashby, les panneaux anas de lin/GP56 élaborés par thermocompression ont prouvé des performances spécifiques en flexion par rapport à d'autres matériaux d'âme typiquement utilisés (Figure VI.1).

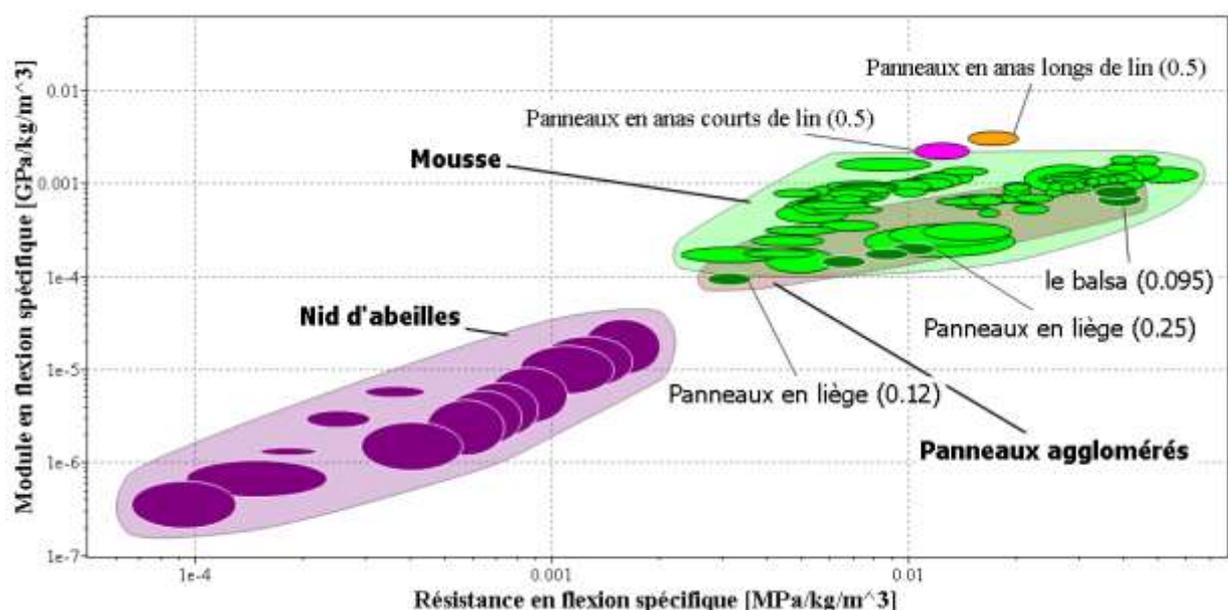
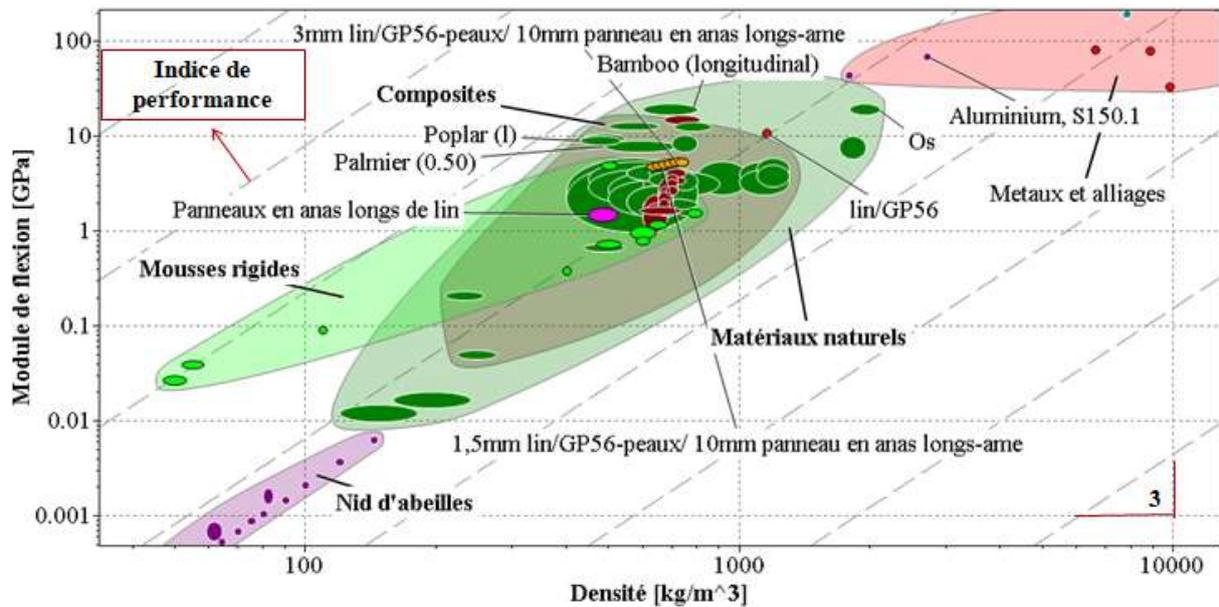
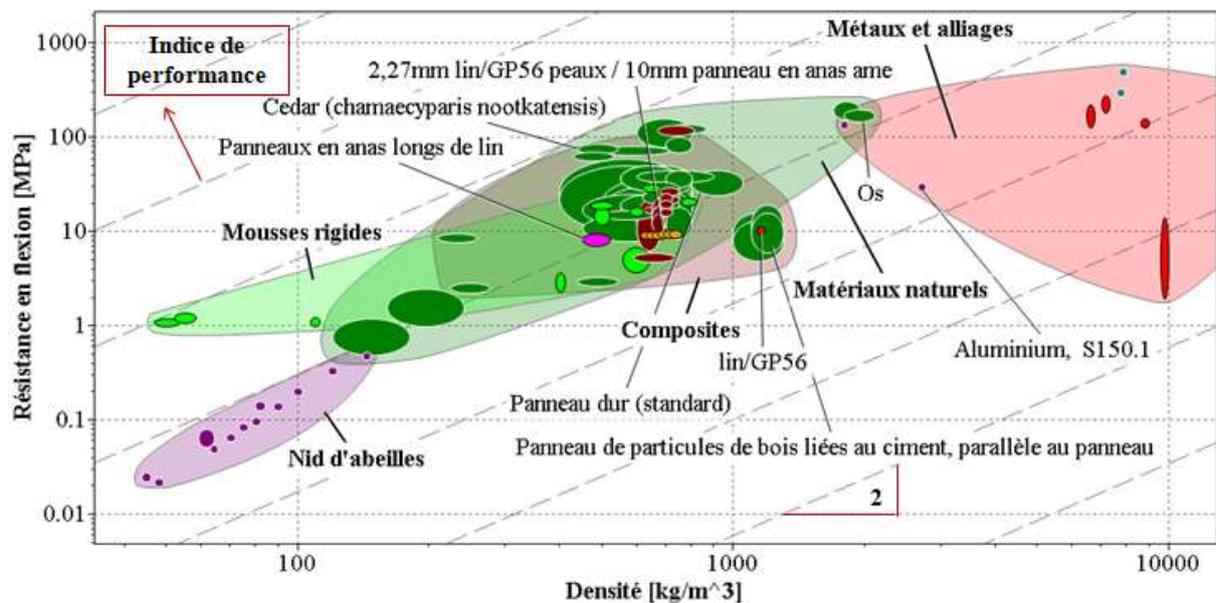


Figure VI.1. Les panneaux en anas de lin dans une carte de sélection d'âmes d'Ashby.

Lors de l'assemblage des différents constituants des structures sandwichs en lin, deux procédés (moulages sous vide et en thermocompression) ont été retenus pour leur mise en œuvre. La technique de moulage sous vide a montré des imperfections au niveau de l'interface peaux/âme. Ceci a été démontré par des essais de traction perpendiculaire accompagnés d'observations microscopiques. Le comportement en flexion 3-points quasi-statique des différentes structures sandwichs élaborées a été étudié en faisant varier la distance entre appuis. Les résultats expérimentaux ont montré, d'une part, que la taille des anas de lin, le procédé de mise en œuvre et la longueur de portée ont un impact significatif sur les rigidités équivalentes en flexion et en cisaillement des structures étudiées et, d'autre part, une bonne corrélation avec la théorie des plaques sandwichs. Pour mieux évaluer le potentiel des structures sandwichs développées en lin, une structure sandwich de référence composée de peaux en fibres de verre et résine polyester (UP) et d'une âme en nid d'abeilles (Nidaplast 8RI), typiquement utilisée dans les cloisons de camions, testée en flexion 3-points, a mis en évidence l'intérêt des structures avec âme en anas courts de lin élaborées par thermocompression pour des courtes distances entre appuis. Pour une vision globale et afin de mettre en relief l'intérêt de structures sandwichs et du choix d'âme effectué, une représentation sur des cartes d'Ashby a été effectuée sur les propriétés en flexion en fonction de la densité de structures sandwichs en lin développées par rapport aux matériaux monolithiques (Figure VI.2) de plusieurs structures sandwichs avec peaux renforcées de fibres de lin ( $1 < e_p < 4\text{mm}$ ) et avec différents types d'âmes ( $e_a = 10\text{mm}$ ).



(a)



(b)

Figure VI.2. (a) Module de flexion et (b) résistance en flexion en fonction de la densité pour les structures sandwiches développées avec peaux lin/GP56 d'épaisseur de 1 à 4mm et âme en anas longs/GP56 de 10mm d'épaisseur et  $500 \text{ kg/m}^3$  de densité par rapport aux matériaux monolithiques.

Dans la même optique, la Figure VI.3 compare les mêmes structures sandwiches en lin avec des structures sandwiches ayant les mêmes peaux mais des âmes alternatives : panneaux de particules de bois et de liège ( $250 \text{ kg/m}^3$ ), balsas, nids d'abeilles en PP ( $82 \text{ kg/m}^3$ ) et en aluminium ( $22 \text{ kg/m}^3$ ), mousses en PVC.

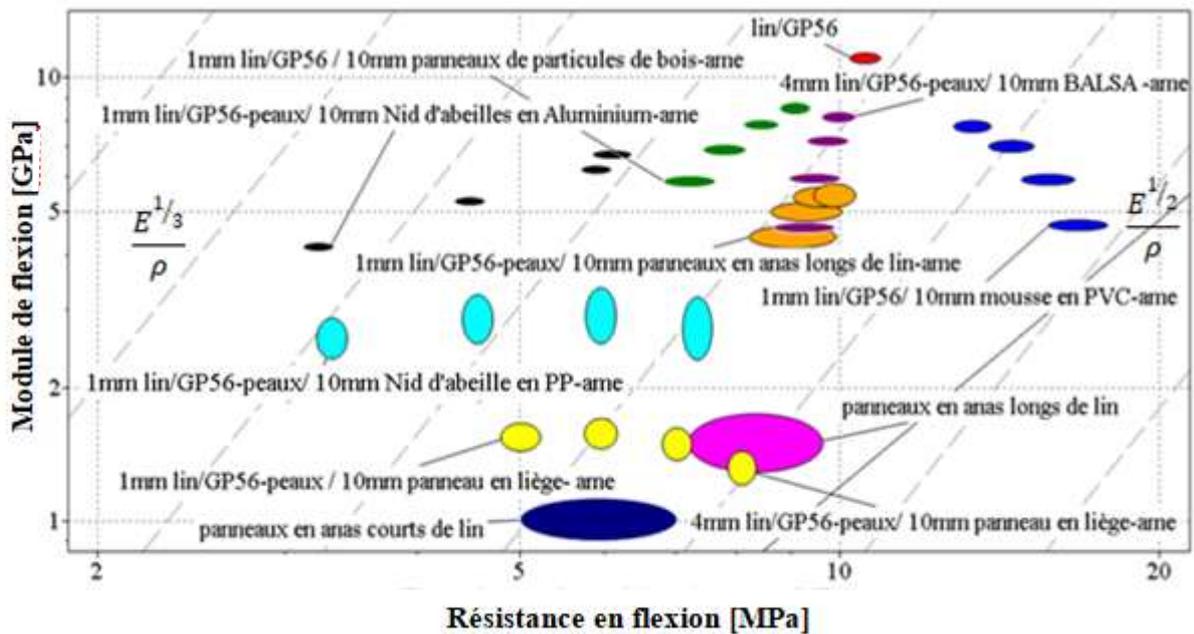


Figure VI.3. Evolution du module en fonction de la résistance en flexion de structures sandwiches avec peaux en lin/GP56 d'épaisseur allant de 1 à 4mm et âme en anas longs/GP56 de 10mm d'épaisseur et  $500 \text{ kg/m}^3$  de densité soumises à la flexion 3-points avec longueur de portée de 216 mm.

Grâce à ces trois cartes, les structures sandwiches développées dans le cadre de ce travail et les peaux en fibres de lin/GP56 montrent leurs performances en rigidité et en résistance en flexion par rapport aux matériaux monolithiques et aux structures sandwiches avec d'autres âmes couramment utilisées.

Enfin pour arriver à répondre à la problématique principale de ce travail liée à l'optimisation de la conception de structures sandwiches en lin développées, à rigidité et à résistance à la rupture imposées, trois approches, analytique, graphique et numérique, ont été développées. La démarche d'optimisation consiste à trouver la masse minimale de structure sandwich en lin à travers la recherche des épaisseurs de chacun des constituants et la densité d'âme optimales. Les trois approches proposées sont valides et valables pour toutes les structures sandwiches. Toutefois, la méthode algorithmique d'optimisation par essais particuliers a prouvé une meilleure efficacité et simplicité dans la résolution du problème de la conception de structure sandwich, par rapport aux méthodes analytique et graphique.

Ce travail a permis d'identifier une structure sandwich innovante en grande partie bio-sourcée, qui possède des propriétés mécaniques satisfaisantes par rapport à d'autres structures

relativement chères et moins écologiques. Pour évaluer davantage ses performances, il serait intéressant de :

- poursuivre les analyses de mouillabilité dynamique en jouant sur la taille et les conditions hygroscopiques des anas de lin, en mouillant directement avec la résine SR GreenPoxy 56 qui réticule, afin de mieux appréhender les mécanismes d'adhésion entre anas et résine. L'étude des couplages multiphysiques et hygrothermiques avec la résine permet de mieux contrôler les effets induits sur la santé-matière des matériaux composites élaborés par des procédés LCM,
- vérifier les résultats donnés par les trois approches abordées dans le travail d'optimisation de leur conception par une approche expérimentale plus complète en faisant varier la densité de l'âme en anas de lin par exemple. Ceci permettra d'élargir le champ de validation des approches d'optimisation proposées et de rechercher les origines de différences si celles-ci existent,
- explorer ses différentes fonctionnalités (thermique, acoustique, vibratoire, etc.), afin de mieux discerner ses limites et ses domaines d'application.



## Liste des figures

Figure I.1. Evolution du marché mondial des composites par domaine d'application entre....	20
Figure I.2. Différents exemples de produits finis [5].	22
Figure I.3. (a) Les 45 kg de fibres naturelles dans une Mercedes.....	23
Figure I.4. L'utilisation des fibres naturelles autres que le bois et coton dans l'industrie automobile en Europe (2012) [5].	23
Figure I.5. Comparaison des impacts environnementaux de la production de biocomposites lin/PLLA et composite verre/polyester [6].	24
Figure I.6. Techniques de mise en œuvre des composites à fibres végétales.	26
Figure I.7. Principe de moulage par injection d'un composite thermoplastique renforcé de fibres naturelles [5].	27
Figure I.8. Principe du procédé du moulage par compression.	28
Figure I.9. Principe de moulage sous vide [22].	29
Figure I.10. Les différents types d'enroulement filamentaire [23].	30
Figure I.11. Distribution des contraintes en flexion : (a) dans un panneau monolithique et (b) dans une structure sandwich.	37
Figure I.12. Comparaison des performances mécaniques en flexion entre un panneau de référence et deux structures sandwiches d'épaisseurs différentes pour une même masse [40].	37
Figure I.13. Les différents types d'âme : (a) mousse PVC, (b) nid d'abeilles en aramide et (c) balsa.	39
Figure I.14. Comportement en flexion trois-points quasi-statique d'une structure sandwich à peaux renforcées de fibres de carbone et âme en nid d'abeilles en aluminium [43].	41
Figure II.1. Les différents critères intervenant dans le choix d'un matériau.	49
Figure II.2. Rigidité spécifique en fonction de la résistance spécifique des fibres végétales et des fibres de verre.	50
Figure II.3. LINCORE FF UD 200.	51
Figure II.4. Résistance en traction par rapport au prix en fonction de la température maximale de service pour des matrices courantes de matériaux composites.	52
Figure II.5. Résistance en traction par rapport au prix en fonction de la résistance à l'eau fraîche pour des matrices courantes de matériaux composites.	52
Figure II.6. Coupe transversale d'une tige de lin [78].	56

Figure II. 7. Représentation schématique de la structure d'une fibre élémentaire de lin [79].	57
Figure II.8. Structure de la cellulose [82].	58
Figure II.9.Courbe force-déplacement typique d'une fibre de lin sous chargement axial [76].	60
Figure II.10. Faciès de rupture d'une fibre de lin après un essai de traction : la paroi secondaire illustre une orientation microfibrillaire parallèle à la direction de chargement [76].	61
Figure II.11. Illustration du mécanisme de réarrangement des fibrilles lors d'un essai de traction de fibre de chanvre [91].	62
Figure II.12. Dispositif expérimental pour les essais de traction sur les éprouvettes de résine.	64
Figure II.13. Comportement en traction de la résine SR GreenPoxy56.	65
Figure II.14.Anas de lin en vrac.	66
Figure II.15. (a) Observation par micro-tomographie à rayons X des vaisseaux continus. (b) Disposition irrégulière en file radiale des vaisseaux. (c) Observation des stries, des spirales et des trous.	68
Figure II.16. Dispositif expérimental de compression des anas de lin en vrac.	70
Figure II.17.Courbes contrainte-déformation de compression des particules d'anas de lin en vrac non-broyés.	71
Figure II.18. Evolution de la charge en fonction du déplacement lors d'un essai de déchaussement d'une microgoutte d'époxy de fibres de lin Hermes et Electra [104].	73
Figure II.19. Deux exemples d'échantillons différents pour l'essai de pull-out.	73
Figure II. 20. Goutte d'un liquide en équilibre sur un substrat solide.	75
Figure II.21. Dispositif expérimental : tensiomètre K100SF.	76
Figure II.22. Principe de la méthode de la lame de Wilhelmy.	77
Figure II. 23. Principe de la mesure de la tension interfaciale entre la résine et le n-hexane [110].	81
Figure II.24.Evolution de la force capillaire en fonction de la profondeur d'immersion d'un anas immergé dans le n-héxadecane.	83
Figure II.25. Détermination des composantes polaire et dispersive des anas de lin par la méthode de l'ajustement linéaire de la relation d'Owens-Wendt.	86
Figure II.26. Les différentes formes de l'espace poral présent dans un milieu fibreux [120].	90
Figure II.27. Evolution du facteur géométrique C en fonction du taux volumique d'anas.	91

Figure III.1. (a) Procédé d'infusion de résine liquide pour la fabrication des peaux composites. (b) Vue de face du stratifié élaboré. (c) Vue de derrière du même stratifié. (d) .....	100
Figure III.2. Dispositif expérimental d'essai de traction : (a) montage de l'éprouvette sur la machine de traction et (b) extensomètres longitudinal et transversal.....	103
Figure III.3. Comportement en traction du matériau composite UD lin/GP56 dans la direction 0° .....	104
Figure III.4. Comportement en traction du matériau composite UD lin/GP56 dans la direction 90°.....	105
Figure III.5. Comportement en traction du matériau composite UD lin/GP56 dans la direction 45°.....	106
Figure III.6. Comportement en traction des stratifiés croisés lin/GP56 : (a) CR[0/90] <sub>s</sub> et (b) CR[+45/-45] <sub>s</sub> .....	107
Figure III.7. Propriétés élastiques spécifiques rapportées à un taux volumique des fibres 29% : (a) des stratifiés unidirectionnels lin/GP56 et verre/UP et (b) des stratifiés croisés lin/GP56 et verre/UP.....	109
Figure III.8. Propriétés spécifiques de rupture rapportées à un taux volumique des fibres 29% : (a) des stratifiés unidirectionnels lin/GP56 et verre/UP et (b) des stratifiés croisés lin/GP56 et verre/UP. ....	109
Figure III. 9. (a) Procédé de moulage manuel et (b) vue de face d'un panneau élaboré par moulage manuel. ....	111
Figure III.10. (a) Moule de thermocompression, (b) panneau avec anas longs et (c) panneau avec anas courts de surface 300*300 mm <sup>2</sup> . ....	112
Figure III.11. Images de micro-tomographie à rayons X : (a) d'un échantillon de panneau en anas longs élaboré par moulage par thermocompression (résolution 10µm), (b) d'un échantillon de panneau en anas courts élaboré par moulage par thermocompression (résolution 10µm), (c) d'un échantillon de panneau élaboré par moulage manuel (résolution 10µm), (d) d'un brin prélevé d'un panneau élaboré par thermocompression (résolution 2,5µm) et (e) d'un brin prélevé de panneau élaboré par moulage (résolution 2,5µm).....	114
Figure III.12. Comportement en compression : (a) des panneaux avec des anas courts élaborés par thermocompression, (b) des panneaux avec des anas longs élaborés par thermocompression et (c) des panneaux avec des anas longs élaborés par moulage manuel. ....	115
Figure III.13. Dispositif expérimental de flexion 3-points. ....	117
Figure III.14. Dispositif expérimental de traction perpendiculaire. ....	118

Figure IV.1. Procédé d'infusion de : (a) structure sandwich avec âme en anas de lin en vrac et (b) structure sandwich de référence. ....	126
Figure IV.2. (a) Structure sandwich élaborée par infusion avec âme préalablement fabriquée par thermocompression. (b) Structure sandwich de référence verre/polyester/Nidaplast 8 RI. ....	127
Figure IV.3. Séquence d'empilement des différents constituants d'une structure sandwich élaborée par thermocompression. ....	127
Figure IV.4. Procédé de moulage sous vide d'une structure sandwich. ....	128
Figure IV.5. Différents plans de coupes de micro-tomographie à rayons X d'un échantillon de structure sandwich élaborée par infusion. ....	129
Figure IV.6. Qualité de l'interface entre peaux et âme de structures sandwichs élaborées par moulage sous vide pour les âmes avec : (a) des anas longs et (b) des anas courts. ....	130
Figure IV.7. Qualité de l'interface peaux/âme de structures sandwichs élaborées par thermocompression pour les âmes avec : (a) des anas longs et (b) des anas courts. ....	131
Figure IV.8. Echantillon de structure sandwich dans le dispositif de traction perpendiculaire. ....	132
Figure IV.9. Rupture observée sur une structure sandwich élaborée par thermocompression sollicitée en traction perpendiculaire. ....	133
Figure IV.10. Faciès de rupture d'une structure sandwich élaborée par moulage sous vide. ....	134
Figure IV.11. Dimensions d'une structure sandwich ; l est la distance entre appuis, également appelée longueur de portée et P, la charge appliquée. ....	135
Figure IV.12. Répartition des contraintes normales de flexion dans une structure sandwich [40]. ....	139
Figure IV.13. Répartition des contraintes de cisaillement dans une structure sandwich[40]. ....	140
Figure IV.14. Dispositif expérimental de flexion 3-points. ....	141
Figure IV.15. Comportement en flexion 3-points quasi-statique des différents types de structures sandwichs à base de lin : SAC (sandwich avec âme en anas courts) et SAL (sandwich avec anas longs). ....	142
Figure IV.16. Comportement en flexion 3-points en fonction de la distance entre appuis: (a) des structures sandwichs élaborées par thermocompression avec âme en anas courts et (b) des structures sandwichs de référence en verre et à âme en Nidaplast 8 RI. ....	143
Figure IV.17. Evolution de la raideur des structures sandwichs en fonction de $(l^2/e_t^2)$ . ....	144

Figure IV.18. Evolution du rapport ( $\delta/Pl$ ) des structures sandwiches en fonction de ( $l^2/e_t^2$ ).	144
Figure IV.19. Comparaison entre courbes expérimentales et théoriques de l'évolution de la raideur en fonction de l'élanement des différentes structures sandwiches. ....	146
Figure IV.20. Infiltration de résine dans quelques pores de l'âme en nid d'abeilles. ....	147
Figure IV.21. Rupture par cisaillement des structures sandwiches élaborées par moulage en thermocompression avec : (a) anas courts et (b) anas longs. ....	149
Figure IV.22. Rupture par délaminage suivi de cisaillement d'âme pour les structures sandwiches élaborées par moulage sous vide à : (a) anas courts et (b) anas longs.....	152
Figure IV.23. Evolution du comportement en flexion 3-points en fonction de la distance entre appuis des structures sandwiches références en verre et âme en Nidaplast 8RI.....	153
Figure IV.24. Mode de rupture observé sur les structures sandwiches références verre/Nidaplast : (a) pour $l=220$ mm, (b) $l=440$ mm et (c) pour toutes les distances entre appuis testées (220, 280,350 et 440 mm).....	154
Figure V.1. Section au niveau d'un tronc de chêne.....	161
Figure V.2. Evolution : (a) du module d'Young, (b) de la résistance en compression, (c) du module de cisaillement et (d) de la résistance en cisaillement en fonction de la densité du bois. ....	162
Figure V.3. Orientation des anas de lin dans un échantillon de panneau aggloméré par moulage en thermocompression en micro-tomographie à rayons X : en haut, coupe vue du dessus et, en bas, coupes transverses.....	165
Figure V.4. Les trois directions principales d'un panneau aggloméré. ....	167
Figure V.5. Relations empiriques entre la densité relative des panneaux agglomérés en anas de lin et : (a) le module d'Young longitudinal relatif, (b) le module d'Young radial relatif, (c) le module de cisaillement dans le plan radial-tangentiel relatif et (d) la contrainte relative en cisaillement. ....	168
Figure V.6. Structure sandwich soumise à la flexion 3-points.....	171
Figure V.7. Masse minimale en fonction de la raideur de la structure sandwich avec peaux en lin et âme en anas de lin.....	174
Figure V.8. Carte de rupture des structures sandwiches en fibres de lin/anas longs de lin/GP56.....	176
Figure V.9. Placement des résultats expérimentaux sur la carte de rupture des structures sandwiches en fibres de lin/anas longs de lin/GP56.....	177

Figure V.10. Résolution graphique du problème d'optimisation de la conception d'une structure sandwich en lin à rigidité donnée.....	181
Figure V.11. Résolution graphique du problème d'optimisation de la conception d'une structure sandwich en lin à rigidité et à résistance données.....	182
Figure V.12. Représentation vectorielle des mises à jour de la vitesse et de la position d'une particule en OEP.....	184
Figure V.13. Optimum de Pareto formé pour les deux objectifs: (a) après 20 itérations et (b) après 200 itérations.....	188
Figure V.14. Tracé des résultats des méthodes graphique et numérique sur la carte de rupture des structures sandwiches avec peaux en fibres de lin/GP56 et âme en anas longs de lin. ....	193
Figure VI.1. Les panneaux en anas de lin dans une carte de sélection d'âmes d'Ashby. ....	198
Figure VI.2. (a) Module de flexion et (b) résistance en flexion en fonction de la densité pour les structures sandwiches développées avec peaux lin/GP56 d'épaisseur de 1 à 4mm et âme en anas longs/GP56 de 10mm d'épaisseur et 500 kg/m <sup>3</sup> de densité par rapport aux matériaux monolithiques.....	200
Figure VI.3. Evolution du module en fonction de la résistance en flexion de structures sandwiches avec peaux en lin/GP56 d'épaisseur allant de 1 à 4mm et âme en anas longs/GP56 de 10mm d'épaisseur et 500 kg/m <sup>3</sup> de densité soumises à la flexion 3-points avec longueur de portée de 216 mm. ....	201

## Liste des tableaux

Tableau I.1. Augmentation du volume du marché des éco-composites (composites bois-plastique et composites à fibres naturelles) en Europe de 2012 à 2017 dans différents domaines d'applications [5].	21
Tableau I.2. Valeurs du facteur d'efficacité d'orientation pour différents types de renforts [38].	35
Tableau I.3. Valeurs de la constante K pour différents arrangements des fibres [39].	36
Tableau II.1. Valeurs de la contrainte apparente de cisaillement interfacial pour différentes interfaces lin/matrice.	53
Tableau II.2. Exemple de proportion des constituants chimiques d'une fibre de lin [67].	58
Tableau II.3. Les propriétés mécaniques en traction des principales fibres végétales et de verre E [89].	60
Tableau II.4. Propriétés élastiques et à la rupture de la résine.	65
Tableau II.5. Constituants des fibres de lin, des anas de lin et du bois tendre.	66
Tableau II.6. Les caractéristiques des liquides modèles à 20°C [112].	77
Tableau II.7. Tension de surface de la résine SR GreenPoxy 56 comparée à d'autres résines thermodurcissables.	79
Tableau II.8. Composantes de la tension de surface des résines.	82
Tableau II.9. Angles de contact statiques des anas de lin avec les différents liquides testés pour les deux temps de maintien en phase statique 60s, et 120s.	84
Tableau II.10. Energie d'adhésion entre anas de lin et les différents liquides.	85
Tableau II.11. Composantes polaire et dispersive des anas de lin.	86
Tableau II.14. Angle de contact dynamique en fonction de la fraction volumique d'anas de lin.	92
Tableau III.1. Propriétés élastiques et à la rupture des stratifiés UD-0, UD-90 et UD-45.	107
Tableau III.2. Module de compression et contrainte à 10% de déformation des différents panneaux.	116
Tableau III.3. Propriétés des panneaux agglomérés par thermocompression et valeurs exigées par la norme NF EN 15197-Type FB2.	119

Tableau IV.1. Résistance à la traction perpendiculaire des différentes structures sandwiches.....	134
Tableau IV.2. Valeurs des constantes B1, B2, B3 et B4 selon différents types de chargements.....	137
Tableau IV.3 Différents modes d'endommagement de structures sandwiches symétriques soumises à la flexion 3-points.....	141
Tableau IV. Récapitulatif des caractéristiques mesurées des panneaux sandwichs en flexion 3-points quasi-statique pour une longueur de portée égale à 250 mm.....	143
Tableau IV.5. Rigidités équivalentes calculées en flexion et en cisaillement des structures sandwiches de référence et en lin.....	146
Tableau IV.6. Résistances en cisaillement des ames à base d'anas de lin déduites des essais de flexion 3-points.....	151
Tableau IV.7. Module et résistance en cisaillement de l'ame Nidaplast 8RI et résistance en compression des peaux composites verre/UP.....	155
Tableau V.1. Valeurs des constantes liées aux chargements radial et tangentiel.....	164
Tableau V.2. Coefficients de proportionnalité et puissances trouvés empiriquement. ....	169
Tableau V.3. Solutions proposées au problème d'optimisation de structures sandwiches en lin par l'algorithme d'optimisation par essais particuliers pour une contrainte de rigidité imposée. ....	189
Tableau V.4. Solutions proposées au problème d'optimisation de structures sandwiches en lin .....	189
Tableau V.5. Solutions proposées au problème d'optimisation de structures sandwiches en lin par l'algorithme d'optimisation par essais particuliers pour une contrainte de résistance à la rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme et une densité d'âme inférieure à celle donnée par la frontière.....	190
Tableau V.6. Solutions proposées au problème d'optimisation de structures sandwiches en lin par l'algorithme d'optimisation par essais particuliers pour contraintes simultanées de rigidité et de résistance. ....	190
Tableau V.7. Résultats du problème d'optimisation en rigidité par les méthodes analytique, graphique et numérique. ....	191
Tableau V.8. Résultats du problème d'optimisation en résistance à la rupture simultanée par plastification de peaux et cisaillement de l'âme suivant les méthodes analytique et numérique. ....	191

Tableau V.9. Résultats du problème d'optimisation en résistance à la rupture simultanée par flambement de la peau supérieure et cisaillement de l'âme suivant les méthodes analytique et numérique. ....192

Tableau V.10. Résultats du problème d'optimisation en rigidité et en résistance suivant la méthode graphique. ....193

## Bibliographie

- [1] P. Parneix and D. Lucas, “Les structures composites en construction navale militaire,” *Techniques de l’Ingénieur*, vol. 1, no. AM5665. pp. 1–18.
- [2] A. Giocosa, “Les composites dans l’industrie automobile.” pp. 1–9, 1999.
- [3] Y. Rémond and J.-F. Caron, “Les matériaux composites dans le sport,” *La chimie et le sport*. pp. 195–209, 2011.
- [4] Gerald L. Dillingham, “Aviation Safety - Status of FAA’s Actions to Oversee the Safety of Composite Airplanes,” 2011.
- [5] Experts of the European Scientific Council of the European Cofederation of Flax and Hemp, *Flax and Hemp Fiber Composites, a market reality*, JEC Group. 2018.
- [6] A. Le Duigou, P. Davies, and C. Baley, “Life cycle analysis of a Flax/PLLA biocomposite,” *Mater. Tech.*, vol. 98, no. 2, pp. 143–150, 2010, doi: 10.1051/mattech/2010021.
- [7] T. Bayerl, M. Geith, A. A. Somashekar, and D. Bhattacharyya, “Influence of fibre architecture on the biodegradability of FLAX/PLA composites,” *Int. Biodeterior. Biodegrad.*, vol. 96, pp. 18–25, 2014, doi: 10.1016/j.ibiod.2014.08.005.
- [8] F. Duc, P. E. Bourban, C. J. G. Plummer, and J. A. E. Månson, “Damping of thermoset and thermoplastic flax fibre composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 64, pp. 115–123, 2014, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.04.016.
- [9] M. Assarar, W. Zouari, R. Ayad, H. Kebir, and J. M. Berthelot, “Improving the damping properties of carbon fibre reinforced composites by interleaving flax and viscoelastic layers,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 152, no. March, pp. 248–255, 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.07.010.
- [10] Z. Mahboob and H. Bougherara, “Fatigue of flax-epoxy and other plant fibre composites: Critical review and analysis,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 109, no. March, pp. 440–462, 2018, doi: 10.1016/j.compositesa.2018.03.034.
- [11] D. U. Shah, P. J. Schubel, M. J. Clifford, and P. Licence, “Fatigue life evaluation of aligned plant fibre composites through S-N curves and constant-life diagrams,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 74, pp. 139–149, 2013, doi: 10.1016/j.compscitech.2012.10.015.
- [12] G. Park and H. Park, “Structural design and test of automobile bonnet with natural flax composite through impact damage analysis,” *Compos. Struct.*, vol. 184, no. September 2016, pp. 800–806, 2018, doi: 10.1016/j.compstruct.2017.10.068.
- [13] H. P. Lee, B. M. P. Ng, A. V. Rammohan, and L. Q. N. Tran, “An Investigation of the Sound Absorption Properties of Flax/Epoxy Composites Compared with Glass/Epoxy Composites,” *J. Nat. Fibers*, vol. 14, no. 1, pp. 71–77, 2017, doi: 10.1080/15440478.2016.1146643.
- [14] M. El Boustani, F. Brouillette, G. Lebrun, and A. Belfkira, “Solvent-free acetylation of lignocellulosic fibers at room temperature: Effect on fiber structure and surface properties,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 132, no. 29, pp. 1–8, 2015, doi:

- 10.1002/app.42247.
- [15] A. Stamboulis, C. A. Baillie, and T. Peijs, “Effects of environmental conditions on mechanical and physical properties of flax fibers,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 32, no. 8, pp. 1105–1115, 2001, doi: 10.1016/s1359-835x(01)00032-x.
- [16] Arkema, “marchés et solutions, matériaux biosourcés.” [Online]. Available: <https://www.arkema.com/fr/marches-et-solutions/solutions/biosources>.
- [17] J.-L. Wertz, “L’amidon et le PLA : deux biopolymères sur le marché,” *Europe*, pp. 1–17, 2011.
- [18] A. Couture, G. Lebrun, and L. Laperrière, “Mechanical properties of polylactic acid (PLA) composites reinforced with unidirectional flax and flax-paper layers,” *Compos. Struct.*, vol. 154, pp. 286–295, 2016, doi: 10.1016/j.compstruct.2016.07.069.
- [19] A. Oushabi, “The pull-out behavior of chemically treated lignocellulosic fibers/polymeric matrix interface (LF/PM): A review,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 174, no. November 2018, p. 107059, 2019, doi: 10.1016/j.compositesb.2019.107059.
- [20] R. Sepe, F. Bollino, L. Boccarusso, and F. Caputo, “Influence of chemical treatments on mechanical properties of hemp fiber reinforced composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 133, pp. 210–217, 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2017.09.030.
- [21] C. Baley, A. Le Duigou, A. Bourmaud, and P. Davies, “Influence of drying on the mechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, no. 8, pp. 1226–1233, 2012, doi: 10.1016/j.compositesa.2012.03.005.
- [22] D. Gay, *Composite materials-Design and Applications*, Third edit. Boca Raton: CRC Press, 2015.
- [23] S. Blassiau, “Modélisation des phénomènes microstructuraux au sein d’un composite unidirectionnel carbone / epoxy et prédiction de durée de vie : contrôle et qualification de réservoirs bobinés,” Thèse de l’Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007.
- [24] W. Hou and W. Zhang, “Advanced composite materials defects/damages and health monitoring,” *Proc. IEEE 2012 Progn. Syst. Heal. Manag. Conf. PHM-2012*, pp. 1–5, 2012, doi: 10.1109/PHM.2012.6228804.
- [25] L. Liu, B. M. Zhang, D. F. Wang, and Z. J. Wu, “Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates,” *Compos. Struct.*, vol. 73, no. 3, pp. 303–309, 2006, doi: 10.1016/j.compstruct.2005.02.001.
- [26] Y. Gu, M. Li, Z. Zhang, and Z. Sun, “Void Formation Model and Measuring Method of Void Formation Condition During Hot Pressing Process,” *Polym. Compos.*, vol. 37, no. 1, pp. 915–924, 2016, doi: 10.1002/pc.
- [27] H. M. Khanlou, P. Woodfield, J. Summerscales, and W. Hall, “Consolidation process boundaries of the degradation of mechanical properties in compression moulding of natural-fibre bio-polymer composites,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 138, pp. 115–125, 2017, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2017.03.004.
- [28] A. Bourmaud, A. Le Duigou, C. Gourier, and C. Baley, “Influence of processing temperature on mechanical performance of unidirectional polyamide 11-flax fibre

- composites,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 84, pp. 151–165, 2016, doi: 10.1016/j.indcrop.2016.02.007.
- [29] Y. Li, Q. Li, and H. Ma, “The voids formation mechanisms and their effects on the mechanical properties of flax fiber reinforced epoxy composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 72, pp. 40–48, 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.01.029.
- [30] J.-M. Berthelot, “Mécanique des Matériaux et Structures Composites,” p. 667, 2013.
- [31] J. K. MacKenzie, “The elastic constants of a solid containing spherical holes,” *Proc. Phys. Soc. Sect. B*, vol. 63, no. 1, pp. 2–11, 1950, doi: 10.1088/0370-1301/63/1/302.
- [32] M. R. Wisnom, T. Reynolds, and N. Gwilliam, “Reduction in interlaminar shear strength by discrete and distributed voids,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 56, no. 1, pp. 93–101, 1996, doi: 10.1016/0266-3538(95)00128-X.
- [33] A. R. Chambers, J. S. Earl, C. A. Squires, and M. A. Suhot, “The effect of voids on the flexural fatigue performance of unidirectional carbon fibre composites developed for wind turbine applications,” *Int. J. Fatigue*, vol. 28, no. 10 SPEC. ISS., pp. 1389–1398, 2006, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2006.02.033.
- [34] V. Gager, A. Le Duigou, A. Bourmaud, F. Pierre, K. Behlouli, and C. Baley, “Understanding the effect of moisture variation on the hygromechanical properties of porosity-controlled nonwoven biocomposites,” *Polym. Test.*, vol. 78, no. April, p. 105944, 2019, doi: 10.1016/j.polymertesting.2019.105944.
- [35] B. Madsen and H. Lilholt, “Physical and mechanical properties of unidirectional plant fibre composites-an evaluation of the influence of porosity,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no. 9, pp. 1265–1272, 2003, doi: 10.1016/S0266-3538(03)00097-6.
- [36] R. Maurin, P. Davies, N. Baral, and C. Baley, “Transverse properties of carbon fibres by nano-indentation and micro-mechanics,” *Appl. Compos. Mater.*, vol. 15, no. 2, pp. 61–73, 2008, doi: 10.1007/s10443-008-9057-3.
- [37] F. R. Cichocki and J. L. Thomason, “Thermoelastic anisotropy of a natural fiber,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 62, no. 5, pp. 669–678, 2002, doi: 10.1016/S0266-3538(02)00011-8.
- [38] B. Madsen, A. Thygesen, and H. Lilholt, “Plant fibre composites - porosity and stiffness,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 69, no. 7–8, pp. 1057–1069, 2009, doi: 10.1016/j.compscitech.2009.01.016.
- [39] H. L. Cox, “The elasticity and strength of paper and other fibrous materials,” *Br. J. Appl. Phys.*, vol. 3, no. 3, pp. 72–79, 1952, doi: 10.1088/0508-3443/3/3/302.
- [40] Christophe Binétruy, “Structures sandwiches,” *Techniques de l’ingénieur*, vol. 1, no. AM5141. 2012.
- [41] Diab, *Sandwich Concept*. 2006.
- [42] H. G. Allen, *Analysis and Design of Structural Sandwich Panels*, Pergamon P. 1969.
- [43] G. Palomba, V. Crupi, and G. Epasto, “Collapse modes of aluminium honeycomb sandwich structures under fatigue bending loading,” *Thin-Walled Structures*, vol. 145. 2019, doi: 10.1016/j.tws.2019.106363.
- [44] A. Petras and M. P. F. Sutcliffe, “Failure mode maps for honeycomb sandwich panels,”

- Compos. Struct.*, vol. 44, no. 4, pp. 237–252, 1999, doi: 10.1016/s0263-8223(98)00123-8.
- [45] T. C. Triantafillou and L. J. Gibson, “Failure mode maps for foam core sandwich beams,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 95, no. C, pp. 37–53, 1987, doi: 10.1016/0025-5416(87)90496-4.
- [46] Y. Xiao, Y. Hu, J. Zhang, C. Song, Z. Liu, and J. Yu, “Dynamic bending responses of CFRP thin-walled square beams filled with aluminum honeycomb,” *Thin-Walled Struct.*, vol. 132, no. April, pp. 494–503, 2018, doi: 10.1016/j.tws.2018.09.023.
- [47] D. Zhang, Q. Fei, and P. Zhang, “Drop-weight impact behavior of honeycomb sandwich panels under a spherical impactor,” *Composite Structures*, vol. 168, pp. 633–645, 2017, doi: 10.1016/j.compstruct.2017.02.053.
- [48] X. Xue, C. Zhang, W. Chen, M. Wu, and J. Zhao, “Study on the impact resistance of honeycomb sandwich structures under low-velocity/heavy mass,” *Compos. Struct.*, vol. 226, no. May, p. 111223, 2019, doi: 10.1016/j.compstruct.2019.111223.
- [49] M. Elamin, B. Li, and K. T. Tan, “Impact damage of composite sandwich structures in arctic condition,” *Compos. Struct.*, vol. 192, pp. 422–433, 2018, doi: 10.1016/j.compstruct.2018.03.015.
- [50] A. Reyes and T. Børvik, “Low velocity impact on crash components with steel skins and polymer foam cores,” *Int. J. Impact Eng.*, vol. 132, no. 7491, p. 103297, 2019, doi: 10.1016/j.ijimpeng.2019.05.011.
- [51] L. J. Gibson and Michael F. Ashby, *Cellular Solids-Structure and properties*, Second edi. Cambridge University Press, 1997.
- [52] A. El Mahi, M. Khawar Farooq, S. Sahraoui, and A. Bezazi, “Modelling the flexural behaviour of sandwich composite materials under cyclic fatigue,” *Mater. Des.*, vol. 25, no. 3, pp. 199–208, 2004, doi: 10.1016/j.matdes.2003.09.022.
- [53] R. Rajpal, L. K.P, and K. V. Gangadharan, “Parametric studies on bending stiffness and damping ratio of Sandwich structures,” *Addit. Manuf.*, vol. 22, no. April, pp. 583–591, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.05.039.
- [54] N. Sharma, R. F. Gibson, and E. O. Ayorinde, “Fatigue of foam and honeycomb core composite sandwich structures: A tutorial,” *J. Sandw. Struct. Mater.*, vol. 8, no. 4, pp. 263–319, 2006, doi: 10.1177/1099636206063337.
- [55] C. Atas and C. Sevim, “On the impact response of sandwich composites with cores of balsa wood and PVC foam,” *Compos. Struct.*, vol. 93, no. 1, pp. 40–48, 2010, doi: 10.1016/j.compstruct.2010.06.018.
- [56] A. Monti, A. El Mahi, Z. Jendli, and L. Guillaumat, “Experimental and finite elements analysis of the vibration behaviour of a bio-based composite sandwich beam,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 110, pp. 466–475, 2017, doi: 10.1016/j.compositesb.2016.11.045.
- [57] F. Sarasini *et al.*, “Static and dynamic characterization of agglomerated cork and related sandwich structures,” *Compos. Struct.*, vol. 212, pp. 439–451, 2019, doi: 10.1016/j.compstruct.2019.01.054.
- [58] J. Smardzewski, “Wooden sandwich panels with prismatic core – Energy absorbing capabilities,” *Composite Structures*, vol. 230, 2019, doi:

- 10.1016/j.compstruct.2019.111535.
- [59] M. Haseli, M. Layeghi, and H. Zarea Hosseinabadi, “Characterization of blockboard and battenboard sandwich panels from date palm waste trunks,” *Meas. J. Int. Meas. Confed.*, vol. 124, pp. 329–337, 2018, doi: 10.1016/j.measurement.2018.04.040.
- [60] A. Stocchi, L. Colabella, A. Cisilino, and V. Álvarez, “Manufacturing and testing of a sandwich panel honeycomb core reinforced with natural-fiber fabrics,” *Mater. Des.*, vol. 55, pp. 394–403, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.09.054.
- [61] G. Petrone, S. Rao, S. De Rosa, B. R. Mace, F. Franco, and D. Bhattacharyya, “Initial experimental investigations on natural fibre reinforced honeycomb core panels,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 55, pp. 400–406, 2013, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.06.047.
- [62] A. Riccio, A. Raimondo, S. Saputo, A. Sellitto, M. Battaglia, and G. Petrone, “A numerical study on the impact behaviour of natural fibres made honeycomb cores,” *Compos. Struct.*, vol. 202, pp. 909–916, 2018, doi: 10.1016/j.compstruct.2018.04.062.
- [63] R. Stewart, “At the core of lightweight composites,” *Reinf. Plast.*, vol. 53, no. 3, pp. 30–35, 2009, doi: 10.1016/S0034-3617(09)70112-2.
- [64] Michael F. Ashby, *Materials Selection in Mechanical Design*, Third edit. Elsevier Ltd, 2005.
- [65] A. Chevalier, “Histoire de deux plantes cultivées d’importance primordiale. Le Lin et le Chanvre,” *Rev. Bot. appliquée d’agriculture Colon.*, vol. 24, no. 269, pp. 51–71, 1944, doi: 10.3406/jatba.1944.6107.
- [66] A. G. des P. de Lin, “Le lin normand au cœur de l’écosystème du lin européen,” 2014.
- [67] C. Baley, F. Busnel, Y. Grohens, and O. Sire, “Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre-polyester resin,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, no. 10, pp. 1626–1637, 2006, doi: 10.1016/j.compositesa.2005.10.014.
- [68] A. Le Duigou, P. Davies, and C. Baley, “Interfacial bonding of Flax fibre/Poly(l-lactide) bio-composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, no. 2, pp. 231–239, 2010, doi: 10.1016/j.compscitech.2009.10.009.
- [69] A. Stamboulis, C. Baillie, and E. Schulz, “Interfacial characterisation of flax fibre-thermoplastic polymer composites by the pull-out test,” *Angew. Makromol. Chemie*, vol. 272, pp. 117–120, 1999, doi: 10.1002/(sici)1522-9505(19991201)272:1<117::aid-apmc117>3.3.co;2-0.
- [70] K. Charlet and A. Béakou, “Mechanical properties of interfaces within a flax bundle Part I: Experimental analysis,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 31, no. 8, pp. 875–881, 2011, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2011.08.008.
- [71] S. Wong, R. A. Shanks, and A. Hodzic, “Effect of additives on the interfacial strength of poly(l-lactic acid) and poly(3-hydroxy butyric acid)-flax fibre composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 67, no. 11–12, pp. 2478–2484, 2007, doi: 10.1016/j.compscitech.2006.12.016.
- [72] Sicomin, “SR GreenPoxly 56 Clear epoxy resin High bio-based content,” 2015. .
- [73] N. Martin, N. Mouret, P. Davies, and C. Baley, “Influence of the degree of retting of

- flax fibers on the tensile properties of single fibers and short fiber/polypropylene composites,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 49, pp. 755–767, 2013, doi: 10.1016/j.indcrop.2013.06.012.
- [74] K. H. Kromer, “Physical properties of flax fibre for non-textile-use,” *Res. Agric. Eng.*, vol. 55, no. 2, pp. 52–61, 2009, doi: 10.17221/6/2008-rae.
- [75] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, and J. Bréard, “Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 38, no. 8, pp. 1912–1921, 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2007.03.006.
- [76] C. Baley, “Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase,” *Compos. - Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, no. 7, pp. 939–948, 2002, doi: 10.1016/S1359-835X(02)00040-4.
- [77] 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,” Thèse de l’Université de Caen, 2008.
- [78] “Coupe trans lin.” [Online]. Available: <https://fr.wikipedia.org/wiki/Fichier:Coupetranslin.jpg>.
- [79] A. Bourmaud, C. Morvan, A. Bouali, V. Placet, P. Perré, and C. Baley, “Relationships between micro-fibrillar angle, mechanical properties and biochemical composition of flax fibers,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 44, pp. 343–351, 2013, doi: 10.1016/j.indcrop.2012.11.031.
- [80] A. Lefeuvre, A. Le Duigou, A. Bourmaud, A. Kervoelen, C. Morvan, and C. Baley, “Analysis of the role of the main constitutive polysaccharides in the flax fibre mechanical behaviour,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 76, pp. 1039–1048, 2015, doi: 10.1016/j.indcrop.2015.07.062.
- [81] K. Charlet, J. P. Jernot, S. Eve, M. Gomina, and J. Bréard, “Multi-scale morphological characterisation of flax: From the stem to the fibrils,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 82, no. 1, pp. 54–61, 2010, doi: 10.1016/j.carbpol.2010.04.022.
- [82] Baillie Caroline, *Green composites-Polymer composites and the environment*. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, England, 2004.
- [83] L. J. Gibson, “The hierarchical structure and mechanics of plant materials,” *J. R. Soc. Interface*, vol. 9, no. 76, pp. 2749–2766, 2012, doi: 10.1098/rsif.2012.0341.
- [84] S. Thomas, S. A. Paul, L. A. Pothan, and B. Deepa, “Natural Fibres: Structure, Properties and Applications,” in *Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2011.
- [85] A.K. Bledzki and J. Gassan, “Composites Reinforced with Cellulose Based Fibers,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 24, no. 2, pp. 221–274, 1999, doi: 10.1016/s0079-6700(98)00018-5.
- [86] R. D. A. Maya Jacob John, “Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites,” *Polym. Composites*, pp. 1–21, 2008, doi: 10.1002/pc.20461.
- [87] D. B. Dittenber and H. V. S. Gangarao, “Critical review of recent publications on use

- of natural composites in infrastructure,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 43, no. 8, pp. 1419–1429, 2012, doi: 10.1016/j.compositesa.2011.11.019.
- [88] K. L. Pickering, M. G. A. Efendy, and T. M. Le, “A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 83, pp. 98–112, 2016, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.08.038.
- [89] C. Re, “Composites à fibres longues de lin : évaluation des procédés par infiltration,” Thèse de l’Université du Havre, 2012.
- [90] I. Burgert, “Exploring the micromechanical design of plant cell walls,” *Am. J. Bot.*, vol. 93, no. 10, pp. 1391–1401, 2006, doi: 10.3732/ajb.93.10.1391.
- [91] V. Placet, O. Cissé, and 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,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 56, pp. 319–327, 2014, doi: 10.1016/j.compositesa.2012.11.019.
- [92] K. Charlet, J. P. Jernot, M. Gomina, J. Bréard, C. Morvan, and C. Baley, “Influence of an Agatha flax fibre location in a stem on its mechanical, chemical and morphological properties,” *Spec. Issue 12th Eur. Conf. Compos. Mater. ECCM 2006*, vol. 69, no. 9, pp. 1399–1403, 2009, doi: 10.1016/j.compscitech.2008.09.002.
- [93] A. Mahieu, S. Alix, and N. Leblanc, “Properties of particleboards made of agricultural by-products with a classical binder or self-bound,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 130, pp. 371–379, Apr. 2019, doi: 10.1016/J.INDCROP.2018.12.094.
- [94] F. Richter, A. Atreya, P. Kotsovinos, and G. Rein, “The effect of chemical composition on the charring of wood across scales,” *Proc. Combust. Inst.*, vol. 37, no. 3, pp. 4053–4061, 2019, doi: 10.1016/j.proci.2018.06.080.
- [95] F. Rozier, *Cours complet d’agriculture théorique, pratique, économique, et de médecine rurale et vétérinaire*. 1805.
- [96] M. Abida, “Comportement hygroscopique et couplage hygromécanique dans les composites lin / époxy : approche expérimentale multi-échelle et modélisation,” Thèse de l’Université de Caen Normandie en cotutelle internationale avec Ecole Nationale d’Ingénieurs de Sfax, 2019.
- [97] “woodproducts.fi.” [Online]. Available: <https://www.woodproducts.fi/fr/content/les-proprietes-hygroscopiques-du-bois>.
- [98] A. M. Almusawi, “Mise en oeuvre et optimisation des propriétés d’une structure sandwich en matériaux biosourcés (Fibre et bois de chanvre) avec une matrice en polystyrène expansé pour le bâtiment,” Thèse de l’Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2017.
- [99] Centre International de Recherche sur le Cancer, “Rapport Biennal 2008-2009,” Lyon, France, 2009.
- [100] Association pour la Surveillance et l’étude de la Pollution Atmosphérique en Alsace, “Le formaldéhyde, un poison domestique ?,” 2007.
- [101] J. Kim and Y. Mai, *Engineered Interfaces in Fiber Reinforced Composites*. Oxford, U.K: Elsevier Science Ltd, 1998.
- [102] D. A. Dillard and A. V. Pocius, *The mechanics of adhesion*. Amsterdam, The

Netherlands: Elsevier Science B.V, 2002.

- [103] S. Zhandarov and E. Mäder, “Characterization of fiber/matrix interface strength: Applicability of different tests, approaches and parameters,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 1, pp. 149–160, 2005, doi: 10.1016/j.compscitech.2004.07.003.
- [104] A. Le Duigou, A. Kervoelen, A. Le Grand, M. Nardin, and C. Baley, “Interfacial properties of flax fibre-epoxy resin systems: Existence of a complex interphase,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 100, pp. 152–157, 2014, doi: 10.1016/j.compscitech.2014.06.009.
- [105] K. Zolfaghar and M. J. Folkes, “The effect of surface coatings of optical fibers on the interfacial shear strength in epoxy resins,” *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 18, no. 24, pp. 2017–2020, 1999, doi: 10.1023/A:1006650320162.
- [106] C. Marotzke and L. Qiao, “Interfacial crack propagation arising in single-fiber pull-out tests,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 57, no. 8, pp. 887–897, 1997, doi: 10.1016/S0266-3538(96)00179-0.
- [107] M. R. Piggott, P. S. Chua, and D. Andison, “The interface between glass and carbon fibers and thermosetting polymers,” *Polym. Composites*, vol. 6, no. 4, pp. 242–248, 1985, doi: 10.1002/pc.750060409.
- [108] P. G. de Gennes, F. Brochard-Wyart, and D. G. Quéré, *Bulles, Perles et Ondes*, 2nd. eds, Belin. Paris, France, 2005.
- [109] T. Young, “An essay on the cohesion of fluids,” *Philosophical Trans. R. Soc. London*, vol. 95, no. 1, 1805, doi: 10.1007/BF01801101.
- [110] M. F. Pucci, P. J. Liotier, and S. Drapier, “Tensiometric method to reliably assess wetting properties of single fibers with resins: Validation on cellulosic reinforcements for composites,” *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 512, pp. 26–33, 2017, doi: 10.1016/j.colsurfa.2016.09.047.
- [111] K. Grundke, P. Uhlmann, T. Gietzelt, B. Redlich, and H. J. Jacobasch, “Studies on the wetting behaviour of polymer melts on solid surfaces using the Wilhelmy balance method,” *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 116, no. 1–2, pp. 93–104, 1996, doi: 10.1016/0927-7757(96)03624-2.
- [112] a Carre, “Polar interactions at liquid/polymer interfaces,” *J. Adhes. Sci. Technol.*, vol. 21, no. 10, pp. 961–981, 2007, doi: 10.1163/156856107781393875.
- [113] S. Sugden, “The determination of surface tension from the rise in capillary tubes,” *J. Chem. Soc.*, vol. 119, pp. 1483–1492, 1921, doi: 10.1039/ct9211901483.
- [114] S. Samuel, “The determination of surface tension from the maximum pressure in bubbles,” *J. Chem. Soc.*, vol. 121, pp. 858–866, 1922, doi: 10.1039/ct922100858.
- [115] O. L. Wheeler, H. V. Tartar, and E. C. Lingafelter, “The Determination of Surface Tension by the Sessile Bubble Method,” *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 67, no. 12, pp. 2115–2119, 1945, doi: 10.1021/ja01228a020.
- [116] S. Fordham, “On the calculation of surface tension from measurements of capillary rise,” *Proc. R. Soc. London*, vol. 194, no. 1036, 1948, doi: 10.1088/0950-7671/7/6/306.
- [117] M. S. Moghaddam, M. E. P. Wålinder, P. M. Claesson, and A. Swerin, “Wettability and swelling of acetylated and furfurylated wood analyzed by multicycle Wilhelmy

- plate method,” *Holzforschung*, vol. 70, no. 1, pp. 69–77, 2015, doi: 10.1515/hf-2014-0196.
- [118] D. K. Owens and R. C. Wendt, “Estimation of the Surface Free Energy of Polymers,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 13, pp. 1741–1747, 1969.
- [119] G. I. Mantanis and R. A. Young, “Wetting of wood,” *Wood Sci. Technol.*, vol. 31, no. 5, pp. 339–353, 1997, doi: 10.1007/BF01159153.
- [120] J. Cai, E. Perfect, C. L. Cheng, and X. Hu, “Generalized modeling of spontaneous imbibition based on hagen-poiseuille flow in tortuous capillaries with variably shaped apertures,” *Langmuir*, vol. 30, no. 18, pp. 5142–5151, 2014, doi: 10.1021/la5007204.
- [121] E. P. Kalogianni, T. Savopoulos, T. D. Karapantsios, and S. N. Raphaelides, “A dynamic wicking technique for determining the effective pore radius of pregelatinized starch sheets,” *Colloids Surfaces B Biointerfaces*, vol. 35, no. 3–4, pp. 159–167, 2004, doi: 10.1016/j.colsurfb.2004.03.008.
- [122] N. Fries and M. Dreyer, “The transition from inertial to viscous flow in capillary rise,” *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 327, no. 1, pp. 125–128, 2008, doi: 10.1016/j.jcis.2008.08.018.
- [123] C. Baley, C. Morvan, and Y. Grohens, “Influence of the absorbed water on the tensile strength of flax fibers,” *Macromol. Symp.*, vol. 222, pp. 195–201, 2005, doi: 10.1002/masy.200550425.
- [124] S. Essid, L. Bizet, and A. Saouab, “Optimisation des propriétés mécaniques d’une structure sandwich à base de fibres de lin,” *Xèmes Journées d’études Tech. - JET’2018*, 2018.
- [125] C. Redon, L. Chermant, J. L. Chermant, and M. Coster, “Automatic image analysis and morphology of fibre reinforced concrete,” *Cem. Concr. Compos.*, vol. 21, no. 5–6, pp. 403–412, 1999, doi: 10.1016/S0958-9465(99)00025-6.
- [126] C. Thiery, “Tomographie à rayons X,” *Tech. l’ingénieur*, 2013.
- [127] F. Bensadoun *et al.*, “Impregnated fibre bundle test for natural fibres used in composites,” *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 36, no. 13, pp. 942–957, 2017, doi: 10.1177/0731684417695461.
- [128] C. Poilâne, Z. E. Cherif, F. Richard, A. Vivet, B. Ben Doudou, and J. Chen, “Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material,” *Compos. Struct.*, vol. 112, no. 1, pp. 100–112, 2014, doi: 10.1016/j.compstruct.2014.01.043.
- [129] J. Acera Fernández *et al.*, “Role of flax cell wall components on the microstructure and transverse mechanical behaviour of flax fabrics reinforced epoxy biocomposites,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 85, pp. 93–108, 2016, doi: 10.1016/j.indcrop.2016.02.047.
- [130] N. S. Çetin and N. Özmen, “Use of organosolv lignin in phenol-formaldehyde resins for particleboard production: II. Particleboard production and properties,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 22, no. 6, pp. 481–486, Jan. 2002, doi: 10.1016/S0143-7496(02)00059-3.
- [131] X. Lu, Z. Zhang, H. Du, H. Luo, Y. Mu, and J. Xu, “Compressive behavior of Mg alloy foams at elevated temperature,” *J. Alloys Compd.*, vol. 797, pp. 727–734, 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.04.323.
- [132] S. Frybort, R. Mauritz, A. Teischinger, and U. Müller, “Cement bonded composites - A

- mechanical review,” *BioResources*, vol. 3, no. 2, pp. 602–626, 2008, doi: 10.15376/biores.3.2.602-626.
- [133] S. O. O. Badejo, “Effect of flake geometry on properties of cement-bonded particleboard from mixed tropical hardwoods,” *Wood Sci. Technol.*, vol. 22, no. 4, pp. 357–369, 1988, doi: 10.1007/BF00353325.
- [134] K. E. Semple, R. B. Cunningham, and P. D. Evans, “The suitability of five Western Australian mallee eucalypt species for wood-cement composites,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 16, no. 2, pp. 89–100, 2002, doi: 10.1016/S0926-6690(02)00012-2.
- [135] S. Wieland, “Utilisation d’adhésifs respectueux de l’environnement pour la fabrication de panneaux dérivés du bois à faible émission de formaldéhyde - caractérisation des paramètres de pressage - évaluation des propriétés des panneaux,” Thèse de la Faculté des Sciences et Techniques Nancy1, 2007.
- [136] R. A. Heebink, B.G. and Hann, “How wax particle shape affect stability and strength of oak particleboards,” *For. Prod. J.*, vol. 9, pp. 197–203, 1959.
- [137] K. Miyamoto, S. Nakahara, and S. Suzuki, “Effect of particle shape on linear expansion of particleboard,” *J. Wood Sci.*, vol. 48, no. 3, pp. 185–190, 2002, doi: 10.1007/BF00771365.
- [138] P. Evon *et al.*, “Production of fiberboards from shives collected after continuous fiber mechanical extraction from oleaginous flax,” *J. Nat. Fibers*, vol. 16, no. 3, pp. 453–469, 2018, doi: 10.1080/15440478.2017.1423264.
- [139] N. Številová, E. Terpáková, J. Čigášová, J. Junák, and L. Kidalová, “Chemically treated hemp shives as a suitable organic filler for lightweight composites preparing,” in *Procedia Engineering 42*, 2012, pp. 948–954, doi: 10.1016/j.proeng.2012.07.488.
- [140] M. Khazma, A. Goullieux, R. M. Dheilly, and M. Quéneudec, “Coating of a lignocellulosic aggregate with pectin/polyethylenimin mixtures: Effects on flax shive and cement-shive composite properties,” *Cem. Concr. Compos.*, vol. 34, no. 2, pp. 223–230, 2012, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2011.07.008.
- [141] J. Page, F. Khadraoui, M. Gomina, and M. Boutouil, “Influence of different surface treatments on the water absorption capacity of flax fibres: Rheology of fresh reinforced-mortars and mechanical properties in the hardened state,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 199, pp. 424–434, 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.12.042.
- [142] D. L. Gaquere Ludovic, Lazko Jevgenij, Landercy Nicolas, David Rolf, “Amelioration des proprietes hydrophobes et ignifuges des isolants naturels a base de fibres de lin et de chanvre par traitement au plasma atmospherique,” *Ecobat Sci. Tech. 2013*, pp. 1–10, 2013.
- [143] A. R. Bezazi, A. El Mahi, J. M. Berthelot, and B. Bezzazi, “Flexural fatigue behavior of cross-ply laminates: An experimental approach,” *Strength Mater.*, vol. 35, no. 2, pp. 149–161, 2003, doi: 10.1023/A:1023762528362.
- [144] A. Bezazi, A. Mahi, J. M. Berthelot, and B. Bezzazi, “Experimental analysis of behavior and damage of sandwich composite materials in three-point bending. Part 1. Static tests and stiffness degradation at failure studies,” *Strength Mater.*, vol. 39, no. 2, pp. 170–177, 2007, doi: 10.1007/s11223-007-0022-4.
- [145] A. R. A. Hani, M. Mariatti, A. Roslan, R. M. Nazrul, and A. R. Othman, “Influence of

- woven and cross-ply laminates on mechanical properties of coir epoxy composite,” *Appl. Mech. Mater.*, vol. 315, pp. 136–140, 2013, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.315.136.
- [146] Gurit, “SA 70 Epoxy adhesive film.” [Online]. Available: <http://www.gurit.fr/-/media/Gurit/Datasheets/sa-70.pdf>.
- [147] S. H. Abo Sabah, A. B. H. Kueh, and N. M. Bunnori, “Failure mode maps of bio-inspired sandwich beams under repeated low-velocity impact,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 182, no. August, p. 107785, 2019, doi: 10.1016/j.compscitech.2019.107785.
- [148] J. L. Yu, E. Wang, J. Li, and Z. Zheng, “Static and low-velocity impact behavior of sandwich beams with closed-cell aluminum-foam core in three-point bending,” *Int. J. Impact Eng.*, vol. 35, no. 8, pp. 885–894, 2008, doi: 10.1016/j.ijimpeng.2008.01.006.
- [149] T. S. Lim, C. S. Lee, and D. G. Lee, “Failure modes of foam core sandwich beams under static and impact loads,” *J. Compos. Mater.*, vol. 38, no. 18, pp. 1639–1662, 2004, doi: 10.1177/0021998304044760.
- [150] O. Castro, J. M. Silva, T. Devezas, A. Silva, and L. Gil, “Cork agglomerates as an ideal core material in lightweight structures,” *Mater. Des.*, vol. 31, no. 1, pp. 425–432, 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2009.05.039.
- [151] R. E. Mark, *Cell wall mechanics of tracheids*. Yale University Press, 1967.
- [152] N. El Hajj, “Contribution à la conception et à l’élaboration d’une âme multicouche multifonctionnelle agrosourcée pour panneau sandwich : étude expérimentale et modélisation,” Université de Technologie de Compiègne, 2010.
- [153] M. Le Gall, P. Davies, N. Martin, and C. Baley, “Recommended flax fibre density values for composite property predictions,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 114, no. September 2017, pp. 52–58, 2018, doi: 10.1016/j.indcrop.2018.01.065.
- [154] D. Zenkert, *The handbook of sandwich construction*. 1997.
- [155] J. Susainathan, F. Eyma, E. De Luycker, A. Cantarel, C. Bouvet, and B. Castanie, “Experimental investigation of compression and compression after impact of wood-based sandwich structures,” *Compos. Struct.*, vol. 220, no. April, pp. 236–249, 2019, doi: 10.1016/j.compstruct.2019.03.095.
- [156] X. Wu, H. Yu, L. Guo, L. Zhang, X. Sun, and Z. Chai, “Experimental and numerical investigation of static and fatigue behaviors of composites honeycomb sandwich structure,” *Compos. Struct.*, vol. 213, pp. 165–172, 2019, doi: 10.1016/j.compstruct.2019.01.081.
- [157] X. Deng and W. Liu, “Experimental and numerical investigation of a novel sandwich sinusoidal lateral corrugated tubular structure under axial compression,” *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 151, pp. 274–287, 2019, doi: 10.1016/j.ijmecsci.2018.11.010.
- [158] K. Magnucki, J. Lewinski, M. Far, and P. Michalak, “Three-point bending of an expanded-tapered sandwich beam – Analytical and numerical FEM study,” *Mech. Res. Commun.*, vol. 103, 2020, doi: 10.1016/j.mechrescom.2019.103471.
- [159] S. N. Huang and D. W. Alspaugh, “Minimum weight sandwich beam design,” *AIAA J.*, vol. 12, no. 12, pp. 1617–1618, 1974, doi: 10.2514/3.49567.
- [160] E. W. Kuenzi, “Minimum Weight Structural Sandwich,” *USDA For. Serv.*, pp. 1–14,

- 1965.
- [161] L. J. Gibson, "Optimization of stiffness in sandwich beams with rigid foam cores," *Mater. Sci. Eng.*, vol. 67, no. 2, pp. 125–135, 1984, doi: 10.1016/0025-5416(84)90043-0.
- [162] T. C. Triantafillou and L. J. Gibson, "Minimum weight design of foam core sandwich panels for a given strength," *Mater. Sci. Eng.*, vol. 95, pp. 55–62, 1987, doi: 10.1016/0025-5416(87)90497-6.
- [163] N. Wicks and J. W. Hutchinson, "Optimal truss plates," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 38, no. 30–31, pp. 5165–5183, 2001, doi: 10.1016/S0020-7683(00)00315-2.
- [164] S. Hou, S. Zhao, L. Ren, X. Han, and Q. Li, "Crashworthiness optimization of corrugated sandwich panels," *Mater. Des.*, vol. 51, pp. 1071–1084, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2013.04.086.
- [165] P. Chootinan and A. Chen, "Constraint handling in genetic algorithms using a gradient-based repair method," *Comput. Oper. Res.*, vol. 33, no. 8, pp. 2263–2281, 2006, doi: 10.1016/j.cor.2005.02.002.
- [166] Y. Jian and Y. Li, "Research on intelligent cognitive function enhancement of intelligent robot based on ant colony algorithm," *Cogn. Syst. Res.*, vol. 56, pp. 203–212, 2019, doi: 10.1016/j.cogsys.2018.12.014.
- [167] Y. Dong, J. Tang, B. Xu, and D. Wang, "An application of swarm optimization to nonlinear programming," *Comput. Math. with Appl.*, vol. 49, no. 11–12, pp. 1655–1668, 2005, doi: 10.1016/j.camwa.2005.02.006.
- [168] A. Rey and R. Zmeureanu, "Micro-time variant multi-objective particle swarm optimization (micro-TVMOPSO) of a solar thermal combisystem," *Swarm Evol. Comput.*, vol. 36, no. April, pp. 76–90, 2017, doi: 10.1016/j.swevo.2017.04.005.
- [169] F. Abdessamia, Y. Tai, W. Z. Zhang, and M. Shafiq, "An improved particle swarm optimization for energy-efficiency virtual machine placement," in *Proceedings - 5th International Conference on Cloud Computing Research and Innovation, ICCCRI 2017*, 2017, pp. 7–13, doi: 10.1109/ICCCRI.2017.9.
- [170] X. Cai, L. Gao, and F. Li, "Sequential approximation optimization assisted particle swarm optimization for expensive problems," *Appl. Soft Comput. J.*, vol. 83, p. 105659, 2019, doi: 10.1016/j.asoc.2019.105659.
- [171] J. Kennedy and R. Eberhart, "Particle swarm optimization," *Proc. IEEE Int. Conf. Neural Networks IV, Perth, Aust.*, pp. 1942–1948, 1995, doi: 10.1007/978-3-642-37846-1\_3.
- [172] C. A. Coello Coello and M. Reyes-Sierra, "Multi-Objective Particle Swarm Optimizers: A Survey of the State-of-the-Art," *Int. J. Comput. Intell. Res.*, vol. 2, no. 3, pp. 287–308, 2006, doi: 10.5019/j.ijcir.2006.68.
- [173] M. Lossec, B. Multon, and H. Ben Ahmed, "Sizing optimization of a thermoelectric generator set with heatsink for harvesting human body heat," *Energy Convers. Manag.*, vol. 68, pp. 260–265, 2013, doi: 10.1016/j.enconman.2013.01.021.
- [174] M. Khammassi; J. Aubry; B. Barbedette; M. Cormerais; C. Larouci; F. Benouezdou, "Optimization of hydro-mechanical model of a multiway valve used in automotive

thermal management,” in *IEEE International Conference on Advanced Intelligent Mechatronics*, 2017, pp. 1582–1587, doi: 10.1109/aim.2017.8014244.



## Résumé

Pour des raisons principalement écologiques, l'allègement des structures sandwiches et la valorisation de la biomasse lignocellulosique sont considérés comme des solutions possibles pour l'innovation durable. Dans ce contexte, les travaux de cette thèse se concentrent sur la fabrication et l'optimisation de structures sandwiches en peaux renforcées de fibres de lin avec des objectifs mécaniques, économiques et environnementaux. Une valorisation d'un sous-produit de la plante de lin que sont les anas de lin est effectuée avec le développement de panneaux agglomérés à base de ces particules. Ces panneaux serviront d'âme aux structures sandwiches. Pour arriver à l'étape d'optimisation, des caractérisations expérimentales des matériaux de matrice et d'âme sont tout d'abord effectuées. Par la suite, un travail sur le couplage entre les procédés d'élaboration et les propriétés recherchées des structures sandwiches est réalisé. L'ensemble des caractéristiques déterminées sont comparées à celles d'un matériau de référence non-biosourcé. Enfin, pour arriver à répondre à la problématique liée à l'optimisation de la conception de structures sandwiches en lin, à rigidité et à résistance à la rupture imposées, trois approches analytique, graphique et numérique sont développées. Cette procédure d'optimisation devra contrôler d'une manière systématique les caractéristiques recherchées des sandwichs en lin.

### Mots-clés :

Structures sandwiches, fibres de lin, anas de lin, panneaux agglomérés, innovation durable, caractérisations expérimentales, optimisation

## Abstract

For different reasons including ecological ones, the weight reduction of structures and valorization of lignocellulosic biomass are considered as possible solutions towards sustainable innovation. In this context, the work of this thesis focuses on the manufacturing and optimization of sandwich structures with skins reinforced with flax fibers with mechanical, economic and environmental goals. A flax plant by-product called flax shives is valued by the development of agglomerated panels. These panels will serve as a core for the sandwich structures. To reach the optimization stage, experimental characterizations of the matrix and core materials are carried out first. Subsequently, joint work between the production processes and the desired properties of sandwich structures is undertaken. All the characteristics determined are compared with those of a non-bio-sourced reference material. Finally, analytical, graphic and numerical approaches are developed in order to answer the main question related to the optimization of the design of flax based sandwich structures with imposed rigidity and resistance to rupture. This optimization procedure should systematically control the desired characteristics of flax sandwiches.

### Keywords

Sandwich structures, flax fibers, flax shives, agglomerated panels, sustainable innovation, experimental characterizations, optimization