

# Elaboration de renforts textiles à base de chanvre pour composites bio-sourcés à propriétés optimisées

Chaimae Laqraa

#### ► To cite this version:

Chaimae Laqraa. Elaboration de renforts textiles à base de chanvre pour composites bio-sourcés à propriétés optimisées. Mécanique des solides [physics.class-ph]. Centrale Lille Institut, 2023. Français. NNT : 2023CLIL0026 . tel-04496106

## HAL Id: tel-04496106 https://theses.hal.science/tel-04496106

Submitted on 8 Mar 2024

**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.





Présentée en vue d'obtenir le grade de

# Docteur

En

Spécialité : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Par

Chaimae LAQRAA

Doctorat délivré par Centrale Lille

# Elaboration de renforts textiles à base de chanvre pour composites bio-sourcés à propriétés optimisées

Soutenue le jeudi 12 octobre 2023 devant le jury d'examen :

Président	Alexandre Vivet	PU, Univ. Caen
Rapporteur	Karine Buet-Gautier	MCF-HDR, UHA
Rapporteur	Samir Allaoui	PU, URCA
Examinateur	Rezak Ayad	PU, URCA
Co-encadrant	Manuela Ferreira	MCF, ENSAIT
Co-encadrant	Ahmad Rashed Labanieh	MCF, ENSAIT
Directeur de thèse	Damien Soulat	PU, ENSAIT

Thèse préparée dans le laboratoire GEMTEX

Ecole Doctorale ENGSYS 632



# Remerciements

Le travail de cette thèse s'inscrit dans la continuité des travaux associés au Projet Européen SSUCHY, financé au travers du programme Horizon 2020 et du partenariat « Bio Based Industries Joint Undertaking ». Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à la Région Hauts de France pour avoir rendu possible la réalisation de ma thèse en accordant le soutien financier.

J'adresse mes remerciements à Karine BUET-GAUTIER et Samir ALLAOUI pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce manuscrit et à messieurs Alexandre VIVET et Rezak AYAD pour avoir été respectivement président du jury et examinateur de ces travaux de thèse.

Je souhaite également exprimer ma reconnaissance et mes remerciements à Damien SOULAT, pour sa confiance tout au long de ce processus, pour son orientation et son accompagnement durant mon parcours. Ses conseils précieux et son engagement constant ont été essentiels à la réussite de ce projet.

Je tiens à remercier chaleureusement Manuela FERREIRA et Ahmad Rashed LABANIEH qui m'ont soutenue tout au long de cette aventure de recherche. Leurs commentaires constructifs et leurs suggestions avisées ont contribué fortement à améliorer la qualité de ce travail.

Mes remerciements vont également aux techniciens qui ont apporté leur soutien technique, plus particulièrement Nicolas DUMONT et Frédéric LIRA. Leurs compétences et leur assistance ont été essentiels pour la réalisation des expériences. Je remercie également l'ensemble du personnel administratif de l'ENSAIT et particulièrement Marie HOMBERT, Marie POTDEVIN, Sébastien MOORS pour leur aide durant ces trois années.

Je remercie profondément tous les stagiaires avec qui j'ai travaillé et qui ont contribué de façon exceptionnelle à la réalisation des travaux de cette thèse.

Je souhaite également remercier l'ensemble des partenaires du projet SSUCHY avec qui j'ai eu la chance de communiquer, d'échanger et de présenter mes résultats. J'adresse mes remerciements particuliers à Giorgio RONDI et Fabio TRAINA, Responsables au sein de l'entreprise Linificio e Canapificio Nazionale, Vincent PLACET, Ingénieur au sein du laboratoire FEMTO-ST et Coordinateur du projet SSUCHY, pour l'ensemble des travaux réalisés en commun.

Enfin, je n'oublierai pas de mentionner ma famille, mes proches, et mes amis, qui ont été une source constante de motivations, d'encouragements et de soutiens pendant toutes ces années.

# Sommaire

Liste des figures	7
Liste des tables	11
Introduction générale	13
Chapitre 1 : Etat de l'art sur le chanvre et les composites biosourcés	17
1 Introduction	19
2 Culture du chanvre dans le monde	
3 Extraction des fibres de chanvre	
4 Morphologie et constituants des fibres de chanvre	
5 Propriétés physico-chimiques des fibres de chanvre	
6 Propriétés mécaniques des fibres de chanvre	
7 Filature du chanvre	
7.1 Filature peignée	
7.2 Filature cardée	
8 Techniques d'amélioration des propriétés des fibres de chanvre	
8.1 Technique d'hybridation à l'échelle fibres	
8.2 Technique d'hybridation à l'échelle fils	
8.3 Technique d'hybridation à l'échelle renforts	
9 Tissage des fibres de chanvre	
9.1 Procédé de tissage	
9.2 Les renforts en fibres de chanvre	
9.3 Propriétés des fibres après tissage	
9.4 Optimisation des architectures tissées	
10 Les composites biosourcés	
10.1 Résines biosourcées	
10.2 Renforts pour les composites biosourcés	
10.3 Mise en œuvre des composites biosourcés	
10.4 Potentiel des biocomposites dans les applications techniques	50
11 Propriétés des composites à base de chanvre	
11.1 Influence du taux volumique des fibres	
11.2 Influence de l'architecture du renfort	54
11.3 Influence de la torsion appliquée aux fils	55

11.4 Influence de l'interface fibre/matrice55
11.5 Influence de l'humidité56
Conclusion
Références
<b>Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches</b> 70
1 Introduction
2 Matériaux utilisés
2.1 Mèches de chanvre utilisés
2.2 Propriétés textiles des mèches de chanvre72
2.3 Propriétés mécaniques des mèches de chanvre73
3 Amélioration des propriétés des mèches de chanvre77
3.1 Guipage
3.1.1 Etude des propriétés textiles des fils guipés80
3.1.2 Etude des propriétés mécaniques des fils guipés
a. Propriétés mécaniques à température ambiante des fils guipés
b. Propriétés mécaniques à chaud des fils guipés84
3.2 mélange intime
3.2.1 Propriétés textiles des fils guipés obtenus par mélange intime
3.2.2 Propriétés mécaniques des fils guipés obtenus par mélange intime
4 Tissabilité des mèches de chanvre
4.1 Tissage des mèches de chanvre
4.2 Tissage des fils guipés
5 Impact du procédé de tissage sur les propriétés des mèches de chanvre
5.1 Impact sur les propriétés textiles
5.2 Impact sur les propriétés mécaniques95
6 Etude des propriétés des fibres de chanvre
6.1 Préparation des éprouvettes96
6.2 Détermination de la fraction volumique et la porosité des éprouvettes IFBT98
6.3 Détermination des propriétés des fibres par les différentes lois de mélange
7 Analyse des résultats obtenus par l'IFBT 101
Conclusion
Références
Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre
1 Introduction
2 Présentation des structures tissées

3 Propriétés textiles des structures tissées	112
3.1 Masse surfacique	112
3.2 Epaisseur des renforts	113
3.3 Perméabilité à l'air	115
3.4 Embuvage/retrait	117
4 Propriétés en traction des structures tissées	
4.1 Protocole de caractérisation en traction	
4.2 Caractérisation en traction des structures tissées	
5 Etude des propriétés en flexion des structures tissées	
5.1 Dispositif de caractérisation en flexion des structures tissées	
5.2 Caractérisation en flexion des structures tissées	
6 Etude de la mise en forme des renforts tissés	131
6.1 Le dispositif de mise en forme des tissus	131
6.2 Force maximale d'emboutissage	133
6.3 Avalement des renforts QUD	134
6.4 Défauts lors de la mise en forme	135
7 Comparaison des renforts QUD aux renforts tissés	136
7.1 Comparaison des propriétés textiles	136
7.2 Comparaison des propriétés mécaniques	140
8 Comparaison des renforts hybrides	142
8.1 Comparaison des propriétés textiles	142
8.2 Comparaison des propriétés mécaniques	145
Conclusion	147
Références	149
Chapitre 4 : Elaboration et caractérisation des matériaux composites à base	de renforts
en chanvre	
2 Minute and the second state of the second st	
2 Mise en œuvre des composites par thermocompression	
2.1 Materiaux utilises	
2.2 Procede d'elaboration des composites à base des structures QUD	
2.3 Procede d'elaboration des composites à base des structures hybrides	
3 Propriétés physiques des matériaux composites	
3.1 Propriétés des composites à base des structures QUD	
3.2 Propriétés des composites à base des structures hybrides	161
4 Propriétés mécaniques en traction des matériaux composites	161

4.1 Présentation de l'essai de traction	. 161
4.2 Propriétés en traction des matériaux composites à base des structures QUD	. 164
4.3 Propriétés en traction des matériaux composites à base des structures hybrides	. 171
Conclusion	. 179
Références	. 181
Conclusions générales et perspectives	. 183
Annexes	. 189
Annexe A : Liste des communications	. 190
Annexe B : Propriétés des fils	. 192
Annexe C : Propriétés des renforts	. 195
Annexe D : Propriétés des composites	. 199

# Liste des figures

Figure 1-2 : Production mondiale du chanvre en 2022 [16]
Figure 1-2 : Production mondiale du chanvre en 2022 [16]
Figure 1-3 : Evolution des surfaces de chanvre cultivees en France entre 1990 et 2022 [16]. 23 Figure 1-4 : Fractions végétales obtenues après la première transformation des pailles de
Figure 1-4 : Fractions vegetales obtenues apres la premiere transformation des pailles de
chanvre [16,19]
Figure 1-5 : Cycle de croissance du chanvre [23]
Figure 1-6 : Rouissage du chanvre [24]
Figure 1-7 : Teillage et peignage du chanvre [25]
Figure 1-8 : Composition et microstructure d'une fibre végétale [32]
Figure 1-9 : a) Trois courbes typiques contrainte-déformation en traction d'une fibre de chanyre.
b) Courbe du type 3 divisée en trois zones distinguées d'une fibre végétale [39.40]
Figure 1-10 : a) Fils hybrides par mélange intime, b) Principe du procédé d'air-texturing [51,54]
34
Figure 1-11 : a) Principe de l'hybridation par la broche creuse, b) Schéma du fil hybride obtenu
par guipage [57]
Figure 1-12 : Fil hybride par co-tressage
Figure 1-13 : a) Fil obtenu par DREF b) Fil obtenu par voie thermique
Figure 1-14 : Hybridation par film stacking
Figure 1-15 : Schématisation du procédé de tissage [64]
Figure 1-16 : a) Principe de l'ourdissage directe, b) Principe de l'ourdissage indirect [65] 38
Figure 1-17 : Défauts visuel lors du procédé de tissage des mèches de chanvre
Figure 1-18 : Images des différents renforts textiles en fibre de lin
Figure 1-19 : Propriétés mécaniques en traction de composites renforcées à base des fibres de
lin sous différentes architectures textiles : a) contrainte à rupture, b) module [101]
Figure 1-20 : Schématisation du procédé de drapage manuel [102]
Figure 1-21 : Exemple de thermocompression par film stacking d'un composite kénaf/PLA
[103]
Figure 1-22 : Exemples d'applications des biocomposites à base des fibres de lin [1]
Figure 1-23 : Exemple de chaise à base de fibre de chanvre [1]
Figure 1-24 : Exemples d'applications des biocomposites dans l'industrie de la musique [1] 52
Figure 1-25 : Exemples d'applications des biocomposites dans le domaine de l'automobile
[112]
Figure 1-26 : Evolutions des propriétés en traction en fonction du taux volumiques de fibres [4]
Figure 1-27 : Démarche globale des travaux de thèse
Figure 2-28: Mèches de chanvre sans traitement et avec traitement
Figure 2-29: Banc de traction utilisé pour la caractérisation des mèches de chanvre
Figure 2-30: Réponse en traction d'une mèche de chanvre
Figure 2-31 : Courbe ténacité-déformation des mèches de chanvre
Figure 2-32: Analyse ATG des fibres issues des mèches de chanvre 78
Figure 2-33: Broche creuse utilisée pour la production des fils guinés
Figure 2-34: Vue microscopique de la mèche de chanvre (a) et du fil guipé (b)

Figure 2-37: Comportement en traction à chaud du Fil Guipé 1 à différentes températures ... 85 Figure 2-39: Aspect visuel du mélange chanvre/PLA après les différents passages sur le Gills Figure 2-40: Vue microscopique du fil guipé chanvre/PLA (a) et le fil guipé chanvre/PA11 (b) Figure 2-41: Etapes de production des structures quasi-unidirectionnelle sur le métier Figure 2-49: Comportement en traction d'une éprouvette composite fabriquée par IFBT ......99 Figure 3-58: Essai de traction du renfort textile sur le Banc de traction MTS Criterion 45..120 Figure 3-66: Les valeurs de perte d'ondulation des renforts hybrides......127 Figure 3-68: Coefficient de rigidité en flexion des renforts quasi-unidirectionnels ...... 129 Figure 3-73: Schémas descriptifs de l'emboutissage avec les deux poinçons A. Hémisphérique Figure 3-75: Avalement maximal lors des essais d'emboutissage des renforts quasi-

Figure 3-77: Renfort embouti avec poinçon hémisphérique	136
Figure 3-78: Densité de fils en sens chaine et trame des renforts tissés et quasi-unidirecti	onnels
	137
Figure 3-79: Masse surfacique des renforts tissés et quasi-unidirectionnels	139
Figure 3-80: Epaisseur des renforts tissés et quasi-unidirectionnels	140
Figure 3-81: Effort maximal par fil en traction des renforts tissés et quasi-unidirectionne	els 141
Figure 3-82: Déformation à rupture des renforts tissés et quasi-unidirectionnels	142
Figure 3-83: Densité de fils en sens chaine et trame des renforts hybrides	143
Figure 3-84: Masse surfacique des renforts hybrides	144
Figure 3-85: Epaisseur des renforts hybrides	145
Figure 3-86: Effort maximal par fil en traction des renforts hybrides	146
Figure 3-87: Déformation à l'effort maximal des renforts hybrides	146
Figure 4-88: (a) vue du dessus u renfort OUD8 (b) vue du dessus du renfort OUD4	154
Figure 4-89: (a) vue du dessus de la structure F5 HPA11 3 (natté 3) (b) vue du dessu	s de la
structure F2 HPA11 1 (satin 6)	155
Figure 4-90: (a) Imprégnation manuelle du renfort textile (b) plaque composite obtenue	155
Figure 4-91: Empilement des renforts hybrides natté 3	158
Figure 4-92 : Cycle de polymérisation des composites chanyre/PA11	158
Figure 4.92. Cycle de polymérisation des composites chanvie/1 A11	150
Figure 4.94: (a) Vue du dessus de la plaque composite à base d'armure satin CHDA11	2 (h)
rigure 4-94. (a) vue du dessus de la plaque composite à base d'armure netté 2 CHDA 11. 5	_2, (0)
Figure 4.05: Essei de traction sur une áprouvette composite	139
Figure 4-95: Essai de traction sur une epiouvette composite, abanyre/éneuv	102
Figure 4-90: Exemple de courbe de traction des blocomposites chanvie/epoxy	105
Figure 4-97: Courbes moyennes des composites à base de différentes structures textiles	: QUD
El salín o	103
Figure 4-98: Contraintes à rupture des composites à base de remorts quasi-undirecti	
$\mathbf{E}_{i}$	105
Figure 4-99: Contraintes a rupture des composites à base de renforts quasi-unidirectionne	is pour
$\mathbf{U} = \mathbf{V} = \mathbf{V} + \mathbf{U} + $	100
Figure 4-100: eprouvettes composites apres l'essai de traction	100
Figure 4-101: Deformation a rupture des composites renforces de tissus quasi-unidirecti	onnels
	16/
Figure 4-102: Modules des composites renforcés de tissus quasi-unidirectionnels	168
Figure 4-103: Modules des composites renforcés de tissus quasi-unidirectionnels (Vf	=45%)
	168
Figure 4-104: Comparaison des contraintes à rupture des composites de ces travaux a	wec la
littérature (Vf=45%)	171
Figure 4-105: Comparaison des modules des composites de ces travaux avec la litte	érature
(Vf=45%)	171
Figure 4-106: Les contraintes à rupture des composites renforcés de structures hybrides	173
Figure 4-107: Les déformations à rupture des composites renforcés de structures hybrid	es 174
Figure 4-108: Les modules des composites renforcés de structures hybrides	174
Figure 4-109: Faciès de rupture des éprouvettes après l'essai de traction avec un	ne vue
microscopique de la coupe transversale, a) composite CHPA11_5 et b) composite CHP	A11_4
	175
Figure 4-110: Comparaison des contraintes à rupture des composites de ces travaux a	wec la
littérature	178

Figure 4-111: Comparaison des déformations à rupture des composites de ces tr	avaux avec la
littérature	
Figure P-112: Principe de mise en œuvre des composites par film stacking	
Figure P-113: Contrainte à rupture des composites obtenus par film stacking	
Figure P-114: Module des composites obtenus par film stacking	
Figure P-115: Déformation à rupture des composites obtenus par film stacking	

# Liste des tables

Table 1-1 : Propriétés mécaniques de différentes fibres [1,2]1	9
Table 1-2 : Composition chimique des fibres de chanvre    2	28
Table 1-3 : Propriétés mécaniques des fibres de chanvre par la méthode fibre unitaire	30
Table 1-4 : Comparaison des propriétés fibres obtenues par essais sur fibres unitaires et IFB	Т
[41,43]	31
Table 1-5 : Armures de base [25]	39
Table 1-6 : Propriétés mécaniques de résines thermoplastiques       4	15
Table 1-7 : Conditions de mise en œuvre des biocomposites par thermocompression5	50
Table 2-8: Propriétés textiles des mèches de chanvre utilisées	13
Table 2-9: Propriétés mécaniques en traction des mèches de chanvre	16
Table 2-10: Propriétés textiles et mécaniques du multi-filament de PA117	19
Table 2-11: Paramètres de fabrication des fils guipés sur la broche creuse	30
Table 2-12: Propriétés textiles des fils guipés	30
Table 2-13: Propriétés mécaniques en traction des fils guipés    8	34
Table 2-14: Propriétés textiles des fils chanvre/PLA	36
Table 2-15: Propriétés mécaniques des fils chanvre/PLA	37
Table 2-16: Caractéristiques des structures QUASI-UD fabriquées par tissage	)1
Table 2-17: Caractéristiques des renforts textiles fabriqués à partir des fils guipés	)1
Table 2-18: Présentation des caractéristiques des renforts tissés dans ces travaux9	)3
Table 2-19: Composition des éprouvettes IFBT    10	)1
Table 2-20: Modules des éprouvettes composites à base des différentes mèches de chanvre10	)1
Table 2-21: Modules des fibres de chanvre obtenus par la première loi des mélanges classiqu	ıe
	)2
Table 2-22 : Modules des fibres de chanvre obtenus par la première loi des mélanges (2-4) ave	ec
porosité	)2
Table 2-23 : Modules des fibres de chanvre obtenus par la loi des mélanges avec l'équation (2	2-
5) avec porosité + torsion	)3
Table 2-24 : Modules des fibres de chanvre obtenus par la loi des mélanges avec l'équation (2	2-
5) avec torsion et sans porosité 10	)3
Table 3-25: Renforts quasi-unidirectionnels produits à base de mèches de chanvre (T=trait	é,
P=peigné, SE=sans encollage, CA=cardé)11	1
Table 3-26: Renforts hybrides à base de fils guipés Chanvre/PA11 et Chanvre/PLA11	1
Table 3-27: Renforts quasi-unidirectionnel produits à base de mèches de chanvre (T=trait	é,
P=peigné, SE=sans encollage, CA=cardé)11	9
Table 3-28: Renforts hybrides à base de fils guipés Chanvre/PA11 et Chanvre/PLA11	9
Table 3-29: Etapes d'un essai d'emboutissage avec poinçon hémisphérique    13	33
Table 3-30: Paramètres de tissage des différents renforts tissés et quasi-unidirectionne	ls
élaborés dans le cadre de la thèse d'A-C Corbin13	38
Table 4-32: Désignation des composites à base de renfort quasi-unidirectionnel 15	54
Table 4-33: Désignation des composites à base de structures hybrides	56
Table 4-34: Fraction volumique de fibres et de porosités dans les composites à base de renfor	ts
quasi-unidirectionnels	51

Table 4-35: Fraction volumique de fibres et de porosités dans les composites renforcés de
renfort quasi-unidirectionnel161
Table 4-36: Composition et propriétés mécaniques en traction des composites à base de renforts
quasi-unidirectionnels de ces travaux170
Table 4-37: Composition et propriétés mécaniques en traction des composites à base de fibres
naturelles issues de la littérature170
Table 4-38: Composition et propriétés mécaniques en traction des composites renforcés de
structure hybrides de ces travaux177
Table 4-39: Composition et propriétés mécaniques en traction des composites renforcés de
structure hybrides issues de la littérature177
Table P-40: Caractéristiques des matériaux élaborés par film stacking         186

# **Introduction générale**

Le respect des réglementations environnementales et des engagements pris dans la lutte contre le changement climatique contribuent au développement de nouveaux matériaux durables, recyclables et ayant une empreinte carbone plus faible. Dans ce contexte, l'élaboration de matériaux composites pour les secteurs de l'automobile, du sport et du bâtiment préconise l'utilisation de ressources naturelles, que ce soit au niveau du renfort ou de la matrice, d'une part pour leurs disponibilités et d'autre part pour leurs intérêts techniques et économiques. Les fibres naturelles présentent de nombreux avantages par rapport aux fibres synthétiques issues de ressources pétrolières, en termes de légèreté, de prix et de recyclabilité. Parmi ces fibres, les fibres de chanvre représentent un bon compromis de performance et de prix. Ces fibres naturelles sont utilisées principalement pour fabriquer des pièces composites non structurales et sont, pour la plupart du temps, disponibles sous forme de structures non-alignées. A l'heure actuelle, les seuls renforts continus en fibres végétales commercialisés pour des applications composites sont à base de fibres de lin. Des questions restent ouvertes quant à l'optimisation de ces renforts pour la fabrication de composites pour applications structurales ; par ailleurs les parcelles de culture du lin pour fibres restent assujetties à des contraintes fortes (sol approprié, conditions climatiques favorables, culture sur la même parcelle qu'une fois tous les six ou sept ans). Le développement de renforts pour composites à base de fibres comme le chanvre, suscite par conséquent de plus en plus l'intérêt de la communauté scientifique en raison de son faible coût énergétique et de sa facilité de culture.

L'association de ces fibres végétales à des polymères biosourcés permet la fabrication de matériaux 100% biosourcés ayant un impact faible sur l'environnement tout en apportant de meilleures propriétés thermiques et acoustiques. Ces résines biosourcées sont majoritairement à base de polymères thermoplastiques, issus d'une ressource naturelle et renouvelable car le caractère réversible de leur transformation permet d'envisager une fin de vie de ces produits par recyclage. Et ce, contrairement aux résines thermodurcissables « biosourcées » qui sont encore au stade du développement et ne disposent pas d'un degré de maturation suffisant, ni de performances de mise en œuvre avantageuses. Le polyamide 11 (PA11) est l'un des polymères thermoplastiques 100% biosourcé mais non biodégradable. Ce dernier est synthétisé à partir de l'huile de Ricin. Au-delà de ses avantages écologiques, le PA11 possède de bonnes propriétés thermomécaniques, ce qui le rend très intéressant à exploiter, avec une température de fusion relativement basse (185-190°C) et une cristallisation rapide. Le polymère polylactique (PLA) est également utilisé pour son caractère biodégradable et pour ses propriétés mécaniques et thermiques avec une température de fusion basse (175°C) permettant de le mettre en forme avec des fibres naturelles. Peu de travaux portent sur le développement de composites biosourcés à base de ces polymères [1-3], et ceux qui existent concernent uniquement l'imprégnation, par thermocompression, de renforts sec (UD ou tissu) par film stacking ou à l'aide de poudrage de PA11.

Dans la littérature, la grande majorité des travaux concerne des composites à fibres courtes de chanvre, très peu d'études portent sur le comportement de composites à renforts à base de fibres longues de chanvre. Cependant, face à l'intérêt actuel et récent, porté à ces fibres végétales, la quantité des travaux menés sur ces fibres est en augmentation afin de comprendre leurs comportements et apporter des solutions pour développer leur utilisation dans les matériaux composites. De plus, les travaux conduits sur les renforts fibres longues unidirectionnels à base de chanvre, ont montré dans la littérature, des performances mécaniques supérieures, à l'échelle composite, à celles atteintes par les renforts tissés et nontissés [4]. L'alignement des fibres et l'absence de torsion conduisent respectivement à une meilleure reprise des efforts et à une bonne imprégnation avec les résines. C'est pourquoi ce projet, se concentre sur l'élaboration et la caractérisation de quasi-unidirectionnels en mèches de chanvre, qui sont peu étudiés dans la littérature ainsi que sur l'utilisation des mèches de chanvre pour le développement de structures hybrides, mixant renforts et résines.

Cette thèse s'inscrit dans la continuité des travaux associés au projet Européen SSUCHY « Sustainable Structural and mUltifunctional bioComposites from HYbrid natural fibres and bio-based polymers » [5]. Ce projet avait pour objectif le développement de matériaux composites biosourcés innovants avec des propriétés avancées, à partir de l'exploitation des ressources renouvelables de la biomasse végétale tels que les fibres naturelles et les biopolymères. Pour les renforts, les fibres de chanvre sont principalement utilisées pour développer deux types de préformes par le procédé du tissage, des tissus quasi-unidirectionnels et des tissus hybrides. Pour les résines, des monomères dérivés de la lignocellulose seront synthétisés pour produire la matrice de ces matériaux composites. A partir des propriétés intrinsèques de ces constituants, les propriétés des matériaux composites biosourcées ont été identifiées.

Ce programme de recherche d'une durée initiale de quatre ans a débuté en Septembre 2017 et s'est finalement prolongé jusqu'à fin février 2022 en réalisant quatre démonstrateurs, des planchers et panneaux intérieurs respectivement de voitures et avions, une coque de scooter et une enceinte. L'ENSAIT était le leader du Work-Package 5, dédié à l'élaboration des renforts textiles à partir de fibres naturelles. Dans ce cadre, cette thèse, cofinancée par le projet SSUCHY et par la région Hauts de France, s'inscrit dans la continuité des travaux précédents [6], mais portent sur l'optimisation de deux types de renforts textiles: les renforts quasiunidirectionnels à base de mèches de chanvre et ceux à base de fils hybrides constitués de fibres de chanvre et de fibres thermoplastiques. Ces renforts sont destinés à l'élaboration de matériaux biocomposites, totalement ou partiellement, biosourcés selon le type de résine utilisée. A partir de différents types de mèche de chanvre fournies par le partenaire industriel du projet, Linificio e Canapificio Nazionale (LCN, Villa d'Almè, Italie), différents renforts sont développés par tissage. Une analyse multi-échelle, à chaque échelle de fabrication (fil, tissu et composite) est effectuée afin d'étudier l'influence des paramètres de chaque échelle sur les autres, mais aussi pour établir des fiches techniques et enrichir la base de données sur ces matériaux. Les travaux de cette thèse ont été effectués au sein du Laboratoire de Génie et Matériaux Textiles (GEMTEX, ULR 2461 ENSAIT Roubaix - Université de Lille) sous la direction de Damien SOULAT et co-encadrés par Manuela FERREIRA et Ahmad-Rashed LABANIEH. Ces travaux ont été financés par le Projet SSUCHY et la Région Hauts de France.

Ce manuscrit est décomposé en quatre chapitres avec pour chacun leurs citations bibliographiques.

Le **chapitre 1** est dédié à une étude bibliographique sur les fibres de chanvre et les composites biosourcés. Tout d'abord une revue sur la culture du chanvre et ses étapes d'extraction est présentée. Ensuite, un bref rappel des propriétés physiques et morphologiques de ces fibres est exposé. Une description de la technologie de filature et des différentes

#### Introduction générale

techniques utilisées pour améliorer les propriétés des fibres de chanvre est par la suite abordée. Puis à l'échelle des tissus, le procédé de tissage et les renforts textiles à base de chanvre sont présentés, ainsi que l'influence de ce procédé sur les propriétés des fils. Enfin, les résines, les renforts et les méthodes de fabrication utilisées dans ces travaux sont détaillées. Enfin, l'influence de certains paramètres sur les propriétés de ces matériaux est identifiée. Ce chapitre se termine par un diagramme présentant toutes les échelles concernées par ces travaux à dominante expérimentale.

Parmi ces échelles, le **chapitre 2** est consacré à celles des mèches et des fibres. La présentation des matières en chanvre disponibles pour ces travaux et de l'identification de leurs propriétés textiles et mécaniques est tout d'abord abordée. Ensuite, les deux procédés choisis pour améliorer les propriétés des mèches sont détaillés. Les étapes de production des renforts par tissage et les caractéristiques des différents renforts tissés dans ces travaux sont, par la suite, exposées afin d'étudier l'effet du tissage sur les propriétés textiles et mécaniques des mèches de chanvre. Enfin, les propriétés mécaniques des fibres de chanvre sont identifiées par la méthode d'IFBT « Impregnated Fibre Bundle Test ».

Le **chapitre 3**, est consacré à l'échelle des renforts. L'ensemble des différents renforts produits par tissage ainsi que l'identification de leurs caractéristiques sont abordés. La première gamme des renforts concerne les quasi-unidirectionnels à base de mèches de chanvre où la direction principale des fibres est la direction trame. Tandis que la deuxième gamme est constituée de renforts hybrides à base de fils guipés et dont différents types d'armures sont analysés. A cette échelle, l'identification des propriétés textiles et mécaniques (traction et flexion) de ces renforts est effectuée en vue d'étudier l'influence des paramètres de tissage sur ces propriétés. Puis la capacité de mise en forme des renforts quasi-unidirectionnels, avec des essais d'emboutissage est analysée. Enfin, les propriétés des différents renforts produits dans ces travaux sont comparées à celles obtenues dans le cadre des travaux de thèse d'A-C Corbin [6], associés également au projet SSUCHY.

Finalement **le chapitre 4** abordera les propriétés des composites élaborés à partir des renforts précédemment développés. Les matériaux et les protocoles de fabrication de chaque type de matériaux sont présentés. Ensuite, le protocole de caractérisation de ces matériaux en traction et les propriétés obtenues sont présentés et analysés. Enfin, les propriétés de ces matériaux sont comparées à celles de matériaux issus de la littérature constitués de différents types de renforts.

Le manuscrit est conclu par une synthèse des travaux effectués et des perspectives d'amélioration pour chaque échelle de fabrication.

## Références

- Y. Lebaupin, Comportement à l'impact et post-impact d'un composite lin/polyamide 11 élaboré par thermocompression, Thèse de doctorat de l'ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2016. https://tel.archivesouvertes.fr/tel-01447572.
- [2] C. Gourier, Contribution à l'étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique polyamide-11 et renforcés par des fibres de lin, Thèse de doctorat de l'Université de Bretagne Sud, 2016. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01445578.
- [3] B. Baghaei, M. Skrifvars, L. Berglin, Manufacture and characterisation of thermoplastic composites made from PLA/hemp co-wrapped hybrid yarn prepregs, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 50 (2013) 93–101. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.03.012.
- [4] A.-C. Corbin, B. Sala, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, V. Placet, Development of quasi-unidirectional fabrics with hemp fiber: A competitive reinforcement for composite materials, Journal of Composite Materials. 55 (2021) 551–564. https://doi.org/10.1177/0021998320954230.
- [5] About SSUCHY. https://www.ssuchy.eu/about/.
- [6] A.-C. Corbin, Développement et analyse multi-échelle de renforts en chanvre pour applications biocomposites, Thèse de doctorat de l'Université de Lille, 2020.

## Table des matières

I Introduction	
2 Culture du chanvre dans le monde	
3 Extraction des fibres de chanvre	
4 Morphologie et constituants des fibres de chanvre	
5 Propriétés physico-chimiques des fibres de chanvre	
6 Propriétés mécaniques des fibres de chanvre	
7 Filature du chanvre	
7.1 Filature peignée	
7.2 Filature cardée	
8 Techniques d'amélioration des propriétés des fibres de chanvre	
8.1 Technique d'hybridation à l'échelle fibres	
8.2 Technique d'hybridation à l'échelle fils	
8.3 Technique d'hybridation à l'échelle renforts	
9 Tissage des fibres de chanvre	
9.1 Procédé de tissage	
9.2 Les renforts en fibres de chanvre	
9.3 Propriétés des fibres après tissage	
······································	
9.4 Optimisation des architectures tissées	
<ul> <li>9.4 Optimisation des architectures tissées</li> <li>10 Les composites biosourcés</li> </ul>	
<ul> <li>9.4 Optimisation des architectures tissées</li> <li>10 Les composites biosourcés</li> <li>10.1 Résines biosourcées</li> </ul>	
<ul> <li>9.4 Optimisation des architectures tissées</li></ul>	
<ul> <li>9.4 Optimisation des architectures tissées</li></ul>	42 44 44 44 45 47
<ul> <li>9.4 Optimisation des architectures tissées</li></ul>	42 44 44 44 45 47 50
<ul> <li>9.4 Optimisation des architectures tissées</li></ul>	42 44 44 45 47 50 53
<ul> <li>9.4 Optimisation des architectures tissées</li></ul>	42 44 44 45 47 50 53 53
<ul> <li>9.4 Optimisation des architectures tissées</li></ul>	42 44 44 45 47 50 53 53 53 54
<ul> <li>9.4 Optimisation des architectures tissées</li></ul>	42 44 44 45 45 47 50 53 53 53 53 53

11.5 Influence de l'humidité	
Conclusion	
Références	

### **1** Introduction

L'utilisation des fibres synthétiques (de verre ou de carbone) dans les matériaux composites connait depuis plusieurs années un essor considérable. Ces matériaux, obtenus par divers procédés chimiques et de résines pétrochimiques, trouvent de nombreuses applications industriels grâce à leurs très bonnes propriétés mécaniques spécifiques, à leur faible masse et à leur résistance aux conditions environnementales. Toutefois, face à des enjeux environnementaux et écologiques de plus en plus contraignants, les industries se tournent vers des matériaux alternatifs aux matériaux traditionnels, issus de ressources renouvelables et naturelles pour réduire les bilans énergétiques liés à leur fabrication et palier à la raréfaction des ressources pétrolières.

Les fibres végétales comme le lin et le chanvre constituent une alternative prometteuse aux fibres synthétiques. Ces fibres ont des propriétés mécaniques spécifiques concurrentielles de celles des fibres de verre (**Table 1-1**). Ainsi, leur faible coût énergétique de production et leur faible densité par rapport à celles des fibres de verre favorisent leurs émergences. L'association de ces fibres avec des polymères issus de ressources naturelles, tels que les matrices thermoplastiques à hautes performances, permettent de produire des matériaux 100% biosourcés.

			Végétales			Minérale Synthétique
Propriétés	Chanvre	Lin	Sisal	Jute	Bambou	Verre-E
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	1,48	1,45	1,33	1,46	1,4	2,5
Contrainte de traction (MPa)	550 - 900	400 - 1500	600 - 700	400 - 800	750 - 950	2300 - 2500
Déformation à la rupture (%)	1,6-1,8	1,2 - 3	2 - 3	1,8	1,9	3,2-3,5
Module de Young (GPa)	60 -70	60 - 80	28 - 38	10 - 30	30 - 50	70 - 74
Rigidité spécifique (GPa cm <sup>3</sup> /g)	40 - 47	41 - 55	21 - 28	7 - 20	21 - 36	27 - 29

 Table 1-1 : Propriétés mécaniques de différentes fibres [1,2]

Ce chapitre présente un état de l'art général sur les constituants des matériaux composites ainsi que sur les travaux menés dans ce domaine. Dans une première partie, l'histoire du chanvre est présentée ainsi que sa culture dans le monde. Ensuite, les étapes d'extraction des fibres de chanvre ainsi que les propriétés physico-chimiques et mécaniques seront abordées. La deuxième partie, portera sur les techniques d'hybridation utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques des mèches faiblement retordues. Ces techniques sont classées selon trois échelles : échelle fibre, échelle fil et échelle renfort. Puis, la présentation du procédé de tissage, des renforts en fibres de chanvre et de l'influence de ce procédé sur les propriétés textiles et mécaniques des fils sera investiguée. Enfin, la dernière partie se focalisera

sur les biocomposites. Les résines biosourcées et les renforts textiles utilisés dans la fabrication de ces composites seront tout d'abord présentés. Ensuite, des exemples d'application des biocomposites dans les différents domaines seront identifiés. Et finalement, l'influence de certains paramètres sur les propriétés des biocomposites sera discutée.

### 2 Culture du chanvre dans le monde

Le chanvre est une plante qui appartient à la famille des Cannabinacées ou Cannabacées [7]. Dans cette famille, le genre Cannabis est associé à une espèce, Cannabinus sativa, qui regroupe trois sous espèces :

- Cannabis sativa : correspondant au chanvre industriel
- Cannabinus ruderalis : la forme sauvage
- Cannabinus indica : la forme psychotrope de la plante

Le chanvre est une plante qui est utilisée depuis des millénaires pour différentes applications. Historiquement, des traces de son utilisation ont été retrouvées en Chine, en Inde et en Égypte, dès le néolithique, pour la fabrication de tissus, de cordes, de papier et même pour des propriétés médicinales [8–13].

Au Moyen Âge, le chanvre est devenu une culture importante en Europe, et a connu un âge d'or à l'époque de la marine à voile. En effet, l'industrie navale avait besoin de grandes quantités de fibres de chanvre pour la fabrication des cordages et des voiles de navires. Ainsi, Colbert, ministre de Louis XIV, a créé la Corderie Royale de Rochefort en 1666, qui a atteint son apogée au XVIII<sup>ème</sup> et XIX<sup>ème</sup> siècles pour la fabrication des cordages en chanvre. Le chanvre a été utilisé pour la fabrication des voiles et des cordages de l'Hermione (frégate de 1779) sur laquelle le marquis de Lafayette a embarqué en 1780 pour soutenir la guerre d'indépendance des américains contre les Anglais.

Cependant, à la fin du XIX<sup>ème</sup> siècle, l'arrivée du coton a concurrencé fortement les marchés du lin et du chanvre dans l'industrie de l'habillement. De plus, le remplacement de la voilure par les machines à vapeur et l'utilisation de câbles métalliques ont entraîné le déclin du chanvre, ce qui a provoqué une chute de plus de 70% des surfaces de chanvre cultivées en France entre 1830 et 1914 (**Figure 1-1**) [9,14].

Le chanvre est également associé à la drogue en raison de la présence de THC (tétrahydrocannabinol, le principal composé psychoactif du cannabis), substance psychotrope du cannabis, dans certaines variétés de la plante. En 1961, la Convention Unique des Nations Unies sur les Stupéfiants a reconnu le chanvre indien comme stupéfiant en raison de ses propriétés psychotropes, ce qui a interdit sa culture dans la plupart des pays et son usage industriel. Seuls la Chine, l'Inde, l'URSS et les pays de l'Est ne la ratifieront pas. Cependant, depuis le développement de nouvelles variétés de chanvre dépourvues de THC, certains pays permettent à nouveau la production du chanvre sous autorisation.

La culture du chanvre en France a été alors autorisée en 1993, après une interdiction pendant plusieurs décennies. Ainsi, la production de chanvre en France est encadrée par la réglementation européenne, qui impose une teneur maximale en THC de 0,2% pour les variétés de chanvre autorisées à la culture. Les agriculteurs doivent obtenir une autorisation de culture

auprès des autorités compétentes et respecter les bonnes pratiques agricoles pour garantir une qualité et une sécurité optimales des produits. Ainsi, face aux nouvelles réglementations pour limiter les émissions de CO2, un regain d'intérêt pour les fibres végétales a été observé ces dernières années, surtout pour la culture du chanvre [15].

Au niveau mondial, aujourd'hui la France est le 3ème producteur de chanvre après la Chine et le Canada et le 1er producteur européen de chanvre avec une superficie de culture qui dépasse 20 000 ha (selon la FNPC, 2022) et plus de 1500 producteurs [16] (**Figure 1-2**). Cette culture est localisée principalement en Normandie, Bretagne, Pays de la Loire, Centre-Val de Loire et en Auvergne-Rhône-Alpes. Le chanvre cultivé en France est principalement destiné à la production de fibres pour l'industrie textile, ainsi qu'à la production de graines pour l'alimentation humaine et animale. La **Figure 1-3**, présente l'évolution des surfaces agricoles françaises cultivées en chanvre entre 2013 et 2022. En Europe, la superficie totale atteint 54 000 ha en 2020. Le chanvre européen est essentiellement dédié à l'industrie.

La culture du chanvre est en expansion dans le monde entier, en raison de l'intérêt croissant et pour ses propriétés médicinales et ses applications industrielles. A partir des pailles de chanvre, 4 types de produits sont obtenus (**Figure 1-4**) : la graine (représente 11% du poids et 21% de la valeur économique), la chènevotte (granulat représentant 44% du poids, 27% de la valeur économique), la fibre (24% du poids, 50% de la valeur économique) et les poussières (21% du poids, 2% de la valeur économique). L'ensemble des produits provenant de la culture de chanvre est valorisé au travers de diverses applications : alimentation (15%), bâtiment (14%), papeterie (56%), isolation (29%), textiles (1%), etc...[13,16,17]

Le coût de vente du chanvre varie en fonction de nombreux facteurs tels que le lieu de production, la qualité des fibres, le mode de culture, le traitement et la transformation. Cependant, en général, le coût de production du chanvre est souvent plus élevé que celui des autres fibres naturelles comme le coton, le lin ou la jute, en raison de la complexité de sa culture et de sa transformation. Toutefois, le coût de production du chanvre peut être compensé par son rendement élevé et ses propriétés uniques, notamment sa résistance, sa durabilité et sa polyvalence. De plus, les avantages environnementaux du chanvre, tels que sa capacité à être cultivé sans pesticides et son faible impact sur les sols, peuvent en faire une option économiquement viable à long terme pour les producteurs et les fabricants. Il a été montré qu'un hectare de chanvre peut absorber jusqu'à 2,5 tonnes de dioxyde de carbone durant sa croissance [18].





Figure 1-1 : Evolution des surfaces de chanvre cultivées (en hectares) en France entre 1830 et 1914 [9,14]



Figure 1-2 : Production mondiale du chanvre en 2022 [16]



Chapitre 1 : Etat de l'art sur le chanvre et les composites biosourcés





Fibres 24 %

Chènevotte 44 % Poussières végétales 22 %

Figure 1-4 : Fractions végétales obtenues après la première transformation des pailles de chanvre [16,19]

#### **3 Extraction des fibres de chanvre**

Le chanvre est une plante robuste annuelle (croit, fleurit et produit des fruits et des graines au cours d'une même année) qui peut pousser dans différentes conditions environnementales et climatiques et s'adapte à des conditions difficiles. Cependant, la plante préfère un sol riche en nutriments, aéré, bien drainé et avec un pH compris entre 6 et 7. La période de semis du chanvre varie en fonction de la latitude et de l'altitude, mais généralement, il est semé au printemps, entre mi-mars et fin mai, et récolté en été entre fin août et septembre. Le temps nécessaire pour la croissance (les différentes phases de croissance du chanvre sont représentées en **Figure 1-5**) des tiges dépend essentiellement du climat (ensoleillement et arrosage) et, est entre 100 et 130 jours pour donner des tiges d'une hauteur de 3 à 5 mètres et de diamètres moyens de 1 à 3 cm [20]. Contrairement à la culture du lin, le chanvre ne nécessite aucun traitement phytosanitaire.

En fonction des applications visées par le chanvre, la période de la récolte change entre fin aout, dès la fin de la floraison si la culture est « non battue » et courant septembre si la culture est « battue ». Pour la culture non battue, les pailles sont fauchées et les plants vont être coupés et déposés au sol pour être rouis. Tandis que, la culture battue permet de récupérer les pailles et les graines, après la floraison. Les graines sont tout d'abord moissonnées, et les pailles sont déposées au sol pour le rouissage.

Après la récolte, les pailles passent par l'étape de rouissage (**Figure 1-6**) (rouissage au champ ou rouissage à l'eau) pour détacher correctement les fibres se trouvant en périphérie de la tige de la chènevotte qui se trouve au centre. Pour le rouissage au champ, les pailles sont déposées au sol sur le champ en andains et retournées régulièrement, l'humidité et la température sont nécessaires pour stimuler la croissance des microorganismes qui produisent des enzymes pour détériorer les tissus vivants de la tige du chanvre. La qualité des fibres varie alors en fonction des conditions climatiques. Ce type de rouissage reste par contre plus avantageux car il ne nécessite pas l'arrosage et dans certains cas il favorise au mieux le défibrage mécanique. Les pailles peuvent également être rouies dans des réservoirs d'eau pour rendre le processus de rouissage plus contrôlé. Les pailles sont séchées par la suite dans des systèmes à rouleaux, mais cela génère des coût supplémentaires et peut causer des dommages aux fibres [20,21].

Après le rouissage, les pailles passent par un procédé de défibrillation mécanique pour séparer les fibres de la chènevotte. Après une succession d'étapes de battage et de broyage mécanique à marteaux ou à rouleaux, les fibres et la chènevotte sont enfin séparées. Ce type d'extraction est par contre très agressif et endommage les fibres [22]. De plus, il ne permet pas d'obtenir des fibres longues. Le procédé teillage/peignage (Figure 1-7) utilisé pour extraire les fibres des tiges de lin, peut être employé également pour obtenir des fibres longues. La première étape consiste à broyer les tiges entre les rouleaux cannelés, ensuite la matière est battue afin d'extraire les chènevottes, les poussières ainsi qu'une partie des fibres courtes. Les faisceaux de fibres obtenus sont peignés en utilisant des peignes dégressifs [23].





Figure 1-5 : Cycle de croissance du chanvre [23]



Figure 1-6 : Rouissage du chanvre [24]



Figure 1-7 : Teillage et peignage du chanvre [25]

### 4 Morphologie et constituants des fibres de chanvre

La structure typique des fibres de chanvre se caractérise par un empilement de parois cellulaires constituées de microfibrilles de cellulose noyées dans une matrice constituée principalement d'hémicellulose et de lignine (**Figure 1-8**). La paroi cellulaire de la fibre est constituée de plusieurs couches de natures différentes comme présenté en **Figure 1-8** : la paroi primaire, la paroi secondaire, elle-même composée de trois couches différentes (L1, L2 et L3), et la lamelle mitoyenne ou le lumen (canal central) formant la zone de transition entre les différentes cellules végétales [2,26]. Ce type de structure confère à ces fibres un comportement anisotrope.

La paroi primaire joue un rôle principalement structurel [27] et se caractérise par une épaisseur qui varie entre 300 nm et 1,2  $\mu$ m [28]. Cette paroi est peu cellulosique et est composée de microfibrilles de cellulose ayant une orientation hélicoïdale en S avec un angle micro fibrillaire variant entre 70 et 90° [29], et se caractérise par une rupture fragile.

La paroi secondaire est plus épaisse que la paroi primaire [30] et plus cellulosique [2] avec une épaisseur de paroi de 13  $\mu$ m [28], ayant un réseau plus cristallin qui confère à la fibre sa rigidité. Les couches constituant cette paroi sont faites de microfibrilles de cellulose qui s'orientent différemment par rapport à l'axe de la fibre avec une orientation hélicoïdale en Z [29]. La couche L2 est la plus épaisse et représente 70 à 80% de la masse de la fibre élémentaire, et sa structure est responsable des propriétés mécaniques de la fibre [30,31]. Ainsi, l'angle micro fibrillaire varie d'une couche à l'autre [26], avec un angle de la couche L2 le plus faible [29].



Figure 1-8 : Composition et microstructure d'une fibre végétale [32]

L'orientation des microfibrilles de cellulose par rapport à l'axe de la fibre est appelée l'angle micro fibrillaire qui est une caractéristique morphologique dépendant du type de plante à fibres. Cet angle influe sur les caractéristiques de la fibre. Les fibres avec un faible angle sont plus rigides et résistantes tandis que les fibres ayant un angle plus important sont plus ductiles. Pour les fibres de chanvre, cet angle varie de quelques degrés à 11°. Il a été observé que cet angle est plus faible quand les taux de cellulose et d'hémicellulose sont importants et qu'il augmente avec l'augmentation des taux de pectines et de lignines.

### 5 Propriétés physico-chimiques des fibres de chanvre

Les fibres naturelles se caractérisent par une grande variabilité de leurs paramètres dimensionnelles (section, longueur, diamètre, etc...) qui est due principalement à la complexité de leur morphologie. Cependant, ces propriétés sont importantes à connaitre pour déterminer leurs propriétés mécaniques. Contrairement aux fibres synthétiques, les fibres naturelles n'ont pas une section purement cylindrique, et elle se rapproche plutôt d'une forme polygonale et varie sur la longueur des fibres, ce qui entraine une difficulté pour déterminer avec précision la section et le diamètre de ces fibres. Les méthodes de détermination de ces propriétés ainsi que l'endroit de prélèvement des fibres sur la tige ont un impact sur les résultats obtenus. Selon les auteurs, les fibres primaires ont, en moyenne, un diamètre qui varie entre 20 et 40  $\mu$ m [33]. Tandis que les fibres secondaires ont un diamètre plus faible [26,34]. Quant à la longueur de fibres, cette dernière varie selon l'échelle à laquelle les fibres sont prélevées. Au niveau des faisceaux de fibres, la longueur atteint celle de la tige de chanvre qui est de 3 mètres [35], alors qu'au niveau des fibres individuelles, la longueur dépend du type des fibres. Les fibres primaires ont une longueur moyenne qui varie entre 5 et 100 mm [34], tandis que les fibres secondaires ont une longueur moyenne de 2 mm [34].

La densité des fibres de chanvre est un paramètre très important pour déterminer certaines propriétés et pour la comparer avec celles des autres fibres. En raison de la morphologie de ces fibres, la mesure de la densité devient plus complexe. La densité dépend de deux grandeurs à savoir la masse et le volume des fibres. La mesure de la masse est accessible par la mesure, tandis que le volume est plus complexe à mesurer. Expérimentalement, la méthode la plus utilisée et la plus précise pour déterminer le volume est celle du pycnomètre à gaz. Le principe se base sur une différence de pression entre une enceinte de référence et une enceinte de mesure pour déterminer le volume de l'échantillon. Une autre méthode est également utilisée et se base sur le principe de la poussée d'Archimède où l'échantillon est immergé dans un liquide. Cependant, en raison du caractère hydrophile des fibres, le volume mesuré ne correspond pas au volume des fibres. Les valeurs de densité obtenues dans la littérature sont comprises entre 1,40 et 1,60 pour les fibres de chanvre.

La composition chimique et les paramètres structurelle des fibres de chanvre sont présentés en **Table 1-2**. La composition chimique des fibres de chanvre varie selon le type de la plante et de la partie de la plante utilisée ainsi que de la méthode d'analyse [22]. Le chanvre est composé d'éléments dits structuraux assurant le maintien mécanique de la fibre et qui sont le cellulose, hémicellulose et la lignine. La cellulose est le principale constituant des fibres de chanvre (plus de 70%), suivie de l'hémicellulose entre 10 et 20% et de lignine environ 5%. Les fibres de chanvre comptent également d'autres éléments dits extractibles : pectines, protéines, acides gras, cires... La quantité de ces constituants est relativement faible. Les pectines sont les extractibles les plus abondants dans les fibres de chanvre et peuvent atteindre jusqu'à 3% et se trouvent essentiellement dans la lamelle moyenne et la paroi primaire [9].

Table 1-2 : Composition chimique des fibres de chanvre					
Cellulose	Hémicellulose	Pectine	Lignine	Cires et cendres	Références
75	4	4	2	/	[34]
73-77	7 - 9	6 - 7	4 - 6	8 - 10	[33]
55-90	12	3	2 - 5	1,7	[27,36]
67-78	5,5 - 16	/	2,9 - 3,3	0,8 - 2,5	[37]
70	16	1	6	3,2	[35]

 Table 1-2 : Composition chimique des fibres de chanvre

### 6 Propriétés mécaniques des fibres de chanvre

Les propriétés mécaniques des fibres de chanvre dépendent de nombreux facteurs : de leurs caractéristiques biochimiques, leur morphologie, la maturité des plantes lors de la récolte ainsi que des procédés d'extraction. La croissance des plantes et leur extraction doivent être surveillées avec précaution pour ne pas impacter la structure interne des fibres. Ces propriétés varient d'une espèce à l'autre et même d'une fibre à l'autre au sein d'une même plante. Les propriétés mécaniques en traction des fibres naturelles peuvent être déterminées selon deux méthodes : la méthode sur fibre unitaire et la méthode sur éprouvettes composites ou « Impregnated Fibre Bundle Test » (IFBT).

La détermination des propriétés en traction des fibres par des essais sur fibre unitaire, s'effectue selon la norme NF T25-501-2 [38]. La **Figure 1-9** présente un exemple des courbes de réponse en traction « contrainte-déformation » d'une fibre de chanvre. Généralement, les fibres naturelles ne présentent pas un comportement parfaitement élastique linéaire lors d'un essai de traction. Trois types de comportement peuvent être alors obtenus. Le type (1) correspond à un comportement parfaitement linéaire. Dans le type (2), la courbe est non-linéaire et se caractérise par deux zones différentes avec une baisse de rigidité dans la seconde partie de

la courbe. La courbe du type (3) présente de multiples non-linéarités, elle est d'abord linéaire jusqu'à la limite élastique (partie I) puis une baisse de rigidité est observée jusqu'au second point d'inflexion (partie II) et finalement, la partie (III) qui se caractérise par une augmentation quasi-parabolique de la rigidité jusqu'à la rupture de la fibre. Selon l'emplacement des fibres dans la tige, leurs propriétés varient et ces dernières sont plus importantes si les fibres sont au milieu de la tige [39].

L'utilisation de ce type d'essai permet d'obtenir directement la force, le module et l'allongement à rupture mais par contre cet essai nécessite une individualisation des fibres et prend beaucoup de temps. Par ailleurs, la mesure de l'allongement n'est pas toujours évidente vu les glissements qui peuvent se manifester au niveau des mors. La préparation des fibres et l'individualisation des fibres élémentaires est minutieuse et doivent être manipulées avec soin pour ne pas endommager celles-ci. Souvent les résultats obtenus sont très dispersés.



Figure 1-9 : a) Trois courbes typiques contrainte-déformation en traction d'une fibre de chanvre, b) Courbe du type 3 divisée en trois zones distinguées d'une fibre végétale [39,40]

Une deuxième méthode alternative à l'essai sur fibre unitaire et classiquement utilisée est la méthode de l'« Impregnated Fibre Bundle Test » (nommée IFBT par la suite) et qui a été développée par la Confédération Européenne du Lin et du Chanvre (CELC). Des éprouvettes composites sont fabriquées soit avec des faisceaux de fibres, des rubans ou des fils de fibres naturelles. Ensuite, ces dernières sont caractérisées en traction. Les résultats obtenus en termes de contrainte à rupture et modules sont utilisés pour calculer par la loi des mélanges inverse, les propriétés des fibres : le module à l'aide de l'équation (1-1) et la contrainte à l'aide de l'équation (1-2).

$$E_f = \frac{E_c - (1 - V_f) E_m}{V_f}$$
(1-1)

$$\sigma_f = \frac{\sigma_c - (1 - V_f)\sigma_m}{V_f} \tag{1-2}$$

Avec : 
$$E_f$$
 : module des fibres [GPa]

 $E_c$ : module de l'éprouvette composite [GPa]  $E_m$ : module de la matrice [GPa]  $V_f$ : fraction volumique de fibres dans l'éprouvette composite  $\sigma_f$ : contrainte des fibres [MPa]  $\sigma_c$ : contrainte de l'éprouvette composite [MPa]  $\sigma_m$ : contrainte de la matrice [MPa]

Le protocole de préparation et de mise en œuvre des éprouvettes IFBT est plus simple par rapport à la méthode sur fibre unitaire. Par contre, les propriétés obtenues dépendent de l'imprégnation des fibres par la résine, de l'orientation des fibres et des autres propriétés intrinsèques des fibres telles que la porosité au sein des éprouvettes et la torsion des fibres [41]. Ce qui demande de prendre en considération ces paramètres et donc de les intégrer dans les équations. Dans la suite des travaux présentés dans le cadre de cette thèse, les propriétés des fibres seront déterminées au moyen de cette méthode dont le détail du protocole de fabrication ainsi que les équations modifiées de la loi des mélanges seront présentés dans le chapitre 2.

Les résultats obtenus dans la littérature des propriétés des fibres de chanvre sur fibre unitaire (**Table 1-3**) montrent une grande dispersion des valeurs selon les études. Ces propriétés dépendent des conditions de mise en œuvre ainsi que des conditions d'essais et varient en raison de la non-homogénéité des fibres de chanvre. Les fibres de lin et de verre ont par contre des propriétés (contrainte et module) plus élevées que celles des fibres de chanvre.

	Contrainte (MPa)	Module (GPa)	Déformation (%)	Références
Chanvre	285 - 889	14,4 - 44,5	0,8 - 3,3	[22,42]
Lin	595 - 1510	37,2 - 75,1	1,6 - 3,6	[22,37]
Verre	3200 - 3400	72 - 73	4,6 - 4,8	[2]

 Table 1-3 : Propriétés mécaniques des fibres de chanvre par la méthode fibre unitaire

Bensadoun et al [41] ont mené une étude comparative des propriétés obtenues avec les deux méthodes (**Table 1-4**) sur des fibres de lin. La contrainte à rupture des fibres élémentaires semble plus élevée que celle obtenue par le test IFBT. Pour le module, deux valeurs ont été calculées. Un premier module à faible déformation (inférieure à 0,1%) et un deuxième module calculé dans la deuxième partie de la courbe (supérieure à 0,3%). Le premier module est plus élevé de 30% que le second module, ce qui est dû à la diminution de l'angle micro fibrillaire des fibres. Ainsi, le premier module obtenu par le test IFBT est identique à celui obtenu par test sur fibres unitaires. Tandis que le second module, il est plus bas d'environ 10%. Ainsi, les travaux de Réquilé et al [43] ont mis en évidence la variété des propriétés mécaniques (obtenues sur fibres unitaires et par test IFBT) de trois différents types de fibres de chanvre (différant par la période de récolte, de rouissage et d'extraction). Un intervalle de valeur est donné en **Table 1-4**. Comme pour les fibres de lin, les propriétés obtenues sur fibres unitaires, plus particulièrement la contrainte à rupture, sont plus élevées que celles obtenues par test IFBT. Selon le type des fibres de chanvre, ces propriétés peuvent être plus ou moins élevées par rapport à celles des fibres de lin.

Tuble 1-4. Comparation all proprietes fibres obtenues par essais sur fibres anaantes et 11 D1 [41,45]					
	$\sigma_f$ (MPa)	$E_{f1}$ (GPa)	$E_{f2}$ (GPa)		
Essais sur fibre unitaire de lin	791 ± 319	57 ± 13	44 ± 14		
Essais IFBT sur fibres de lin	527 ± 138	$59,8 \pm 2,4$	$40,8\pm3,5$		
Essais sur fibre unitaire de chanvre	410 - 795	24 - 52	-		
Essais IFBT sur fibres de chanvre	332 - 470	39 - 50	-		

 Table 1-4 : Comparaison des propriétés fibres obtenues par essais sur fibres unitaires et IFBT [41,43]

#### 7 Filature du chanvre

#### 7.1 Filature peignée

Après la récolte et l'extraction des fibres de chanvre, plusieurs fractions végétales peuvent être obtenues. Trois fractions végétales peuvent être séparées manuellement les unes des autres : Les fibres longues dites longs brins et fibres plus courtes généralement appelées étoupes. Ces dernières sont des sous-produits des fibres longs brins et sont obtenues après battage et en sortie de peignage ainsi que la chènevotte qui correspond au xylème de la tige et les poussières végétales.

L'étape suivante consiste à obtenir des mèches ou fils par le procédé de filature en suivant trois étapes : affinage, torsion et le bobinage. Ces étapes sont réalisables à travers le cardage et le peignage et par l'étape de finissage.

Pendant l'étape de peignage, les fibres sont soumises à un peignage progressif pour les paralléliser et éliminer les fibres courtes. Après teillage, les fibres passent sur des peignes, d'espacement entre les dents dégressives, de plus en plus fins afin d'enlever les impuretés restantes, démêler et séparer les faisceaux des fibres, aligner et affiner la matière. Un ruban continu et régulier ayant des faisceaux de fibres parallèles et bien alignées est obtenu à la sortie de la peigneuse.

Ensuite, les rubans sont assemblés et puis étirés pour obtenir en sortie un ruban régulier, parallélisé et ayant le titre défini au préalable. En sortie d'étirage, le ruban est étiré et tordu légèrement pour obtenir une mèche, et subit les mêmes opérations sur un Continu A Filer (CAF) pour avoir un fil plus fin et plus retordu. Les fibres de chanvre ont besoin d'une certaine torsion pour apporter la cohésion et pouvoir les utiliser dans les procédés de transformation textile (tissage, tricotage, tressage, ...).

#### 7.2 Filature cardée

La filature cardée est une méthode de filature du chanvre qui consiste à utiliser une machine appelée "carde" pour démêler les fibres de chanvre et les aligner dans une direction. La filature cardée du chanvre permet d'obtenir un fil plus grossier et plus rugueux que la filature peignée, mais aussi plus résistant. Les fibres de chanvre passent à travers une série de cylindres garnis d'aiguilles qui constituent les groupes cardants qui orientent les fibres et les alignent dans la même direction, on obtient ainsi un ruban cardé. Le fil obtenu après les étapes d'étirage est retordu pour obtenir une résistance suffisante. La filature cardée est une méthode moins coûteuse que la filature peignée et est souvent utilisée pour les produits qui nécessitent une grande résistance et durabilité, mais qui ne nécessitent pas une texture fine ou une apparence soignée. Après cardage, les fibres peuvent passer par le procédé de peignage pour éliminer davantage les impuretés et obtenir des fibres plus régulières. Une fois les fibres cardées et peignées, elles sont prêtes à être filées pour former des fils plus fins et continus.

#### 8 Techniques d'amélioration des propriétés des fibres de chanvre

Les fibres naturelles sont des fibres discontinues mais les renforts à base de ces fibres sont constitués le plus souvent de fils ayant été retordus, lors des étapes de filature, pour augmenter leur ténacité et minimiser les défauts lors des étapes de tissage. Si la torsion appliquée est faible, le produit obtenu est appelé mèche tandis que lorsqu'elle est élevée, le produit est appelé fil retordu. Cette torsion augmente les efforts de friction internes, la cohésion inter-fibres et la ténacité du fil. Des études sur les fils de lin ont montré que les propriétés mécaniques du fil augmentent avec la torsion. Toutefois, au-delà d'une certaine torsion, ces propriétés diminuent et impactent les propriétés des matériaux composites [44-48]. Cependant, une forte valeur de torsion conduit à désaligner et désorienter les fibres selon une trajectoire hélicoïdale autour de l'axe du fil et à rigidifier celui-ci, ce qui rend l'imprégnation difficile lors de la mise en œuvre du composite. L'utilisation de mèches (rovings) faiblement tordues est privilégiée afin de garder l'alignement des fibres dans l'axe de la mèche. Ces mèches présentent une faible cohésion entre les fibres qui les composent, et ne sont pas assez résistantes pour pouvoir être introduites en tissage. Plusieurs méthodes ont été développées pour remplacer la torsion des fils et optimiser l'alignement de ces rovings en minimisant la torsion [25,49]. Afin d'améliorer l'imprégnation à cœur, des fibres naturelles, l'utilisation de fils hybrides au sein desquels la résine et les fibres sont mélangées, est une solution pour une fabrication efficace de composites thermoplastiques. Ces fils hybrides favorisent une bonne distribution de la matrice et du renfort sous une forme non fondue avant la mise en œuvre [50]. Ces fils peuvent être également utilisés directement pour produire des renforts par les procédés de tissage, tricotage ou tressage. Ainsi, lors de la mise en œuvre du composite, l'imprégnation des fibres se fait directement par thermocompression sans avoir besoin d'injecter la résine. D'autres méthodes qui se basent sur des traitements chimiques, sont souvent utilisées en textile pour améliorer la tissabilité et améliorer les propriétés mécaniques des mèches. Ces traitements agissent sur les constituants de la fibre et peuvent entrainer des changements dans leur microstructure et leur composition chimique. A-C. Corbin [25] a montré que l'application du traitement chimique sur les mèches de chanvre améliore leur ténacité à rupture et facilite leur tissage.

L'utilisation des résines thermoplastiques dans les matériaux composites est de plus en plus encouragée, compte tenu des nombreux avantages qu'elles présentent. En plus d'être recyclable, grâce à la réversibilité de leurs polymérisations, ces résines permettent de réduire le temps de fabrication des pièces composites, par rapport aux procédés associés aux résines thermodurcissables, car elles ne nécessitent pas une étape de réticulation. De plus, les composites thermoplastiques peuvent être mis en œuvre par des procédés automatisés et rapides telles que la thermocompression et l'injection. Toutefois, l'imprégnation des fibres naturelles avec ces résines peut être plus difficile dans certains cas du fait de leur viscosité plus élevée. Plusieurs technologies existent permettant la réalisation d'un composite à base de structure hybride, composée de fibres naturelles et fibres thermoplastiques, pour palier à ces problème de viscosité et d'imprégnation [49]. Cette hybridation peut se faire aux différentes échelles de fabrication : A l'échelle fibre, à l'échelle fil et à l'échelle renfort.

#### 8.1 Technique d'hybridation à l'échelle fibres

L'hybridation se fait grâce à la réalisation d'un mélange intime de deux types de fibres, fibres naturelles [51,52] ou synthétiques [53,54] et fibres thermoplastiques (qui viendront former la matrice lors de la mise en œuvre du composite), selon les proportions désirées. Dans le cas d'un mélange de fibres naturelles et fibres thermoplastiques, le mélange se fait entre deux faisceaux de fibres ou rubans de fibres sur différentes machines textiles de filature (carde, banc d'étirage). Le mélange de fibres peut être cardé, les rubans obtenus sont ensuite étirés, ils peuvent subir plusieurs passages d'étirage pour affiner le ruban. Ensuite, pour donner la cohésion au mélange et apporter des propriétés mécaniques, un multi-filament thermoplastique est utilisé comme fil de guipage autour du mélange (Figure 1-10.a). Baghaei et al [52] ont étudié le mélange lin/PLA. Le mélange a été cardé trois fois pour paralléliser les fibres et obtenir un ruban qui été étiré deux fois pour obtenir une mèche uniforme. Ensuite la mèche a été guipée avec un multi-filament de PLA avec une torsion de 200 tours/m. Zhang et al [51] ont également étudié le mélange intime de lin/PP et chanvre/PP. Les rubans de chanvre et de PP ont été mélangés et étirés au niveau de la machine Gills pour obtenir les proportions souhaitées et un mélange uniforme. Tandis que le lin et le PP ont été d'abord cardés puis étirés. Ensuite, les deux rubans obtenus ont été guipés par un multi-filament de PP à 190 tours/m. Une amélioration des propriétés en flexion a été observée. Dans le cas des fibres synthétiques, le mélange intime se fait grâce à la technologie d'« air-texturing » (Figure 1-10.b) ou jet d'air, où les fibres synthétiques et thermoplastiques sont introduites dans la machine et subissent une pression d'air lors de leur passage qui permet de les mixer et réaliser le fil hybride [54]. L'utilisation du mélange intime permet d'atteindre les proportions fibre/matrice désirées. Ainsi, une meilleure distribution de la matrice entre les fibres de renfort et un meilleur alignement des fibres dans l'axe du fil sont obtenus grâce au mélange.



Figure 1-10 : a) Fils hybrides par mélange intime, b) Principe du procédé d'air-texturing [51,54]

#### 8.2 Technique d'hybridation à l'échelle fils

Les technologies de guipage, tressage ou co-tressage sont utilisées à cette échelle pour produire le fil hybride.

Le guipage permet de réaliser des fils hybrides contenant des fibres de différentes natures. Ce procédé est effectué lors de la filature, sur une machine appelée broche creuse (Figure 1-11). Le principe du procédé consiste à introduire le fil d'âme sans lui appliquer une vraie torsion, et venir le guiper avec le fil thermoplastique selon la densité de guipage désirée. Le fil de guipage comprime les fibres du fil d'âme, et participe à l'augmentation de sa cohésion et à le protéger durant les procédés de transformation textile (tissage, tressage...). Le fil de guipage est souvent composé de polymère thermoplastique alors que le fil d'âme peut être un fil, une mèche ou un ruban produit à partir de fibres naturelles ou synthétiques. Cette technologie est utilisée dans l'étude de Zhang et al [51] en guipant un mélange de lin/PP par un multi-filament de PP. Ils montrent dans cette étude qu'un composite à base de fils guipés où le fil d'âme est non tordu présente de meilleures propriétés par rapport à celles de composites renforcés de fils retordus. De la même façon, Baghaei et al [5,52] ont étudié le guipage de chanvre/PLA par un multi-filament de PLA guipé respectivement à 150 tours/m et 200 tours/m. Les propriétés mécaniques des composites augmentent avec la teneur en fibres et avec la densité de guipage. Jiang et al [55] ont produit un fil guipé lin/PP où les multi-filaments de PP sont entourés autour des fils de lin. L'influence des paramètres de guipage (vitesse de broche et la torsion) ainsi que les paramètres des structures textiles, sur les propriétés des composites, a été étudiée. Zhai et al [50] ont étudié le guipage de lin par des multi-filaments de PP. L'influence de la densité de guipage sur les propriétés en traction des fils identifiées à froid et à chaud a été évaluée en étudiant deux densités de guipage. Les travaux réalisés par A-C. Corbin et al [56] dans le cadre du projet Européen SSUCHY sur des rovings de chanvre, ont montré la faisabilité de guipage de ces derniers par un multi-filament de PA12. Les fils guipés obtenus sont utilisés pour la fabrication de préformes tissées destinées à la fabrication de plaques composites par thermocompression. Des caractérisations aux différentes échelles (fils hybrides, préformes,
composites) ont été effectuées afin d'évaluer la faisabilité de cette technique. A l'échelle des fils, les propriétés mécaniques du fil guipé sont améliorées par rapport à celles du roving de chanvre non traité et ce fil est utilisé en tissage pour produire des préformes textiles. Cette technologie est celle retenue dans le cadre de ces travaux et sera détaillée dans le chapitre 2.



Figure 1-11 : a) Principe de l'hybridation par la broche creuse, b) Schéma du fil hybride obtenu par guipage [57]

Le co-tressage consiste à réaliser des fils hybrides à partir de fils de fibres naturelles ou synthétiques et de fils thermoplastiques. Le fil à base de fibres naturelles est introduit en âme au sein d'une tresseuse et va être sur-tressé par des fils thermoplastiques (Figure 1-12). Khondker et al [58] ont développé un fil hybride par co-tressage de PLA et PP autour des fils de jute. Kobayashi et al [59] ont étudié également le co-tressage de PLA autour des fils de chanvre tout en améliorant l'imprégnation des fibres. Zhai et [50] ont étudié le co-tressage du PP autour de fils de lin en étudiant différents angles de tressage et en comparant le co-tressage avec le procédé de guipage sur les mêmes types de matières. L'utilisation du co-tressage permet de maintenir l'alignement des fibres sans rajouter de torsion supplémentaire, et favorise une meilleure distribution de la matrice autour des fibres.



Figure 1-12 : Fil hybride par co-tressage

La filature par friction (Technologie DREF) permet également de produire le fil hybride à partir de fils et de fibres de natures différentes (**Figure 1-13.a**). Son principe consiste à introduire un ruban de fibres thermoplastiques dans la machine, un cylindre garni de dents de scie (appelé briseur) va dissocier les fibres de ruban. Ces fibres vont être projetées autour du fil de fibres naturelles pour le recouvrir et créer le fil hybride par l'intermédiaire des cylindres de filature. Bar et al [60] ont produit un fil hybride lin/PP en utilisant la DREF-3. L'influence des paramètres procédé et du traitement thermique sur les fils hybrides a été étudiée. Les résultats obtenus montrent que l'augmentation du ratio du PP et de la température du traitement thermique ainsi que la diminution de la torsion du fil d'âme, améliore la tissabilité de ces fils.

Des méthodes utilisant la thermocompression pour consolider le mélange des deux types de fil permettent également la réalisation de ces fils hybrides [61]. Dans ces méthodes, les deux rubans de fibres naturelles et de fibres thermoplastiques sont étirés ensemble puis chauffés (**Figure 1-13.b**). La fusion des fibres thermoplastiques permet la consolidation du ruban et l'obtention du fil hybride



Figure 1-13 : a) Fil obtenu par DREF b) Fil obtenu par voie thermique

#### 8.3 Technique d'hybridation à l'échelle renfort

L'hybridation peut être effectuée également à une échelle macroscopique en combinant les structures de renforts. A partir d'un renfort textile et des polymères thermoplastiques sous forme de granulés ou de films de quelque micromètre d'épaisseur, le composite hybride est obtenu en empilant les différentes couches de renforts et de polymère thermoplastique et en appliquant une pression et une température afin de fondre le polymère et d'imprégner le renfort (**Figure 1-14**). Lebaupin et al [3,62] ont utilisé le procédé de film stacking pour réaliser des composites biosourcés à base de tissu unidirectionnel de lin et de film de polyamide 11 (PA11). Le protocole de fabrication a été optimisé en fabriquant des plaques avec une température de 210°C et des paliers de pression de 25, 40 et 65 bars, ces plaques ont un module d'Young de 35 GPa et une contrainte à la rupture de 174 MPa. Gourier et al [4,63] ont également étudié dans le cadre du programme Fiabilin un biocomposite lin/PA11 fabriqué par thermocompression.



Figure 1-14 : Hybridation par film stacking

### 9 Tissage des fibres de chanvre

#### 9.1 Procédé de tissage

Les renforts textiles obtenus par le procédé de tissage se caractérisent par un entrecroisement perpendiculaire dans le plan de fils et/ou de mèches selon deux directions principales. Les fils orientés dans la direction de production sont appelés fils de chaine et les fils insérés dans la direction perpendiculaire sont appelés fils de trame. La fabrication de ce type de structure s'effectue sur métier à tisser, selon le schéma présenté en **Figure 1-15**, et en suivant les étapes suivantes :



Figure 1-15 : Schématisation du procédé de tissage [64]

Etape 1 : La première étape consiste à préparer les fils de chaine par l'ourdissage. Deux techniques d'ourdissages sont utilisées en fonction du type de fils et de l'application finale ; l'ourdissage direct (Figure 1-16.a) et l'ourdissage sectionnel (indirect, Figure 1-16.b) [65]. L'ourdissage direct consiste à déposer les fils de chaine sur l'ensouple à partir des bobines disposées dans un cantre préalablement préparé. L'ourdissage indirect permet d'enrouler les fils parallèlement entre eux, les uns après les autres, sur le tambour de l'ourdissoir. Puis, transférer les fils du tambour à l'ensouple tout en conservant une tension constante. Cette étape d'ourdissage requiert une résistante suffisante des fils pour supporter les sollicitations de tractions appliquées lors de leur passage de la bobine à l'ourdissoir.



Figure 1-16 : a) Principe de l'ourdissage directe, b) Principe de l'ourdissage indirect [65]

Etape 2 : Le rentrage des fils de chaine sur le métier à tisser. Après avoir installé l'ensouple sur le métier à tisser, les fils de chaine sont introduits l'un après l'autre dans les lisses présentes sur les cadres.

Etape 3 : Le piquage consiste à introduire les fils de chaine après le rentrage, dans le peigne du métier à tisser. Le choix du peigne dépend de la densité des fils de chaine. Les fils de chaine sont ensuite noués sur le rouleau d'appel et mis sous tension, d'où la nécessité d'avoir des fils avec une ténacité suffisante pour supporter ces tensions.

Après ces étapes, le principe de base du tissage consiste à commander les mouvements des cadres, suivant l'armure à réaliser, pour actionner les lisses vers le haut ou vers le bas, afin de former la foule. Après ouverture de la foule, les fils de trame sont insérés par navette puis tassés par le peigne pour former le tissu. L'entrecroisement des fils au sein du tissu définit un motif qui se répète tout au long de la longueur du tissu et qui est déterminé au préalable selon le type d'armure souhaitée.

Trois armures principales sont utilisées. La toile, le sergé et le satin. L'armure toile est la plus simple à produire et la plus utilisée dans le tissage. Cette armure permet d'obtenir le même effet sur les deux faces du tissu grâce à l'entrecroisement successif de chaque fil audessus ou au-dessous de l'autre fil. Le tissu à base de cette armure est souvent très rigide et solide. L'armure sergé se distingue par son effet visuel de diagonale et se caractérise par des flottés de fils en sens chaine ou en sens trame, liés entre eux par un point de liage suivant un décochement de 1. Contrairement à la toile, les faces de cette armure sont différentes et présentent un relief. Cette armure est utilisée pour sa souplesse et sa déformabilité. Enfin, l'armure satin présente de longs flottés chaine ou trame et donne un aspect souple et brillant au tissu. Elle possède qu'un seul point d'accrochage entre les deux fils trame et chaine, ce qui accentue l'effet diagonal. Les représentations 2D et 3D de ces trois armures sont présentées en **Table 1-5**.





Après le choix du type d'armure, le nombre de fils de chaine et de trame par centimètre est à définir. Ceci est appelé réduction chaine et trame. La réduction chaine est déterminée à partir du nombre de dents présent sur le peigne du métier à tisser et la réduction trame dépend de la force de tassage appliquée au moment du tissage et de la vitesse d'enroulement du rouleau d'appel. Lorsque cette densité est identique dans les deux directions, le tissu obtenu est équilibré, tandis que si la densité est plus élevée dans une direction, le tissu est déséquilibré.

Les tissus 2D sont également caractérisés par deux paramètres importants associés à la consommation de fils dans chaque direction. Il s'agit de l'embuvage pour les fils en sens chaine, et le retrait, pour les fils en sens trame. Ces paramètres sont identifiés par calcul selon la norme [66], à l'aide de l'équation (1-3) [67]. Tout d'abord, une mesure de la longueur apparente du fil se fait dans le tissu avant prélèvement, à l'aide d'une règle. Ensuite, le fil est prélevé du tissu et sa longueur réelle est mesurée à l'aide d'une maillemètre.

Avec :

$$Emb \ ou \ Ret = \frac{l_r - l_a}{l_r} \tag{1-3}$$

Emb ou Ret : Embuvage ou retrait (%) l<sub>r</sub> : longueur réelle du fil (mm) l<sub>a</sub> : longueur apparente du fil (mm)

#### 9.2 Les renforts en fibres de chanvre

Les renforts en fibres végétales commercialisés pour des applications composites sont majoritairement à base de fibres de lin. L'utilisation des fibres de chanvre en tant que renfort pour matériaux composites offre de nombreux avantages en termes de propriétés spécifiques et d'isolation acoustique et thermique. Elles sont utilisées majoritairement pour des applications secondaires. Les structures à base de fibres naturelles sont souvent sous forme de non-tissés. Toutefois, peu d'études s'intéressent au développement de renfort textiles à base des fibres de chanvre et à leurs caractéristiques à l'échelle tissu. La plupart des études s'appuient sur les informations des fournisseurs et se focalisent plutôt sur les propriétés des composites élaborés à partir de ces renforts. Cependant, les propriétés des composites renforcés par la structure du renfort. Les derniers développements dans le domaine des composites renforcés de fibres naturelles préconisent l'utilisation de renfort unidirectionnel pur un meilleur alignement et une meilleure imprégnation des fibres.

Les travaux d'A-C corbin [6,25,56,68,69] sur les fibres de chanvre ont présenté une étude multi-échelle complète sur les différents types de renforts à base de chanvre et développés par tissage. Dans ces études, une série de tissus 100% chanvre a été élaborée aux échelles laboratoire et industrielle afin d'étudier la faisabilité du tissage des rovings de chanvre faiblement retordus, d'optimiser les paramètres de tissage et de produire des tissus pour les partenaires du projet Européen SSUCHY, support de ces travaux. Des tissus équilibrés, déséquilibrés et fortement déséquilibrés ainsi que des tissus hybrides ont été élaborés. Les propriétés textiles et mécaniques des différents renforts ont été identifiées et analysées. Les résultats obtenus ont montré que les paramètres de tissage, et principalement la densité de fils dans le renfort (chaine ou trame), jouent un rôle crucial dans le comportement du renfort. Ces essais ont montré également que les renforts quasi-UD ont un potentiel de renforcement intéressant par rapport autres renforts tissés. Ces développements ont permis de développer des renforts tissés, en chanvre, à propriétés optimisées, à la fois en termes de résistance à la traction et de facilité de mise en forme. Boccarusso et al [70] ont développé une structure en treillis légère en matériaux biocompoistes, basée sur un renfort de chanvre tissé pour lequel la taille du maillage entre les fils a été modifiée pour alléger la structure et améliorer l'imprégnation. Borrello et al [71], par le procédé de tressage, ont développé des renforts en chanvre. Ils montrent dans cette étude une dépendance de la typologie des renforts textiles aux paramètres de tressage. Graupner et al [72] ont montré la faisabilité de fabriquer des composites renforcés de fibres courtes de chanvre économiquement rentables avec une technologie développée pour les étoupes de fibres de lin [73]. L'objectif de ce développement était d'atteindre 80 % des valeurs caractéristiques mécaniques obtenues avec les composites de lin précédemment développés [73]. Un renfort quasi-unidirectionnel a été développé et utilisé pour fabriquer des stratifiés composites par différents procédés. Il a été montré que les propriétés des composites à base de fils de fibres discontinues sont nettement meilleures que celles des composites élaborés à partir de fils retordus.

#### 9.3 Propriétés des fibres après tissage

L'étude des propriétés des fibres et de fils après tissage a fait l'objet de nombreux travaux dans la littérature. En raison de la complexité et des nombreuses étapes du procédé de tissage, les fils subissent de nombreuses sollicitations pouvant dégrader les propriétés de ces derniers et impacter donc les propriétés des renforts [74]. L'influence du tissage sur les propriétés de trois types de fils de lin a été étudiée par F. Omrani et al [75] en comparant les propriétés en traction avant et après tissage. Il en résulte une diminution de la rigidité de ces fils et une augmentation de l'allongement. Par contre, pour un fil fortement retordu, les propriétés sont moins impactées en raison de la torsion appliquée.

Ainsi, les travaux d'A-C Corbin [65,68,69] sur le tissage des fils et mèches de chanvre après tissage mettent en évidence la modification des propriétés textiles et mécaniques de ces matières. La torsion des fils, tissés sur métier manuel, a été modifiée du fait de la nécessité de préparer une canette pour l'insertion de la trame à l'aide d'une navette, ce qui n'était pas le cas pour les fils réalisés sur métier automatique industriel. En termes de propriétés mécaniques, les fils utilisés en trame des renforts tissés manuellement ont connu une diminution de leurs propriétés. Dans ces travaux, les mèches utilisées ont subi un traitement chimique à l'échelle industrielle pour faciliter leur tissage et ce qui a permis de minimiser les dégradations. Pour l'élaboration de renforts hybrides, des mèches non traitées ont été guipées par des multifilaments de polyamide 12 pour faciliter leur tissage et diminuer l'impact de celui-ci sur les propriétés des mèches.

D'autres travaux sur le tissage de structures 3D-Interlock montrent différents phénomènes de dégradation des fils lors du tissage. Tout d'abord, les fils de chaine subissent de multiples niveaux de tension durant tout le procédé, de l'ourdissage jusqu'à la fin de tissage. Ensuite, durant le tissage, ces fils frottent entre eux lors des mouvements d'ouverture et de fermeture de la foule et également ils frottent avec les éléments constitutifs des métiers à tisser, ce qui contribue à la perte de leurs propriétés mécaniques. La dégradation des fils de trame se manifeste lors de leur tassage par le peigne. Toutes ces sollicitations ainsi que d'autres participent à la dégradation des propriétés de ces fils de manière irréversible [76–80]. Ainsi, le type des architectures des structures tissées 3D influe sur le degré d'endommagement des fils. Cet endommagement concerne majoritairement les fils de chaine de liage insérés à travers l'épaisseur par rapport aux autres types de fils.

Les fils de chaine dans les structures 3D sont insérés à travers l'épaisseur, ce qui génère la frisure des fils au sein de la structure. Alors qu'au niveau des structures 2D, les fils sont disposés dans le plan et subissent surtout des frottements entre eux. Ces deux phénomènes, conduisent à la création de fibrilles à la surface des fils et à la formation de paquets de fibrilles qui peuvent se bloquer au niveau des œillets des lisses ou dans les dents du peigne en créant par conséquent la rupture de ces fils et l'interruption de la production. A cause de ces fibrilles, les fils s'entremêlent entre eux, et empêchent la levée de certains fils lors des mouvements des cadres comme illustré en **Figure 1-17**, créant par cela des défauts dans le tissu. Pour minimiser ces dégradations et ces défauts, plusieurs solutions existent comme l'application des traitements

chimiques aux fils, le guipage, l'augmentation de la torsion des fils et l'optimisation des paramètres de tissage (tension, vitesse..., etc.).



Figure 1-17 : Défauts visuel lors du procédé de tissage des mèches de chanvre

#### 9.4 Optimisation des architectures tissées

L'optimisation des architectures tissées dans le domaine des matériaux composites est un sujet de recherche essentiel pour améliorer les performances des renforts à base de fibres naturelles. Cette optimisation concerne principalement le bon choix des paramètres de tissage (types de fils, densité fils, type d'armure, métier à tisser, ...). Les propriétés mécaniques, la stabilité dimensionnelle et la drapabilité des tissus sont influencées par le type d'armure choisie. De même, le choix du fil, fils retordus ou mèche faiblement retordue ainsi que leur densité dans le tissu impactent les propriétés de celui-ci. Une densité de tissage plus élevée peut améliorer la résistance et la rigidité, mais peut également augmenter la masse et la complexité du processus de fabrication. L'utilisation de fils retordus dans la fabrication des renforts pour matériaux composites, influe sur la qualité d'imprégnation. Etant donné que la torsion appliquée aux fils comprime les fibres entre elles et crée une trajectoire ondulée, l'imprégnation des fibres

est plus difficile. Dans les renforts tissés avec des mèches, les fibres sont mieux alignées et favorisent une meilleure imprégnation. En combinant ces différents aspects, l'optimisation des architectures tissées vise à maximiser les performances des matériaux composites, en trouvant le bon équilibre entre résistance, flexibilité, masse et autres propriétés requises en fonction des cahiers des charges [81–89].

La production de renforts tissés à partir de fibres naturelles est souvent plus complexe que celle de renforts unidirectionnels et non-tissés. La pilosité des fibres naturelles entraine des difficultés au moment du tissage et limite le choix des structures à tisser. Les renforts unidirectionnels et quasi-unidirectionnels combinent des avantages tels que la facilité de mise en œuvre, l'alignement des fibres dans la direction principale du tissu, la faible ondulation et la bonne imprégnation des fibres. Contrairement à ces structures, les structures tissées contiennent des fils entrelacés et plus ondulés, selon le type d'armure, ce qui génère des difficultés d'imprégnation par la matrice mais également des niveaux de déformation plus prononcés à l'échelle renfort. Cette ondulation peut être diminuée par le choix d'une armure optimisée ayant des grands flottés et peu de points de liage comme les armures sergé et satin.

Lors de la fabrication des matériaux composites, une étape de préformage est d'abord réalisée pour épouser la forme de la pièce finale, cette étape est souvent complexe [90,91]. Lors du préformage, les préformes textiles subissent des déformations couplées de traction, de cisaillement, de flexion et de compaction dans l'épaisseur ce qui peut engendrer différents types de défauts (apparition de plis, boucles ou glissement intra-plis) [92–94]. Ceci nécessite alors des structures qui s'adaptent à la forme souhaitée et qui minimisent l'apparition des défauts. Les renforts tissés ont l'aptitude à épouser différentes formes non développables grâce à la présence des fils dans les deux directions, ce qui leur confèrent de bonnes propriétés de déformabilité. Ainsi, leur comportement en flexion, avant imprégnation, dépend essentiellement à la masse surfacique. Une masse élevée conduit à des renforts plus denses et plus rigides en flexion. Les renforts quasi-unidirectionnels ont par contre des propriétés de déformabilité faible compte tenu du manque de cohésion entre les fils et de la faible densité de fils de liage. Il est possible alors de minimiser l'apparition des défauts lors du préformage en adaptant les densités des fils et de la nature de ceux-ci pour une application donnée.

## 10 Les composites biosourcés

#### **10.1 Résines biosourcées**

Les résines biosourcées sont des résines produites à partir de matières premières renouvelables telles que des plantes, des algues ou des bactéries, contrairement aux résines synthétiques dérivées de produits pétroliers. Ces résines sont utilisées dans diverses applications industrielles telles que les revêtements, les composites, l'emballage et les adhésifs. Les résines biosourcées ont l'avantage d'être plus écologiques et durables que les résines synthétiques, car elles émettent moins de gaz à effet de serre lors de leur production et sont souvent biodégradables. Cependant, leur utilisation est encore limitée en raison de leur coût plus élevé et de leurs performances parfois inférieures à celles des résines synthétiques. Actuellement, les résines biosourcées sont majoritairement des résines thermoplastiques.

Le PA11 est un polymère synthétisé à partir d'huile extraite des graines du ricin (Ricinus communis L.), ce qui lui confère 55% de carbone d'origine renouvelable. C'est un polymère biosourcé mais qui n'est pas biodégradable. Il possède dans l'ensemble de très bonnes propriétés, telles que la résistance aux produits chimiques comme les hydrocarbures, les huiles et aux solvants. Grace à sa forme semi-cristalline, le polyamide 11 possède une température de transition vitreuse (45°C). Cette température de transition vitreuse correspond au passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique, ou certaines chaines moléculaires deviennent mobiles. Pour les polyamides, cette transition correspond à la rupture des liaisons hydrogènes au sein de la phase amorphe lors d'une montée de température. La température de fusion du PA11 mesurée par DSC (Dynamic Scanning Calorimetry) est d'environ 190°C. Sa température de fusion reste relativement faible par rapport à d'autres polymères, ce qui les rend plus compatibles à l'usage des fibres végétales [95]. Ainsi, avec l'augmentation de la température et le temps, la viscosité du PA11 augmente et ceci d'autant plus si la température est élevée [96]. Le choix de la température et du temps du cycle est crucial pour avoir une viscosité favorisant une bonne imprégnation du renfort textile.

D'autres polymères dérivés de matières premières renouvelables sont disponibles pour répondre à l'objectif écologique de biodégradabilité. L'acide polylactique, connu sous le nom de PLA, est l'un de ces polymères entièrement biodégradables disponibles sur le marché et qui reçoit un intérêt croissant pour la fabrication de biocomposites [97]. Le PLA est probablement la matrice la plus prometteuse car ses propriétés sont proches de celles des matrices thermoplastiques les plus répandues telles que le polypropylène (PP) et le polyéthylène téréphtalate (PET). Le PLA présente de nombreux avantages en raison de sa biodégradabilité, ce qui en fait l'un des meilleurs candidats pour remplacer le PP et le PET dans certaines applications. Malgré les nombreux avantages, cependant, il existe des inconvénients considérables qui doivent encore être surmontés, tels que ses propriétés de résistance aux chocs relativement faibles en raison de sa fragilité inhérente et de sa faible résistance thermique, mais aussi la sensibilité à l'humidité, l'offre limitée et le coût plus élevé du PLA, par rapport aux polymères courants tels que le PET et le PP [98]. Le PLA est intéressant sur le plan commercial en raison de sa transparence, de sa biocompatibilité et de ses bonnes propriétés mécaniques.

Outre plusieurs domaines d'application dans l'industrie de l'emballage [99,100], le PLA est actuellement utilisé comme matrice dans les composites renforcés de fibres.

Le PLA est également un polymère semi-cristallin polymorphe. Il se caractérise par une température de fusion faible d'environ 175°C permettant de le mettre en œuvre avec les fibres naturelles sans les dégrader, et une température de transition vitreuse de 45 à 60°C.

Les propriétés mécaniques en traction de ces deux polymères choisis dans le cadre des travaux de cette thèse sont présentées en **Table 1-6**, et comparées aux propriétés de certains polymères, pétrosourcés comme le polypropylène. La déformation à rupture du PA11 et PA12 est plus élevée par rapport à celles des autres polymères et ceci est expliqué par la longue chaine carbonée de ces polymères. Tandis que sa contrainte et son module restent relativement faibles, par rapport à ceux du PLA.

	<i>Tuble</i> 1-0.17	oprietes mecanique,	s de l'estnes thern	iopiusiiques	
	PA11	P12	PA6	РР	PLA
Masse volumique (g/m <sup>3</sup> )	1,1	1,01	1,14	0,92	1,25
Contrainte (MPa)	37 - 65	45 - 60	80	32 - 38	21 - 75
Déformation (%)	310	250	50	100 - 170	2,4
Module (GPa)	1,3	1,1	1,2	1,7	3,4

Table 1-6 : Propriétés mécaniques de résines thermoplastiques

#### **10.2 Renforts pour les composites biosourcés**

Plusieurs types de renforts (Figure 1-18) existent pour le marché des biocomposites, à savoir les renforts secs transformés en composite par l'ajout ultérieur de matrice et les renforts pré-imprégnés composés d'un mélange intime de fibres et de polymère qui deviendra matrice après apport de la chaleur pendant la phase de consolidation. La structure de renfort la plus répandue et la plus utilisée dans le domaine des composites est la structure tissée, compte tenu de ces nombreux avantages. En plus d'avoir une meilleure stabilité dimensionnelle et de drapabilité, ces renforts apportent aux composites de bonnes propriétés en traction dans les deux directions principales du plan ainsi qu'en cisaillement plan. Par contre les phénomènes d'entrelacements et d'embuvages réduisent les propriétés à l'échelle composite relativement aux renforts unidirectionnels (UD). Ces UD sont constitués de fils/mèches, non entrelacés et parfaitement alignés principalement dans une direction et offrent une résistance et une rigidité élevées dans cette direction. Le quasi-UD est renforcé à l'inverse par un fil fin dans la direction perpendiculaire pour assurer le maintien des mèches et apporte au composite des propriétés mécaniques suffisamment élevées dans la direction des fibres mais très faible dans la direction des fils de liage. Le choix du type de la structure du renfort dépend du cahier des charges et de l'application finale des matériaux composites ainsi que de la nature des fils ou mèches utilisés. Les non-tissés à base de fibres naturelles sont également largement utilisés. Ces structures sont constituées de fibres courtes déposées de manière aléatoire. Cependant, les propriétés obtenues sont relativement faibles par rapport aux renforts alignés.

Les propriétés de ces renforts textiles sont majoritairement analysées à l'échelle des composites. A cette échelle, les composites renforcés de renforts alignés, tels que les tissus et les unidirectionnels, présentent des performances mécaniques considérablement meilleures que celles des composites renforcés de non-tissés. Corbin et al [6] ont développé un renfort quasiunidirectionnel, à base de mèches de chanvre faiblement retordues, ayant des propriétés intéressantes qui concurrencent celles des renforts de lin déjà commercialisés. Bensadoun et al [101] ont étudié les propriétés mécaniques de composites renforcés des fibres de lin avec différents types d'architectures (non-tissé, tissu toile, UD, ...). Les contraintes à rupture et les modules des composites renforcés de non-tissés sont respectivement de 84 MPa et 7,3 GPa, tandis que ces propriétés pour des composites renforcés de structures UD atteignent respectivement 249 MPa et 26 GPa. Les composites à base d'UD possèdent les meilleures performances mécaniques (**Figure 1-19**). Dans l'étude de Misnon et al [84], deux tissus en chanvre avec une armure toile équilibrée et les mêmes propriétés textiles ont été comparés. Les propriétés mécaniques obtenues sont quasiment identiques pour les deux renforts et sont relativement similaires dans les deux directions.







Tissu

Non-tissés Figure 1-18 : Images des différents renforts textiles en fibre de lin





Figure 1-19 : Propriétés mécaniques en traction de composites renforcées à base des fibres de lin sous différentes architectures textiles : a) contrainte à rupture, b) module [101]

#### 10.3 Mise en œuvre des composites biosourcés

La mise en œuvre des composites biosourcés dépend des matériaux utilisés et des propriétés souhaitées pour le composite final. Les procédés de mise en œuvre couramment utilisés pour les composites biosourcés sont similaires à ceux utilisés pour les composites traditionnels à base de fibres de verre et de carbone. Seuls les procédés utilisés dans le cadre de ces travaux, le drapage manuel et la thermocompression, seront détaillés.

Le moulage au contact ou le drapage manuel (Figure 1-20) sont adaptés aux résines thermodurcissables et consistent à déposer le renfort textile dans le moule, puis l'imprégner de

la résine manuellement ou à l'aide d'une machine ou d'un rouleau, et à répéter l'opération pour l'ensemble des plis utilisés. La réticulation de la résine est effectuée soit à température ambiante ou à une température donnée, suivant le type de résine. Ce procédé est relativement simple à mettre en œuvre, peu couteux et plus adapté à la réalisation de pièces composites simples. Cependant, il peut être plus long si le nombre de plis à imprégner est conséquent.



Figure 1-20 : Schématisation du procédé de drapage manuel [102]

Le moulage par thermocompression (**Figure 1-21**) est parmi les procédés les plus utilisés pour la réalisation de matériaux biocomposites avec des résines thermoplastiques. Le processus implique l'utilisation d'une presse à plateaux chauffants qui comprime et chauffe les couches de renfort et la matrice thermoplastique à une température spécifique, permettant ainsi la fusion de la matrice et la consolidation. Pour ce procédé, il est possible d'utiliser soit des renforts comélés, contenant à la fois les fibres de renforts et la matrice, ou des renforts secs associés à des films thermoplastiques (film stacking) ou à des granulés qui vont être empilés à des orientations spécifiques. Ensuite, l'ensemble des matériaux sera introduit dans une presse chauffante, où il va subir un cycle de thermocompression. Cette technique est plus adaptée pour obtenir des taux de fibres élevés avec une bonne imprégnation. Le procédé de thermocompression est souvent utilisé pour la production de pièces complexes et de grande taille, tels que des pièces d'automobile, des coques de bateau, des panneaux de porte, etc. Le principal avantage de ce procédé est sa capacité à produire des pièces composites en thermoplastique à haute résistance mécanique et à haute performance en une seule étape, avec un temps de cycle de production relativement court et donc une cadence relativement élevée.



Figure 1-21 : Exemple de thermocompression par film stacking d'un composite kénaf/PLA [103]

Dans la littérature, de nombreuses études s'intéressent à l'étude de l'influence des paramètres de thermocompression sur les propriétés mécaniques des composites. Ochi [104] a étudié l'effet de la température de mise en œuvre sur les propriétés en traction d'un composite Kenaf/PLA et a montré qu'une température de 160°C est optimale pour la mise en œuvre. Destaing et al [105], ont étudié l'influence du temps de mise œuvre sur les propriétés des fibres de lin et ont montré que ces dernières peuvent subir une exposition à 200°C pendant 5 minutes et à 160°C pendant 30 minutes sans que leurs propriétés ne soient dégradées. Takagi et al [106], ont étudié l'effet de la pression sur des biocomposites. Ils montrent que les propriétés en flexion augmentent avec l'augmentation de la pression appliquée sur les composites. La même observation est retrouvée dans l'étude de Rassmann et al [107]. L'augmentation de la pression entraine une réduction de la porosité et une augmentation de la résistance à la traction et la flexion. L'augmentation de la pression favorise également une meilleure adhésion entre les fibres et la matrice. Dans l'étude de Kobayashi et al [59] sur les propriétés d'un composite chanvre/PLA, l'influence des paramètres de mise en œuvre sur l'évolution du taux de porosité a été étudiée. Il en résulte que ce taux augmente avec la température de mise en œuvre et ceci est expliqué par la dégradation de la cellulose à haute température, qui libère un gaz responsable à la création de vide au sein du composite. Ainsi, la contrainte à rupture augmente avec l'augmentation de la température entre 170 et 190°C et ceci est expliqué par une meilleure imprégnation des fibres à haute température. Cependant, lorsque la température atteint 210°C, la contrainte ainsi que le module élastique diminuent à cause de la dégradation thermique des fibres de chanvre. A 210°C, l'hémicellulose se dégrade et entraine la diminution des propriétés des fibres.

La **Table 1-7** répertorie certains paramètres de mise en œuvre étudiés dans la littérature sur des fibres naturelles. Selon le polymère utilisé, la température varie entre 170 à 230°C, le temps de maintien de 1 à 8 minutes et la pression de 1 à 10 MPa. Il sera donc nécessaire d'optimiser les paramètres de mise en œuvre.

Composite	Température (°C)	Temps de maintien (min)	Pression (MPa)	Références
Chanvre/PLA	170 - 190 - 210 et 230°C	4 ou 8	1 ou 3	[59]
Chanvre/PP Film stacking	195°C	4	5,5	[51]
Lin/PLA Film stachking	180°C	3	10	[108]
Lin/PA11 film stacking	190 - 200 et 210°C	1 ou 2	3 - 4 - 6 - 8 ou 10	[105]

Il est important de noter que la mise en œuvre des composites biosourcés peut nécessiter des ajustements par rapport aux composites traditionnels en raison des propriétés spécifiques des matériaux biosourcés. Par exemple, les fibres de chanvre ont tendance à absorber plus d'humidité que les fibres de verre, ce qui peut affecter la qualité du composite final. Il est donc important de prendre en compte ces facteurs lors de la conception et de la mise en œuvre des composites biosourcés.

#### Table 1-7 : Conditions de mise en œuvre des biocomposites par thermocompression

#### 10.4 Potentiel des biocomposites dans les applications techniques

Les biocomposites ont un potentiel important dans les applications techniques en raison de leurs propriétés physiques et mécaniques. Les fibres naturelles, telles que le chanvre, le lin, le jute et la fibre de coco, peuvent être utilisées pour renforcer les matériaux composites, offrant ainsi une alternative écologique aux renforts traditionnels à base notamment de fibres de verre. Les biocomposites sont également plus légers que les matériaux composites traditionnels, ce qui les rend adaptés à des applications telles que l'automobile et l'aéronautique où la réduction de poids est un objectif clé. En outre, les biocomposites sont renouvelables et biodégradables, ce qui les rend intéressants pour des applications respectueuses de l'environnement tels que les emballages alimentaires, les produits de consommation et la construction. Cependant, il est important de noter que la production de biocomposites nécessite encore des technologies de transformation complexes et coûteuses, limitant ainsi leur utilisation à des applications haut de gamme et à faible volume de production.

Dans le domaine de l'ameublement, les biocomposites sont présents grâce à leurs propriétés et leurs résistances aux intempéries ainsi qu'à leur aspect design et esthétique. Des chaises "Collection Lin 94" (Figure 1-22.a) "Flax Chair" (Figure 1-22.b), fabriquées à partir de composites renforcés de fibres de lin et de résine polymère d'acide polylactique sont déjà développées et commercialisées. La Figure 1-23 présente également "Hemp Chair" une chaise développée par Werner Aisslinger à base de fibres de chanvre selon la tradition des chaises monoblocs empilables, souvent fabriquées à l'époque en plastique renforcé.

Chapitre 1 : Etat de l'art sur le chanvre et les composites biosourcés



(a) (b) Figure 1-22 : Exemples d'applications des biocomposites à base des fibres de lin [1]



(a) Figure 1-23 : Exemple de chaise à base de fibre de chanvre [1]

Les biocomposites ont également pénétré l'industrie du son avec le développement de nouveaux produits originaux qui combinent des propriétés mécaniques et un design ingénieux. Focal a utilisé des cônes d'enceintes hybrides lin/verre (**Figure 1-24.a**) dans la fabrication de kits d'enceintes automobile depuis 2013, tout en offrant une meilleure dynamique et un son plus homogène. Les peaux en fibres de verre apportent une rigidité et le lin assure l'absorption acoustique, ce qui confère une neutralité sonore au cône. Le lin est également présent dans les instruments de musique comme c'est le cas de la guitare El Capitain (**Figure 1-24.b**), fabriquée par le constructeur d'instruments californien, Blackbird. La présence du lin sous forme de structure unidirectionnelle dans cette guitare lui offre une qualité acoustique exceptionnelle, une légèreté et une très bonne résistance. D'autres instruments de musique sont également conçus et fabriqués à base de fibres de lin [109,110].



(a) (b) Figure 1-24 : Exemples d'applications des biocomposites dans l'industrie de la musique [1]

L'industrie automobile s'intéresse également de plus en plus aux matériaux biocomposites pour leur faible impact environnemental et leur légèreté en vue de réduire la consommation en carburant de véhicule et les émissions de  $CO_2$ . Leur utilisation permet d'amortir les vibrations, d'offrir un meilleur comportement en fatigue et de bonnes propriétés acoustiques. Cependant, leurs utilisations se limitent à des applications non-structurales. Beaucoup de composants sont aujourd'hui fabriqués à base de composites renforcés de fibres naturelles, ils sont ainsi largement présents dans les composants internes des véhicules comme le plancher de coffre et le toit de l'automobile ainsi que dans les tableaux de bords (**Figure 1-25**). Ceci contribue à la réduction du poids entre 10 à 30% et du coût par rapport aux composants renforcés de fibres de verre. Les principaux fabricants automobiles (Citroën, Peugeot et Mercedes, Volkswagen, Audi Group, BMW) ont intégré des biocomposites renforcés de fibres de lin et de chanvre dans diverses applications [111,112].



Figure 1-25 : Exemples d'applications des biocomposites dans le domaine de l'automobile [111]

Les fibres naturelles sont également présentes dans le domaine de la construction et du bâtiment pour renforcer les matériaux de construction et apporter de l'isolation thermique [113].

Dans l'aéronautique, plusieurs projets ont été lancés pour innover et développer des produits en fibres naturelles en vue de réduire le poids des avions et diminuer la consommation du carburant. Les biocomposites sont également utilisés dans le sport pour apporter légèreté et amortir les vibrations et les chocs [1,114].

## 11 Propriétés des composites à base de chanvre

Les groupes hydroxyles et les groupes polaires présents dans les fibres naturelles confèrent à ces dernières un caractère hydrophile, incompatible avec les matrices hydrophobes. Ainsi, ce caractère hydrophile des fibres naturelles entraine une absorption importante d'humidité, qui contribue fortement à la faible adhésion entre les fibres et la matrice. Une mauvaise adhésion entre les fibres et la matrice, entraine de nombreux problèmes comme la présence de porosités dans les composites, qui génèrent des modes de rupture sévères et des forces interfaciales plus faibles. C'est pour cela, qu'il est nécessaire d'étudier l'influence de certains paramètres sur les performances des composites à base de fibres naturelles.

#### 11.1 Influence du taux volumique des fibres

Le taux volumique de fibres a une influence significative sur les propriétés mécaniques des composites à base de fibres naturelles. En général, plus le taux volumique de fibres est élevé, plus les propriétés mécaniques du composite sont améliorées [4,5,51,75], comme la résistance à la traction, de rigidité et de résistance à la flexion. Cependant, cela peut entraîner une diminution de la ténacité et de la résilience du matériau. Le taux volumique optimal des fibres dépend donc de l'application pour laquelle le composite est destiné et des propriétés souhaitées. En outre, le taux volumique de fibres peut également affecter d'autres propriétés, telles que la densité et la conductivité thermique et électrique du composite.

Wambua et al [115] ont étudié le comportement mécanique de composites renforcés de différentes types de fibres naturelles (sisal, kenaf, chanvre, jute) et fabriqués par film stacking. Les résultats des tests mécaniques obtenus montrent que la contrainte à rupture et le module augmentent avec l'augmentation de la fraction volumique de fibres. Gourier [4] a étudié l'effet du taux volumique de fibres sur les propriétés mécaniques d'un composite UD à base des fibres de lin (**Figure 1-26**). La contrainte et le module obtenus augmentent avec le volume de fibres. Baghaei et al [5] ont montré également que la contrainte à rupture en traction et en flexion des composites renforcés de fils hybrides chanvre/PLA augmente avec le taux volumiques de fibres.



Figure 1-26 : Evolutions des propriétés en traction en fonction du taux volumiques de fibres [4]

#### 11.2 Influence de l'architecture du renfort

L'architecture du renfort à base de fibres naturelles a une influence significative sur les propriétés des composites [116–121]. En effet, la direction de l'orientation des fibres, la taille des fibres et la densité de la structure peuvent affecter la résistance et la rigidité du composite. Par exemple, dans les composites unidirectionnels, où les fibres sont alignées dans une seule direction, la résistance à la traction est élevée dans cette direction, mais elle est plus faible dans les autres directions. En revanche, dans les composites tissés, où les fibres sont tissées dans deux directions, la résistance est plus uniformément répartie dans toutes les directions. Des fibres plus longues et plus denses peuvent améliorer la résistance à la traction et la rigidité, tandis que des fibres plus courtes et moins denses peuvent améliorer la résistance à la compression et l'absorption d'énergie. Le choix d'armure est donc important pour garantir des meilleures propriétés.

Corbin et al [6] ont développé un tissu quasi-unidirectionnel à base de roving de chanvre. Les propriétés en traction du composite renforcés à base de ce renfort sont meilleures que les propriétés des composites renforcés de tissu équilibrés. Baghaei et al [52] ont étudié les propriétés de composites PLA/Chanvre sous différentes préformes : UD et non-tissé. Ils ont observé que les UD orientés à 45° et 90° ont des propriétés en traction plus faibles que les composites renforcés de non-tissés. Abbas et al [122] ont étudié les propriétés mécaniques d'un composites chanvre/epoxy en utilisant 4 différentes structures textiles. Les résultats obtenus montrent que la contrainte d'un composite renforcé d'armure satin est meilleure en raison du long flotté et du faible point de liage par rapport aux autres structures. Les même résultats ont été également retrouvés par Umair et al [123]. Rajesh et al [116] ont comparé les propriétés mécaniques de contraintes entre les deux directions de la structure natté 2-2, lui confère de meilleures propriétés par rapport aux autres types d'armures. Venkateshwaran et al [118] montrent qu'un composite renforcé d'armure toile à base de fibres de banane présente de meilleures propriétés statique et dynamique par rapport aux composites renforcés par des armures sergé et natté.

#### 11.3 Influence de la torsion appliquée aux fils

La torsion appliquée aux fibres lors des étapes de filature peut avoir une influence sur les propriétés des composites. En effet, la torsion modifie la structure des fibres et leur orientation, ce qui est défavorable pour une bonne imprégnation des fibres, et peut avoir un impact sur la résistance et la rigidité du composite final. Des études [48,75,124–126] ont montré que l'application d'une torsion à faible niveau peut améliorer la résistance à la traction du composite, tandis qu'une torsion excessive peut affaiblir les propriétés mécaniques du matériau. Cependant, l'impact de la torsion peut varier en fonction de l'architecture du renfort et des paramètres de fabrication du composite. Par conséquent, il est important d'optimiser les paramètres de torsion pour maximiser les propriétés mécaniques du composite à base de chanvre.

Corbin et al [6] ont étudié l'influence du type de fils utilisé sur les propriétés mécaniques de composites renforcés de fibres de chanvre. La présence de fils retordus dans la structure des composites impacte le mode de rupture de ces derniers et la qualité d'imprégnation des fibres en créant des phénomènes de concentration de contraintes au sein de la structure. Lu et al [124] ont étudié l'influence de la torsion des rovings de chanvre de composites renforcés de structure quasi-unidirectionnelle sur les propriétés mécaniques et la capacité d'absorption d'eau. Une augmentation de la torsion des rovings à 40 tours/m affecte considérablement les propriétés mécaniques. Baets et al [48] ont également montré que la torsion des fils impacte les propriétés des composites. La torsion des fibres améliore les propriétés du fil mais modifie l'orientation des fibres par rapport à l'axe de la sollicitation et par conséquent diminue les propriétés des composites. L'utilisation des rovings conduit à une amélioration de la contrainte et de la rigidité, respectivement de 25% et 20%, par rapport à ceux d'un fil retordu. Omrani et al [75] ont étudié l'influence du type de fil sur les propriétés mécaniques de composites renforcés de renfort unidirectionnel et ils montrent que la contrainte et le module du composite renforcé de roving est amélioré respectivement de 47% et 27% par rapport à un composite renforcé de fils retordus. Ma et al [126] ont également étudié l'effet de la torsion des fils de sisal sur les propriétés mécaniques de composites renforcés de renfort unidirectionnel. Une torsion faible amène à des meilleures propriétés en traction et flexion à l'échelle composites grâce à une meilleure imprégnation des fibres. Karaduman et al [127] ont étudié l'influence de la torsion des fibres de chanvre sur les propriétés mécaniques des composites. La contrainte à rupture du composite renforcé de rovings retordus à 45 tours/m est 20% inférieure que celle du composite renforcé de rovings non retordus. La torsion des fils provoque un alignement des fibres sous un angle par rapport à la direction de charge, ce qui entraîne une diminution des propriétés dans la direction axiale des composites ainsi que des dommages aux fibres induits par la torsion.

#### 11.4 Influence de l'interface fibre/matrice

Pour des applications techniques, plusieurs facteurs peuvent influencer les propriétés des fibres de chanvre et donc celles des composites, tels que la culture, la récolte, le rouissage et le processus de transformation en fils/mèches. Les fibres de chanvre nécessitent généralement des modifications afin d'améliorer leurs propriétés et leur liaison interfaciale avec les matrices polymères, tout en réduisant leur caractère hydrophile.

L'interface fil/matrice joue un rôle crucial dans les propriétés des composites à base de fibres naturelles. Une bonne adhésion entre la fibre et la matrice est essentielle pour transférer les charges mécaniques efficacement [128–130]. Si l'adhérence est insuffisante, les contraintes exercées sur la matrice ne peuvent pas être correctement transmises aux fibres, ce qui peut entraîner une dégradation des performances du composite. Plusieurs traitements [131-136] (physique, chimique et mécanique) de surface sont utilisés pour améliorer l'adhésion, tels que le traitement à la mercerisation, le traitement au plasma, le traitement à la soude, etc. Ces traitements modifient la surface des fibres et créent des groupes fonctionnels qui réagissent avec la matrice pour améliorer l'adhésion. Un traitement couramment utilisé dans le cas des composites renforcés de fibres naturelles et le polypropylène (PP) consiste à rajouter l'anhydride maléique (AM) au PP pour améliorer l'imprégnation et l'adhérence. L'AM forme une liaison covalente entre le groupe anhydride du MAPP et le groupe OH de la cellulose [135,137]. Dans les travaux d'A-C Corbin [6,68], un traitement chimique a été appliqué à l'échelle industriel sur des rovings de chanvre destinés à la réalisation composites biosourcés. Une amélioration des propriétés mécaniques à l'échelle mèche, renfort et composites a été observée. L'étude de M.M Kabir et al [138] sur des panneaux sandwichs en fibres de chanvre a analysé l'influence des traitements chimiques appliqués (traitement d'alcalisation, d'acétylation) aux fibres sur les propriétés des matériaux composites. Les propriétés en termes de résistance, module et déformation à la rupture sont augmentées de 10% à 25%. Cela peut être dû à l'amélioration de l'hydrophobicité des fibres grâce à l'élimination des hémicelluloses, de la lignine et d'autres constituants cellulosiques par traitement chimique. Dans l'étude de Sepe et al [134], les propriétés d'un composite renforcé de fibres de chanvre et matrice époxy ont été améliorées avec un traitement des fibres au silane.

#### 11.5 Influence de l'humidité

L'humidité peut avoir un effet négatif sur les propriétés mécaniques des composites à base de fibres naturelles, en particulier sur la résistance à la traction et la résistance à la flexion [129,139,140]. Cela est dû au fait que l'humidité peut affaiblir l'interface entre la fibre et la matrice, ce qui diminue la force de liaison entre les deux composants et réduit la résistance globale du composite. Le processus de dégradation commence par le gonflement des fibres, ce qui génère des contraintes à l'interface et provoque des microfissures de la matrice autour des fibres. Ainsi, l'eau absorbée établie des liaisons hydrogènes intermoléculaires avec les fibres et ceci réduit considérablement l'adhérence interfaciale entre la fibre et la matrice. De plus, l'humidité peut entraîner une dégradation de la fibre elle-même, ce qui peut également réduire la résistance globale du composite. Contrairement aux fibres synthétiques, les fibres naturelles ont une affinité élevée avec l'eau grâce à la présence de groupes hydrogènes. Il est donc important de contrôler l'humidité lors de la fabrication et du stockage des composites à base de chanvre afin de maintenir des propriétés mécaniques optimales.

Berges et al [141] ont étudié l'influence de la prise d'humidité sur le comportement statique, cyclique et dynamique de composites renforcés de structures unidirectionnelles lin/époxy. L'exposition des composites à des conditions hygrométriques de 70°C et une humidité relative de 85%, entraine un changement significatif des courbes de traction avec une diminution de 20% du module élastique dynamique et une augmentation du coefficient

d'amortissement d'environ 50%. Dhakal et al [142] ont étudié l'effet de l'absorption d'eau de différents composites renforcés de non tissés chanvre/polyester sur les propriétés mécaniques en traction et flexion. L'augmentation du taux de fibres entraine une augmentation du taux d'absorption d'humidité en raison de la forte teneur en cellulose des fibres de chanvre. Par conséquent, les propriétés mécaniques en traction et flexion baissent avec cette augmentation et ceci d'autant plus si la température est élevée. L'effet de la reprise d'humidité sur les propriétés de composites renforcés de chanvre/PP est évalué également dans le cadre des travaux de Toubal et al [143]. L'absorption d'humidité entraine une diminution du module élastique et de la contrainte. D'autres études [137,139,140] sur les fibres naturelles, ont montré que l'augmentation du taux d'humidité affecte négativement les propriétés mécaniques des composites.

## Conclusion

L'utilisation des fibres de chanvre dans le domaine des composites connait un regain d'intérêt pour le remplacement des dérivés pétrochimiques. Le réchauffement climatique et ses effets ainsi que l'émergence du concept du développement durable a conduit à porter un nouveau regard aux ressources renouvelables et plus respectueuses de l'environnement. Les fibres végétales sont des alternatives intéressantes pour répondre à ces besoins. Leurs utilisations présentent des avantages à la fois économiques, environnementaux et techniques.

Le chanvre est une plante à croissance rapide qui ne nécessite ni irrigation ni traitement phytosanitaire pour sa culture et est très apprécié par les producteurs en agriculture biologique. Après la récolte, un rouissage au champ est souvent réalisé pour une meilleure séparation des faisceaux de fibres dans le but d'obtenir des fibres longues destinées aux applications composites. Les propriétés des fibres ainsi obtenues présentent une grande dispersion, car ces propriétés dépendent des conditions de culture, du moment de la récolte de la plante et des méthodes d'extraction des fibres d'où la nécessité de maitriser ces étapes pour minimiser l'endommagement de ces fibres et optimiser leurs propriétés. En raison de leur nature discontinue, les fibres de chanvre doivent être transformées en une forme continue pour le renforcement des matériaux composites. Une fois le fil/mèche obtenus, les renforts textiles sont produits par tissage. L'optimisation des paramètres de tissage est nécessaire dans ce cas pour minimiser la dégradation des propriétés de ces fibres au cours du tissage et pour obtenir des structures adaptées pour la fabrication des matériaux composites. Dans le cas où ces fils n'ont pas une résistance suffisante au tissage, une amélioration de leurs propriétés peut être effectuée soit par l'application d'un traitement chimique (comme la mercerisation) ou mécanique en utilisant la technologie de guipage. Ce procédé de guipage consiste alors à enrouler des multifilaments thermoplastiques autour des fibres de chanvre pour augmenter leur cohésion et améliorer leurs performances mécaniques. La plupart des études dans la littérature s'intéresse uniquement à l'étude des propriétés des composites renforcés de fibres de chanvre. Par conséquent, une approche multi-échelle est nécessaire pour caractériser ces structures, car les propriétés à chaque échelle ont un impact sur le comportement de la structure finale.

Les travaux présentés dans cette thèse portent sur le développement et la compréhension du comportement mécanique de préformes tissées à partir de différents types de rovings de chanvre faiblement retordus. Une étude comparative entre les rovings traités et non traités sera mise en avant dans un premier temps. L'amélioration des propriétés mécaniques des rovings non traités sera présentée et analysée. La démarche générale des travaux est présentée en Figure 1-27. A l'échelle fibre, les rovings de chanvre disponibles et fournis par le partenaire industriel du Projet SSUCHY seront transformés en éprouvettes composites et testés en traction pour calculer les propriétés des fibres par la méthode de l'IFBT. A l'échelle fil, Les mèches seront caractérisées. Ensuite, suivant les propriétés obtenues, ces mèches seront soit optimisées en vue d'améliorer leurs propriétés mécaniques, soit utilisées directement pour la production de renforts textile par le procédé de tissage. A l'échelle renfort, les tissus développés par tissage à l'échelle laboratoire sont tout d'abord caractérisés en traction, flexion et emboutissage et leurs propriétés ont été comparées à celles des renforts développés dans le cadre du Projet Européen SSUCHY. Après tissage, des mèches sont extraites dans les deux directions de chaque renfort pour évaluer l'impact du tissage sur les propriétés des fils. Les renforts sont également utilisés pour la réalisation des matériaux composites par le procédé de thermocompression. Les échelles « fibres » et « fils » seront étudiées au Chapitre 2, l'échelle « renfort » au Chapitre 3 et l'échelle « composites » au Chapitre 4.



Figure 1-27 : Démarche globale des travaux de thèse

## **Références**

- L. Pil, F. Bensadoun, J. Pariset, I. Verpoest, Why are designers fascinated by flax and hemp fibre composites?, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 83 (2016) 193– 205. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.11.004.
- [2] C. Baley, Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, Matériaux Fonctionnels - Matériaux Biosourcés. (2013). https://doi.org/10.51257/a-v2-am5130.
- [3] Y. Lebaupin, Comportement à l'impact et post-impact d'un composite lin/polyamide 11 élaboré par thermocompression, Thèse de doctorat de l'ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2016. https://tel.archivesouvertes.fr/tel-01447572.
- [4] C. Gourier, Contribution à l'étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique polyamide-11 et renforcés par des fibres de lin, Thèse de l'Université de Bretagne Sud, 2016. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01445578.
- [5] B. Baghaei, M. Skrifvars, L. Berglin, Manufacture and characterisation of thermoplastic composites made from PLA/hemp co-wrapped hybrid yarn prepregs, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 50 (2013) 93–101. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.03.012.
- [6] A.-C. Corbin, B. Sala, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, V. Placet, Development of quasi-unidirectional fabrics with hemp fiber: A competitive reinforcement for composite materials, Journal of Composite Materials. 55 (2021) 551–564. https://doi.org/10.1177/0021998320954230.
- [7] The Angiosperm Phylogeny Group. "An Ordinal Classification for the Families of Flowering Plants." Annals of the Missouri Botanical Garden, vol. 85, no. 4, 1998, pp. 531– 53. JSTOR, https://doi.org/10.2307/2992015.
- [8] P. Ranalli, G. Venturi, Hemp as a raw material for industrial applications, Euphytica. 140 (2004) 1–6. https://doi.org/10.1007/s10681-004-4749-8.
- [9] P. Bouloc, Le chanvre industriel: production et utilisations, France Agricole Editions, 2006.
- [10] N. Wulijarni-Soetjipto, null A. Subarnas, S.F. a. J. Horsten, N.C. Stutterheim, Cannabis sativa L, in: Plant Resources of South-East Asia 12 : (1) Medicinal and Poisonous Plants 1, Backhuys Publishers, 1999: pp. 167–175. https://research.wur.nl/en/publications/cannabissativa-l.
- [11] K. Hillig, Genetic Evidence for Speciation in Cannabis (Cannabaceae), Genetic Resources and Crop Evolution. 52 (2005) 161–180. https://doi.org/10.1007/s10722-003-4452-y.
- [12] Le papier industriel par Astrid Brandt. http://www.alfacert.unibo.it/resources/progetti/corsi/work/Work/Mediarte/mediarte\_fra\_w ork/documenti/lettura3/papier\_01.htm.
- [13] S. Bertucelli, La filière du chanvre industriel, éléments de compréhension macroéconomiques, OCL. 22 (2015) D602. https://doi.org/10.1051/ocl/2015047.
- [14] A. Chevalier, Histoire de deux plantes cultivées d'importance primordiale. Le Lin et le Chanvre., Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée. 24 (1944) 51–71. https://doi.org/10.3406/jatba.1944.6107.
- [15] C. Schluttenhofer, L. Yuan, Challenges towards Revitalizing Hemp: A Multifaceted Crop. Trends in Plant Science. 22 (2017) 917–929. https://doi.org/10.1016/j.tplants.2017.08.004.
- [16] Interchanvre La culture. https://www.interchanvre.org/la\_culture#les\_chiffres\_cles.
- [17] M. Carus, S. Karst, A. Kauffmann, J. Hobson, S. Bertucelli, The european hemp industry: Cultivation, processing and applications for fibres, shives and seeds, European Industrial Hemp Association, March. 2013 (2013) 1–9.

- [18] M. Zimniewska, M. Wladyka-Przybylak, J. Mankowski, Cellulosic Bast fibres, their structure and properties suitable for composite applications, Cellulose Fibres: Bio-and Nano-Polymer Composites. (2011) 97–119. https://doi.org/10.1007/978-3-642-17370-7\_4.
- [19] Meirhaeghe C. 2011. Évaluation de la disponibilité et de l'accessibilité des fibres végétales à usages matériaux en France. Étude FRD subventionnée par l'ADEME. https://www.bing.com/search?q=Meirhaeghe+C.+2011.+Évaluation+de+la+disponibilité+ et+de+l'accessibi%02lité+des+fibres+végétales+à+usages+matériaux+en+France.+Étude +FRD+subventionnée+par+l'ADEME&cvid=470b8dd1e8984d65a36f5323f3901254&aqs =edge..69i57.483j0j1&pglt=43&FORM=ANNTA1&PC=U531.
- [20] H.N. Dhakal, Z. Zhang, 3 The use of hemp fibres as reinforcements in composites, in:
   O. Faruk, M. Sain (Eds.), Biofiber Reinforcements in Composite Materials, Woodhead Publishing, 2015: pp. 86–103. https://doi.org/10.1533/9781782421276.1.86.
- [21] R. Clarke, Traditional Fiber Hemp (Cannabis) Production, Processing, Yarn Making, and Weaving Strategies—Functional Constraints and Regional Responses. Part 1, Journal of Natural Fibers. 7 (2010) 118–153. https://doi.org/10.1080/15440478.2010.482324.
- [22] A. Bourmaud, J. Beaugrand, D.U. Shah, V. Placet, C. Baley, Towards the design of high-performance plant fibre composites, Progress in Materials Science. 97 (2018) 347– 408. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.05.005.
- [23] M. Grégoire, Extraction des fibres de chanvre pour des composites structuraux -Optimisation du potentiel mécanique des fibres pour des applications concernant des matériaux composites 100% bio-sourcés, Thèse de doctorat, Toulouse, INPT, 2021. https://www.theses.fr/2021INPT0002.
- [24] Le chanvre textile | Lin et Chanvre bio. https://linetchanvrebio.org/index.php/lechanvre-bio/.
- [25] A.-C. Corbin, Développement et analyse multi-échelle de renforts en chanvre pour applications biocomposites, Thèse de doctorat de l'Université de Lille, 2020.
- [26] V. Placet, J. Méteau, L. Froehly, R. Salut, M.L. Boubakar, Investigation of the internal structure of hemp fibres using optical coherence tomography and Focused Ion Beam transverse cutting, J Mater Sci. 49 (2014) 8317–8327. https://doi.org/10.1007/s10853-014-8540-5.
- [27] A. Bourmaud, C. Morvan, A. Bouali, V. Placet, P. Perré, C. Baley, Relationships between micro-fibrillar angle, mechanical properties and biochemical composition of flax fibers, Industrial Crops and Products. 44 (2013) 343–351. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.11.031.
- [28] M.S. Zamil, A. Geitmann, The middle lamella—more than a glue, Physical Biology. 14 (2017) 015004. https://doi.org/10.1088/1478-3975/aa5ba5.
- [29] D. Dai, M. Fan, Characteristic and Performance of Elementary Hemp Fibre, Materials Sciences and Applications. 1 (2010) 336–342. https://doi.org/10.4236/msa.2010.16049.
- [30] V. Sadrmanesh, Y. Chen, Bast fibres: structure, processing, properties, and applications, International Materials Reviews. 64 (2019) 381–406. https://doi.org/10.1080/09506608.2018.1501171.
- [31] T.A. Gorshkova, V.V. Salnikov, N.M. Pogodina, S.B. Chemikosova, E.V. Yablokova, A.V. Ulanov, M.V. Ageeva, J.E.G. van Dam, V.V. Lozovaya, Composition and Distribution of Cell Wall Phenolic Compounds in Flax (Linum usitatissimum L.) Stem Tissues, Annals of Botany. 85 (2000) 477–486. https://doi.org/10.1006/anbo.1999.1091.
- [32] M.L. Troëdec, P. Dalmay, C. Patapy, C. Peyratout, A. Smith, T. Chotard, Mechanical properties of hemp-lime reinforced mortars: influence of the chemical treatment of fibers, Journal of Composite Materials. 45 (2011) 2347. https://doi.org/10.1177/0021998311401088.

- [33] A.B. Thomsen, S.K. Rasmussen, V. Bohn, K.V. Nielsen, A. Thygesen, Hemp raw materials: The effect of cultivar, growth conditions and pretreatment on the chemical composition of the fibres, Risø National Laboratory, Roskilde, 2005.
- [34] D. Crônier, B. Monties, B. Chabbert, Structure and Chemical Composition of Bast Fibers Isolated from Developing Hemp Stem, J. Agric. Food Chem. 53 (2005) 8279–8289. https://doi.org/10.1021/jf051253k.
- [35] D. w. Williams, Hemp Grain, in: Industrial Hemp as a Modern Commodity Crop, John Wiley & Sons, Ltd, 2019: pp. 26–36. https://doi.org/10.2134/industrialhemp.c2.
- [36] E. Gümüşkaya, M. Usta, M. Balaban, Carbohydrate components and crystalline structure of organosolv hemp (Cannabis sativa L.) bast fibers pulp, Bioresource Technology. 98 (2007) 491–497. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2006.02.031.
- [37] J. Summerscales, N.P.J. Dissanayake, A.S. Virk, W. Hall, A review of bast fibres and their composites. Part 1 Fibres as reinforcements, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 41 (2010) 1329–1335. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.06.001.
- [38] AFNOR NF T25-501-2 Reinforcement fibres Flax fibres for plastics composites -Part 2: determination of tensile properties of elementary fibres | GlobalSpec, (n.d.). https://standards.globalspec.com/std/9909297/NF%20T25-501-2 (accessed May 11, 2023).
- [39] V. Placet, O. Cissé, M. Lamine Boubakar, Nonlinear tensile behaviour of elementary hemp fibres. Part I: Investigation of the possible origins using repeated progressive loading with in situ microscopic observations, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 56 (2014) 319–327. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.11.019.
- [40] A. Duval, A. Bourmaud, L. Augier, C. Baley, Influence of the sampling area of the stem on the mechanical properties of hemp fibers, Materials Letters. 65 (2011) 797–800. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2010.11.053.
- [41] F. Bensadoun, V. Ignaas, J. Baets, J. Müssig, N. Graupner, P. Davies, A. Kervoelen, C. Baley, Impregnated fibre bundle test for natural fibres used in composites, Journal of Reinforced Plastics and Composites. 36 (2017) 073168441769546. https://doi.org/10.1177/0731684417695461.
- [42] M. Grégoire, B. Barthod-Malat, L. Labonne, P. Evon, E. De Luycker, P. Ouagne, Investigation of the potential of hemp fibre straws harvested using a combine machine for the production of technical load-bearing textiles, Industrial Crops and Products. 145 (2020) 111988. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111988.
- S. Réquilé, B. Mazian, M. Grégoire, S. Musio, M. Gautreau, L. Nuez, A. Day, P. [43] Thiébeau, F. Philippe, B. Chabbert, A. Chamussy, D.U. Shah, J. Beaugrand, V. Placet, J.-C. Benezet, A. le Duigou, M. Bar, L. Malhautier, E. De Luycker, S. Amaducci, C. Baley, A. Bergeret, A. Bourmaud, P. Ouagne, Exploring the dew retting feasibility of hemp in very contrasting European environments: Influence on the tensile mechanical properties of fibres composites, Industrial Products. 164 (2021)and Crops and 113337. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2021.113337.
- [44] F. Omrani, P. Wang, D. Soulat, M. Ferreira, Mechanical properties of flax-fibrereinforced preforms and composites: Influence of the type of yarns on multi-scale characterisations, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 93 (2017) 72– 81. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.11.013.
- [45] S. Goutianos, T. Peijs, The Optimisation of Flax Fibre Yarns for the Development of High-Performance Natural Fibre Composites, Advanced Composites Letters. 12 (2003) 237–241. https://doi.org/10.1177/096369350301200602.
- [46] S. Goutianos, T. Peijs, B. Nystrom, M. Skrifvars, Development of Flax Fibre based Textile Reinforcements for Composite Applications, Appl Compos Mater. 13 (2006) 199– 215. https://doi.org/10.1007/s10443-006-9010-2.

- [47] D.U. Shah, P.J. Schubel, M.J. Clifford, Modelling the effect of yarn twist on the tensile strength of unidirectional plant fibre yarn composites, Journal of Composite Materials. 47 (2013) 425–436. https://doi.org/10.1177/0021998312440737.
- [48] J. Baets, D. Plastria, J. Ivens, I. Verpoest, Determination of the optimal flax fibre preparation for use in unidirectional flax–epoxy composites, Journal of Reinforced Plastics and Composites. 33 (2014) 493–502. https://doi.org/10.1177/0731684413518620.
- [49] K. Friedrich, Commingled yarns and their use for composites, in: J. Karger-Kocsis (Ed.), Polypropylene: An A-Z Reference, Springer Netherlands, Dordrecht, 1999: pp. 81–89. https://doi.org/10.1007/978-94-011-4421-6\_12.
- [50] W. Zhai, P. Wang, X. Legrand, D. Soulat, M. Ferreira, Effects of Micro-Braiding and Co-Wrapping Techniques on Characteristics of Flax/Polypropylene-Based Hybrid Yarn: A Comparative Study, Polymers. 12 (2020) 2559. https://doi.org/10.3390/polym12112559.
- [51] L. Zhang, M. Miao, Commingled natural fibre/polypropylene wrap spun yarns for structured thermoplastic composites, Composites Science and Technology. 70 (2010) 130– 135. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2009.09.016.
- [52] B. Baghaei, M. Skrifvars, M. Salehi, T. Bashir, M. Rissanen, P. Nousiainen, Novel aligned hemp fibre reinforcement for structural biocomposites: Porosity, water absorption, mechanical performances and viscoelastic behaviour, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 61 (2014) 1–12. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.01.017.
- [53] N. Bernet, V. Michaud, P.-E. Bourban, J.-A.E. Månson, Commingled yarn composites for rapid processing of complex shapes, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 32 (2001) 1613–1626. https://doi.org/10.1016/S1359-835X(00)00180-9.
- [54] B. Lauke, U. Bunzel, K. Schneider, Effect of hybrid yarn structure on the delamination behaviour of thermoplastic composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 29 (1998) 1397–1409. https://doi.org/10.1016/S1359-835X(98)00059-1.
- [55] J. Jiang, N. Chen, Preforms and composites manufactured by novel flax/polypropylene cowrap spinning method, Journal of Composite Materials. 46 (2012) 2097–2109. https://doi.org/10.1177/0021998311430155.
- [56] A.-C. Corbin, M. Ferreira, A.R. Labanieh, D. Soulat, Natural fiber composite manufacture using wrapped hemp roving with PA12, Materials Today: Proceedings. 31 (2020) S329–S334. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.307.
- [57] R. Alagirusamy, Hybrid yarns for thermoplastic composites, in: Technical Textile Yarns, Elsevier, 2010: pp. 387–428. https://doi.org/10.1533/9781845699475.2.387.
- [58] O.A. Khondker, U.S. Ishiaku, A. Nakai, H. Hamada, A novel processing technique for thermoplastic manufacturing of unidirectional composites reinforced with jute yarns, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 37 (2006) 2274–2284. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.12.030.
- [59] S. Kobayashi, K. Takada, Processing of unidirectional hemp fiber reinforced composites with micro-braiding technique, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 46 (2013) 173–179. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.11.012.
- [60] M. Bar, A. Das, R. Alagirusamy, Effect of interface on composites made from DREF spun hybrid yarn with low twisted core flax yarn, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 107 (2018) 260–270. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.01.003.
- [61] M. Bar, Development of flax-PP based twist-less thermally bonded roving for thermoplastic composite reinforcement, The Journal of The Textile Institute. 110 (2019). https://doi.org/10.1080/00405000.2019.1610997.
- [62] Y. Lebaupin, M. Chauvin, T.-Q.T. Hoang, F. Touchard, A. Beigbeder, Influence of constituents and process parameters on mechanical properties of flax fibre-reinforced polyamide 11 composite, Journal of Thermoplastic Composite Materials. 30 (2017) 1503– 1521. https://doi.org/10.1177/0892705716644669.

- [63] C. Gourier, A. Bourmaud, A. Le Duigou, C. Baley, Influence of PA11 and PP thermoplastic polymers on recycling stability of unidirectional flax fibre reinforced biocomposites, Polymer Degradation and Stability. 136 (2017) 1–9. https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.12.003.
- [64] J. Vilfayeau, Modélisation numérique du procédé de tissage des renforts fibreux pour matériaux composites, Thèse de doctorat de l'INSA de Lyon, 2014. https://theses.hal.science/tel-01153224.
- [65] M. Dalal, Contribution à l'étude de la saturation des tissus simples et multicouches: tissus 2D et 3D, Thèse de l'Université de Haute-Alsace, 2012.
- [66] NF G07-316, Afnor EDITIONS. (n.d.). https://www.boutique.afnor.org/engb/standard/nf-g07316/textiles-tests-of-yarns-determination-of-lineardensity/fa018845/8441.
- [67] F. Boussu, M. Decrette, Structures textiles tissées Définition, propriétés et applications, Techniques de l'Ingénieur, N4608V1. (2023). https://doi.org/10.51257/a-v1n4608.
- [68] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A. Labanieh, X. Gabrion, V. Placet, Improvement of the Weavability of Natural-Fiber Reinforcement for Composite Materials Manufacture, RCMA. 29 (2019) 201–208. https://doi.org/10.18280/rcma.290403.
- [69] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, X. Gabrion, P. Malécot, V. Placet, Towards hemp fabrics for high-performance composites: Influence of weave pattern and features, Composites Part B: Engineering. 181 (2020) 107582. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107582.
- [70] L. Boccarusso, M. Durante, A. Langella, Lightweight hemp/bio-epoxy grid structure manufactured by a new continuous process, Composites Part B: Engineering. 146 (2018) 165–175. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.04.009.
- [71] M. del Borrello, M. Mele, G. Campana, M. Secchi, Manufacturing and characterization of hemp-reinforced epoxy composites, Polymer Composites. 41 (2020) 2316–2329. https://doi.org/10.1002/pc.25540.
- [72] N. Graupner, D.E. Weber, E.G. Bell, K.-H. Lehmann, H.-W. Hilgers, H. Randerath, T. Gries, I. Walenta, M. Joulian, J. Müssig, Hemp From Disordered Lines for New Staple Fibre Yarns and High-Performance Composite Applications, Frontiers in Materials. 8 (2022). https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fmats.2021.807004.
- [73] N. Graupner, K.-H. Lehmann, D. Weber, H.-W. Hilgers, E. Bell, I. Walenta, L. Berger, T. Brückner, K. Kölzig, H. Randerath, A. Bruns, B. Frank, M. Wonneberger, M. Joulian, L. Bruns, F. Dungern, A. Janßen, T. Gries, S. Kunst, J. Müssig, Novel Low-Twist Bast Fibre Yarns from Flax Tow for High-Performance Composite Applications, Materials. 14 (2020) 105. https://doi.org/10.3390/ma14010105.
- [74] R. Picciotto, S.P. Hersh, The Tensile Fatigue Behavior of a Warp Yarn and its Influence on Weaving Performance, Textile Research Journal. 42 (1972) 512–522. https://doi.org/10.1177/004051757204200902.
- [75] F. Omrani, P. Wang, D. Soulat, M. Ferreira, Mechanical properties of flax-fibrereinforced preforms and composites: Influence of the type of yarns on multi-scale characterisations, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 93 (2017) 72– 81. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.11.013.
- [76] S. Rudov-Clark, A.P. Mouritz, L. Lee, M.K. Bannister, Fibre damage in the manufacture of advanced three-dimensional woven composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 34 (2003) 963–970. https://doi.org/10.1016/S1359-835X(03)00213-6.
- [77] L. Lee, S. Rudov-Clark, A.P. Mouritz, M.K. Bannister, I. Herszberg, Effect of weaving damage on the tensile properties of three-dimensional woven composites, Composite Structures. 57 (2002) 405–413. https://doi.org/10.1016/S0263-8223(02)00108-3.

- [78] M. Lefebvre, B. Francois, C. Daniel, Influence of high-performance yarns degradation inside three-dimensional warp interlock fabric, Journal of Industrial Textiles. 42 (2013) 475–488. https://doi.org/10.1177/1528083712444298.
- [79] Z. Samouh, Textiles à base de fibres naturelles d'origine marocaine pour application matériaux composites, Thèse de doctorat, Centrale Lille Institut, 2021. https://www.theses.fr/2021CLIL0026.
- [80] H. Lansiaux, Élaboration et caractérisation de renforts tissés 3D interlock chaine en lin pour matériaux composites, Thèse de doctorat, Université de Lille (2018-2021), 2020. https://www.theses.fr/2020LILUI041.
- [81] N. Pan, Analysis of woven fabric strengths: Prediction of fabric strength under uniaxial and biaxial extensions, Composites Science and Technology. 56 (1996) 311–327. https://doi.org/10.1016/0266-3538(95)00114-X.
- [82] M. Manins, A. Bernava, G. Strazds, 2D Woven Reinforcements of Natural Fibers, Advanced Materials Research. 1064 (2015) 77–82. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1064.77.
- [83] M.M. Hossain, E. Datta, S. Rahman, A Review on Different Factors of Woven Fabrics' Strength Prediction, Science Research. 4 (2016) 88. https://doi.org/10.11648/j.sr.20160403.13.
- [84] M.I. Misnon, M.M. Islam, J.A. Epaarachchi, K.T. Lau, Analyses of woven hemp fabric characteristics for composite reinforcement, Materials & Design (1980-2015). 66 (2015) 82–92. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.037.
- [85] M.M. Haque, Effect of weft parameters on weaving performance and fabric properties, Daffodil International University Journal of Science and Technology. 4 (2009) 62–69. https://doi.org/10.3329/diujst.v4i2.4369.
- [86] S. Dhar Malingam, N.L. Feng, A.A. Kamarolzaman, H. Tzy Yi, A.F. Ab Ghani, Mechanical Characterisation of Woven Kenaf Fabric as Reinforcement for Composite Materials, Journal of Natural Fibers. 18 (2021) 653–663. https://doi.org/10.1080/15440478.2019.1642827.
- [87] P.R. Lord, M.E. Perez, The Behavior of Twistless and Low-Twist Staple Yarns in a Plain-Weave Fabric, Textile Research Journal. 51 (1981) 45–51. https://doi.org/10.1177/004051758105100109.
- [88] C. Bessette, M. Decrette, M. Tourlonias, J.-F. Osselin, F. Charleux, D. Coupé, M.-A. Bueno, In-situ measurement of tension and contact forces for weaving process monitoring: Application to 3D interlock, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 126 (2019) 105604. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105604.
- [89] C. Tephany, D. Soulat, J. Gillibert, P. Ouagne Influence of the non-linearity of fabric tensile behavior for preforming modeling of a woven flax fabric Textile Research Journal, 2016, vol. 86 (6): 604-617 .https://doi.org/10.1177/0040517515595030.
- [90] C. Laqraa, A.R. Labanieh, D. Soulat, M. Ferreira, Development of woven and quasiunidirectional reinforcement fabrics with hemp fibers: study of mechanical and preforming behaviors, Int J Mater Form. 16 (2022) 8. https://doi.org/10.1007/s12289-022-01727-y.
- [91] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A.R. Labanieh, Influence of Process Parameters on Properties of Hemp Woven Reinforcements for Composite Applications: Mechanical Properties, Bias-extension Tests and Fabric Forming, Journal of Natural Fibers. 19 (2020). https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1761925.
- [92] J. Huang, P. Boisse, N. Hamila, Y. Zhu, Simulation of Wrinkling during Bending of Composite Reinforcement Laminates, Materials. 13 (2020) 2374. https://doi.org/10.3390/ma13102374.

- [93] P. Boisse, J. Huang, E. Guzman-Maldonado, Analysis and Modeling of Wrinkling in Composite Forming, Journal of Composites Science. 5 (2021) 81. https://doi.org/10.3390/jcs5030081.
- [94] R. Azzouz, S. Allaoui, R. Moulart, Composite preforming defects: a review and a classification, Int J Mater Form. 14 (2021) 1259–1278. https://doi.org/10.1007/s12289-021-01643-7.
- [95] B. Deopura, A. Ramasamy, M. Joshi, B. Gupta, Polyesters and Polyamides, Woodhead Publishing Limited (2008).
- [96] S. Acierno, P. Van Puyvelde, Rheological behavior of polyamide 11 with varying initial moisture content, Journal of Applied Polymer Science. 97 (2005) 666–670. https://doi.org/10.1002/app.21810.
- [97] K. Oksman, M. Skrifvars, J.-F. Selin, Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites, Composites Science and Technology. 63 (2003) 1317–1324. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00103-9.
- [98] G. Perego, G.D. Cella, Mechanical Properties, in: Poly(Lactic Acid), John Wiley & Sons, Ltd, 2010: pp. 141–153. https://doi.org/10.1002/9780470649848.ch11.
- [99] K.K. Chawla, Matrix Materials, in: K.K. Chawla (Ed.), Composite Materials: Science and Engineering, Springer, New York, NY, 2012: pp. 73–103. https://doi.org/10.1007/978-0-387-74365-3\_3.
- [100] K.K. Chawla, Matrix Materials, in: K.K. Chawla (Ed.), Composite Materials: Science and Engineering, Springer International Publishing, Cham, 2019: pp. 75–105. https://doi.org/10.1007/978-3-030-28983-6\_3.
- [101] F. Bensadoun, K.A.M. Vallons, L.B. Lessard, I. Verpoest, A.W. Van Vuure, Fatigue behaviour assessment of flax–epoxy composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 82 (2016) 253–266. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.11.003.
- [102] H. Aljibori, F. Alosfur, N. Ridha, M. Salim, A Study on Thermal Diffusivity and Dielectric Properties of Epoxy Matrix Reinforced by Fibers Material, Journal of Kerbala University, Vol. 14 No.2 Scientific 14 (2016) 42–53.
- [103] B. KC, M. Pervaiz, O. Faruk, J. Tjong, M. Sain, Green Composite Manufacturing via Compression Molding and Thermoforming, in: 2015: pp. 45–63. https://doi.org/10.1007/978-3-319-07944-8\_3.
- [104] S. Ochi, Mechanical properties of kenaf fibers and kenaf/PLA composites, Mechanics of Materials. 40 (2008) 446–452. https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2007.10.006.
- [105] F. Destaing, Contribution à l'étude du comportement mécanique de matériaux composites biosourcés lin/PA11 élaborés par thermocompression, These de doctorat, Caen, 2012. https://www.theses.fr/2012CAEN2063.
- [106] H. Takagi, A. Asano, Effects of processing conditions on flexural properties of cellulose nanofiber reinforced "green" composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 39 (2008) 685–689. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.08.019.
- [107] S. Rassmann, R.G. Reid, R. Paskaramoorthy, Effects of processing conditions on the mechanical and water absorption properties of resin transfer moulded kenaf fibre reinforced polyester composite laminates, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 41 (2010) 1612–1619. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.07.009.
- [108] G. kannan Tamilmani, C. Wu, K.B. Cheng, Effect of different knitted structure on the mechanical properties and damage behavior of Flax/PLA (Poly Lactic acid) double covered uncommingled yarn composites, Composites Part B: Engineering. 43 (2012) 2836–2842. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.04.047.
- [109] S. Phillips, L. Lessard, Application of natural fiber composites to musical instrument top plates, Journal of Composite Materials. 46 (2012) 145–154. https://doi.org/10.1177/0021998311410497.

- [110] A. Damodaran, H. Mansour, L. Lessard, G. Scavone, A. Suresh Babu, Application of composite materials to the chenda, an Indian percussion instrument, Applied Acoustics. 88 (2015) 1–5. https://doi.org/10.1016/j.apacoust.2014.07.013.
- [111] O. Akampumuza, P. Wambua, A. Ahmed, li Wei, X.-H. Qin, A review of the applications of bio composites in the automotive industry, Polymer Composites. (2015). https://doi.org/10.1002/pc.23847.
- [112] M.J. John, S. Thomas, Biofibres and biocomposites, Carbohydrate Polymers. 71 (2008) 343–364. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.05.040.
- [113] A.T.M.F. Ahmed, M.Z. Islam, M.S. Mahmud, M.E. Sarker, M.R. Islam, Hemp as a potential raw material toward a sustainable world: A review, Heliyon. 8 (2022) e08753. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e08753.
- [114] M.P.M. Dicker, P.F. Duckworth, A.B. Baker, G. Francois, M.K. Hazzard, P.M. Weaver, Green composites: A review of material attributes and complementary applications, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 56 (2014) 280–289. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.10.014.
- [115] P. Wambua, J. Ivens, I. Verpoest, Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?, Composites Science and Technology. 63 (2003) 1259–1264. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00096-4.
- [116] M. Rajesh, S.P. Singh, J. Pitchaimani, Mechanical behavior of woven natural fiber fabric composites: Effect of weaving architecture, intra-ply hybridization and stacking sequence of fabrics, Journal of Industrial Textiles. 47 (2018) 938–959. https://doi.org/10.1177/1528083716679157.
- [117] M. Karahan, N. Karahan, Influence of weaving structure and hybridization on the tensile properties of woven carbon-epoxy composites, Journal of Reinforced Plastics and Composites. 33 (2014) 212–222. https://doi.org/10.1177/0731684413504019.
- [118] N. Venkateshwaran, A. ElayaPerumal, R.H. Arwin Raj, Mechanical and Dynamic Mechanical Analysis of Woven Banana/Epoxy Composite, J Polym Environ. 20 (2012) 565–572. https://doi.org/10.1007/s10924-011-0410-5.
- [119] A. Alavudeen, N. Rajini, S. Karthikeyan, M. Thiruchitrambalam, N. Venkateshwaren, Mechanical properties of banana/kenaf fiber-reinforced hybrid polyester composites: Effect of woven fabric and random orientation, Materials & Design (1980-2015). 66 (2015) 246– 257. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.067.
- [120] G.M.A. Khan, M. Terano, M.A. Gafur, M.S. Alam, Studies on the mechanical properties of woven jute fabric reinforced poly(l-lactic acid) composites, Journal of King Saud University - Engineering Sciences. 28 (2016) 69–74. https://doi.org/10.1016/j.jksues.2013.12.002.
- [121] L.A. Pothan, Y.W. Mai, S. Thomas, R.K.Y. Li, Tensile and Flexural Behavior of Sisal Fabric/Polyester Textile Composites Prepared by Resin Transfer Molding Technique, Journal of Reinforced Plastics and Composites. 27 (2008) 1847–1866. https://doi.org/10.1177/0731684408090342.
- [122] Z. Abbas, S. Shahid, Y. Nawab, K. Shaker, M. Umair, Effect of glass microspheres and fabric weave structure on mechanical performance of hemp/green epoxy composites, Polymer Composites. 41 (2020) 4771–4787. https://doi.org/10.1002/pc.25751.
- [123] M. Umair, M. Hussain, Z. Abbas, K. Shaker, Y. Nawab, Effect of weave architecture and glass microspheres percentage on the low velocity impact response of hemp/green epoxy composites, Journal of Composite Materials. 55 (2021) 2179–2195. https://doi.org/10.1177/0021998320987605.
- [124] C. Lu, C. Wang, K. Mohd Salleh, S. Zakaria, Y. Chen, J. Tong, N. Deng, Q. Zuo, Y. Yan, Influence of hemp roving twist and fiber apparent parameters on the mechanical

properties and water absorption of quasi-unidirectional composites, Textile Research Journal. (2022) 004051752210955. https://doi.org/10.1177/00405175221095584.

- [125] J.E.P. Carpenter, M.H. Miao, P. Brorens, Deformation Behaviour of Composites Reinforced with Four Different Linen Flax Yarn Structures, Advanced Materials Research. 29–30 (2007) 263–266. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.29-30.263.
- [126] H. Ma, Y. Li, D. Wang, Investigations of fiber twist on the mechanical properties of sisal fiber yarns and their composites, Journal of Reinforced Plastics and Composites. 33 (2014) 687–696. https://doi.org/10.1177/0731684413520187.
- [127] Y. Karaduman, N.S. Karaduman, H. Secinti-Klopf, Production of quasi-unidirectional woven fabrics from water-retted hemp fibers and mechanical characterization of their composites, Journal of Composite Materials. (2023) 00219983231168947. https://doi.org/10.1177/00219983231168947.
- [128] J. Gassan, A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 33 (2002) 369–374. https://doi.org/10.1016/S1359-835X(01)00116-6.
- [129] M. Ramesh, L. Rajeshkumar, D. Balaji, V. Bhuvaneswari, Influence of Moisture Absorption on Mechanical properties of Biocomposites reinforced Surface Modified Natural Fibers, in: C. Muthukumar, S. Krishnasamy, S.M.K. Thiagamani, S. Siengchin (Eds.), Aging Effects on Natural Fiber-Reinforced Polymer Composites: Durability and Life Prediction, Springer Nature, Singapore, 2022: pp. 17–34. https://doi.org/10.1007/978-981-16-8360-2\_2.
- [130] A. Moudood, A. Rahman, H.M. Khanlou, W. Hall, A. Öchsner, G. Francucci, Environmental effects on the durability and the mechanical performance of flax fiber/bioepoxy composites, Composites Part B: Engineering. 171 (2019) 284–293. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.05.032.
- [131] I. Van de Weyenberg, J. Ivens, A. De Coster, B. Kino, E. Baetens, I. Verpoest, Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites, Composites Science and Technology. 63 (2003) 1241–1246. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00093-9.
- [132] P.-J. Liotier, M.F. Pucci, A. Le Duigou, A. Kervoelen, J. Tirilló, F. Sarasini, S. Drapier, Role of interface formation versus fibres properties in the mechanical behaviour of biobased composites manufactured by Liquid Composite Molding processes, Composites Part B: Engineering. 163 (2019) 86–95. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.10.103.
- [133] C. Baley, F. Busnel, Y. Grohens, O. Sire, Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre–polyester resin, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 37 (2006) 1626–1637. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.10.014.
- [134] R. Sepe, F. Bollino, L. Boccarusso, F. Caputo, Influence of chemical treatments on mechanical properties of hemp fiber reinforced composites, Composites Part B: Engineering. 133 (2018) 210–217. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.09.030.
- [135] T. Sullins, S. Pillay, A. Komus, H. Ning, Hemp fiber reinforced polypropylene composites: The effects of material treatments, Composites Part B: Engineering. 114 (2017) 15–22. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.02.001.
- [136] J.J. Andrew, H.N. Dhakal, Sustainable biobased composites for advanced applications: recent trends and future opportunities – A critical review, Composites Part C: Open Access. 7 (2022) 100220. https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2021.100220.
- [137] A. Arbelaiz, B. Fernández, G. Cantero, R. Llano-Ponte, A. Valea, I. Mondragon, Mechanical properties of flax fibre/polypropylene composites. Influence of fibre/matrix modification and glass fibre hybridization, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 36 (2005) 1637–1644. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.03.021.

- [138] M.M. Kabir, H. Wang, K.T. Lau, F. Cardona, T. Aravinthan, Mechanical properties of chemically-treated hemp fibre reinforced sandwich composites, Composites Part B: Engineering. 43 (2012) 159–169. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2011.06.003.
- [139] H. Chen, M. Miao, X. Ding, Influence of moisture absorption on the interfacial strength of bamboo/vinyl ester composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 40 (2009) 2013–2019. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.09.003.
- [140] M. Symington, W. Banks, O. West, R. Pethrick, Tensile Testing of Cellulose Based Natural Fibers for Structural Composite Applications, Journal of Composite Materials - J COMPOS MATER. 43 (2009) 1083–1108. https://doi.org/10.1177/0021998308097740.
- [141] M. Berges, R. Léger, V. Placet, V. Person, S. Corn, X. Gabrion, J. Rousseau, E. Ramasso, P. Ienny, S. Fontaine, Influence of moisture uptake on the static, cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminates, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 88 (2016) 165–177. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.05.029.
- [142] H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang, M.O.W. Richardson, Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites, Composites Science and Technology. 67 (2007) 1674–1683. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.06.019.
- [143] L. Toubal, J.-C. Cuillière, K. Bensalem, V. Francois, P.-B. Gning, Hygrothermal effect on moisture kinetics and mechanical properties of hemp/polypropylene composite: Experimental and numerical studies, Polymer Composites. 37 (2016) 2342–2352. https://doi.org/10.1002/pc.23414.

# Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches

## Table des matières

1 Introduction
2 Matériaux utilisés
2.1 Mèches de chanvre utilisés72
2.2 Propriétés textiles des mèches de chanvre72
2.3 Propriétés mécaniques des mèches de chanvre73
3 Amélioration des propriétés des mèches de chanvre77
3.1 Guipage77
3.1.1 Etude des propriétés textiles des fils guipés80
3.1.2 Etude des propriétés mécaniques des fils guipés82
a. Propriétés mécaniques à température ambiante des fils guipés82
b. Propriétés mécaniques à chaud des fils guipés84
3.2 mélange intime
3.2.1 Propriétés textiles des fils guipés obtenus par mélange intime
3.2.2 Propriétés mécaniques des fils guipés obtenus par mélange intime
4 Tissabilité des mèches de chanvre
4.1 Tissage des mèches de chanvre
4.2 Tissage des fils guipés91
5 Impact du procédé de tissage sur les propriétés des mèches de chanvre
5.1 Impact sur les propriétés textiles93
5.2 Impact sur les propriétés mécaniques95
6 Etude des propriétés des fibres de chanvre96
6.1 Préparation des éprouvettes96
6.2 Détermination de la fraction volumique et la porosité des éprouvettes IFBT98
6.3 Détermination des propriétés des fibres par les différentes lois de mélange
7 Analyse des résultats obtenus par l'IFBT 101
Conclusion103
Références
## **1** Introduction

Les fibres naturelles sont extraites sous une forme discontinue, et nécessite plusieurs étapes de transformation en filature pour obtenir une structure continue comme la mèche (appelée également roving) utilisable dans les procédés de transformation textiles comme le tissage, technologie choisie dans ces travaux, pour produire des renforts textiles. Pour conférer à cette structure continue les propriétés mécaniques requises par le procédé de tissage, la torsion ou les traitements chimiques sont souvent utilisés. D'autres solutions, comme le guipage, peuvent être appliquées pour accroitre les propriétés de ces mèches. Dans ces travaux des mèches de chanvre sont utilisées pour produire des renforts textiles par tissage et l'ensemble des étapes d'optimisation de leurs propriétés et de leur tissabilité sera détaillé dans ce chapitre.

Tout d'abord les mèches de chanvre utilisées seront présentées. Ces mèches se caractérisent par une faible torsion, une forte pilosité ainsi qu'une faible ténacité par rapport aux fils retordus. Par conséquent, leurs passages sur les métiers de transformation textile tel que le tissage peuvent s'avérer plus difficile car elles ne répondent pas aux conditions optimales souhaitées (une résistance mécanique suffisante pour supporter les contraintes lors de cette étape) pour la production des renforts. Plusieurs procédés d'amélioration des propriétés mécaniques de ces mèches sont présentés dans le chapitre 1. Le traitement chimique est la première solution utilisée dans l'industrie textile pour améliorer les propriétés mécaniques des mèches et leur tissabilité. Les propriétés textiles et mécaniques des mèches traitées seront analysées. La deuxième solution, étudiée et utilisée dans ces travaux, est le procédé de guipage qui consiste à enrouler un multi-filament thermoplastique autour de la mèche de chanvre pour venir augmenter ses performances mécaniques et diminuer sa pilosité. Une troisième solution est la réalisation de ruban intime des fibres de chanvre et de fibres thermoplastiques qui auront le rôle de résine à l'échelle fibre, et puis venir passer ce ruban dans le procédé de guipage pour augmenter la cohésion des fibres et améliorer les propriétés du fil obtenu. Ces méthodes contribuent à diminuer la pilosité des mèches et à atteindre une ténacité suffisante pour leurs passages sur les métiers à tisser. La troisième partie sera consacrée à l'étude des propriétés des fibres, au sein de ces mèches, avec la méthode dite de l'« Impregnated Fibre Bundle Test » (IFBT), qui consiste à réaliser des éprouvettes composites à partir des mèches de chanvre pour déduire les propriétés des fibres par calcul inverse de la loi des mélanges. Enfin, la dernière partie sera consacrée à l'étude de l'impact du procédé de tissage sur les propriétés textiles et mécaniques des mèches utilisées dans la fabrication des différentes structures textiles. Les données issues des caractérisations textiles et mécaniques de ces produits sont présentées en Annexe A.

## 2 Matériaux utilisés

## 2.1 Mèches de chanvre utilisées



CANAPA ST3 CANAPA T2 CANAPA PSE CANAPA PAE CANAPA CAT Figure 2-28: Mèches de chanvre sans traitement et avec traitement

Différents types de mèche de chanvre (Figure 2-28) sont utilisés pour produire les renforts par tissage. L'ensemble de ces matières a été fourni par la société Linificio e Canapificio Nazionale, partenaire du projet SSUCHY [1]. Une mèche de chanvre sans traitement (CANAPA ST3) et une mèche de chanvre traitée (CANAPA T2), les deux mèches sont peignées et ont été étudiées précédemment dans les travaux de thèse d'A-C Corbin [2] et dont les propriétés seront comparées à celles des autres mèches supports de ces travaux. Ces matières concernent d'une part une mèche peignée sans encollage (CANAPA PSE), une mèche peignée avec encollage (CANAPA PAE) et une mèche cardée avec traitement (CANAPA CAT). Le peignage, comme expliqué dans le chapitre 1, est une étape qui s'ajoute au cardage, qui permet de paralléliser les fibres et d'enlever les impuretés, ainsi que les faisceaux de fibres les plus courtes ayant un mauvais impact sur la régularité du fil et les propriétés mécaniques. L'encollage quant à lui, est un traitement qui diminue la présence de fibrilles à la surface et donne plus de cohésion au produit afin de supporter les tensions appliquées lors du tissage. La mèche cardée (CANAPA CAT) est obtenue à partir de fibres courtes uniquement cardées et donc un coût de production plus faible par rapport aux mèches peignées. Le traitement chimique appliqué sur ces mèches est similaire au traitement de mercerisation (traitement à la soude) et ne sera pas détaillé pour des raisons de confidentialité. Ce traitement a été appliqué au sein de la société Linificio e Canapificio Nazionale.

## 2.2 Propriétés textiles des mèches de chanvre

Les propriétés textiles de ces mèches sont données en **Table 2-8.** Le titre a été mesuré selon la norme NF G07- 316 [3] et la torsion selon la norme NF G07- 079 [4] sur un torsiomètre Zweigle® à l'aide de la méthode de la « double contre épreuve », dans laquelle la mèche subit trois opérations de détorsion-retorsion pour mesurer la torsion moyenne avec une meilleure précision. La régularité et la pilosité ont été mesurées sur un régularimètre Uster® UT4. La régularité du titre est définie avec le coefficient CVm%, et la pilosité, mesurée avec le coefficient H et son écart-type sH. Ces deux paramètres sont importants à prendre en considération pour la réalisation de renforts tissés. Plus le CVm% est élevé, plus le fil est irrégulier. Un fil irrégulier contient alors plus d'impuretés et des zones plus riches que d'autres en fibres qui conduisent à des inhomogénéités des propriétés à l'échelle composite. En effet,

lors du tissage, un fil irrégulier serait plus difficile à manipuler en raison de la grande variabilité des longueurs des fibres et de la présence des défauts qui fragilisent sa structure. La pilosité, quant à elle, est définie comme étant la longueur moyenne des fibrilles présentes à la surface du fil rapportée à une longueur de 1 cm. Plus cette pilosité est élevée, plus les frottements entre les fils lors du rabattage du peigne vont dégrader ces fils et entrainer leurs ruptures [5].

Table 2-8: Propriétés textiles des mèches de chanvre utilisées							
Mèches de chanvre	Traitement	Peignée/ cardée	Titre (Tex)	Torsion (tours/m)	Régularité (CVm%)	Pilosité (H ± sh)	
CANAPAST3	Sans traitement	Peignée	$316\pm4$	$39\pm2$	18,21	$19\pm4$	
CANAPAT2	Avec traitement	Peignée	$282,4 \pm 4,7$	$30\pm5$	21,5	$10 \pm 3$	
CANAPA PSE	Sans encollage	Peignée	$332\pm 6$	41,5 ± 2,5	18,32	$14\pm5$	
CANAPA PAE	Avec encollage	Peignée	302,7 ± 2,4	$36 \pm 1$	22,3	$9\pm4$	
CANAPA CAT	Avec traitement	Cardée	316,7 ± 8,2	61,9 ± 6,1	23,59	$12\pm7$	

Les mèches non traitées (CANAPA ST3), sans encollage (CANAPA PSE) et cardées (CANAPA CAT) ont un titre (en Tex) et une pilosité, légèrement plus élevés que les mèches traitées (CANAPA T2) et les mèches peignées avec encollage (CANAPA PAE). Le CVm% des différents types de mèches est dans le même intervalle de variation avec une légère diminution pour les mèches sans traitement. Dans les travaux d'A-C Corbin [2,6,7], il a été montré que le traitement chimique des mèches de chanvre rend ces dernières légèrement plus irrégulières car les impuretés ne sont pas retirées de manière uniforme. Le traitement chimique des mèches condense les impuretés et les fibrilles, présentes à la surface de ces dernières et par conséquent diminue leurs pilosités et leurs titres. De même, l'encollage utilisé sur les mèches peignées emprisonne les fibrilles et rend la mèche moins pileuse. Les mèches cardées ont une forte torsion en comparaison avec les autres mèches ce qui pourrait être problématique pour l'imprégnation des fibres au sein de ces mèches cardées.

## 2.3 Propriétés mécaniques des mèches de chanvre

Les propriétés mécaniques en traction des mèches de chanvre sont obtenues à l'aide d'essais de traction selon la norme NF EN ISO 2062 [8]. L'essai de traction sur ces mèches est réalisé sur un banc de traction MTS Criterion® (**Figure 2-29**) avec une longueur de jauge de 200 mm, une vitesse de 200 mm/min et une précharge de 0,5 cN/Tex. Chaque type de matière est conditionné à une température de  $20 \pm 2^{\circ}$ C et une humidité relative HR% de  $65 \pm 2\%$  pendant au moins 48h. Après conditionnement, 20 échantillons sont testés. La **Figure 2-30**, présente la courbe moyenne « effort-déplacement » des mèches de chanvre. Les données à extraire à partir de cette courbe sont l'effort à rupture, la déformation à rupture, les pentes et la ténacité à rupture. Cette ténacité correspond à l'effort maximal rapporté au titre de la mèche. Cette courbe est caractérisée par trois zones distinctes. La première zone de la courbe (en bleu sur la **Figure 2-30**) est non linéaire et correspond à la réorientation des fibres de chanvre dans

la direction de la sollicitation mécanique. La deuxième zone (orange sur la **Figure 2-30**) devient linéaire et caractérise la réponse de la mèche quand les fibres sont alignées dans le sens la sollicitation. Chaque zone se caractérise alors par un module. La troisième zone (violet sur la courbe **Figure 2-30**) correspond à la zone de décharge et donc à la rupture du fil qui est progressive. Ceci est liée à la morphologie de la fibre de chanvre qui présente des variations au niveau de la longueur de fibres et des angles micro fibrillaires.



Figure 2-29: Banc de traction utilisé pour la caractérisation des mèches de chanvre



Figure 2-30: Réponse en traction d'une mèche de chanvre

Les courbes moyennes en traction des mèches de chanvre étudiées dans ces travaux sont présentées en Figure 2-31, en termes de ténacité en fonction de la déformation. Les caractéristiques mécaniques issues de ces courbes sont données dans la Table 2-9. Les mèches peignées avec traitement chimique (CANAPA T2) et avec encollage (CANAPA PAE)

présentent une ténacité à rupture et une déformation à rupture plus élevées que les autres types de mèches. Alors que les mèches sans traitement ont une ténacité faible. Le traitement chimique (et/ou l'encollage) appliqué sur les mèches de chanvre a pour but d'améliorer la ténacité des mèches pour atteindre la valeur requise en tissage. En appliquant ce traitement, la cohésion inter-fibres au sein des mèches est augmentée. Ces courbes moyennes présentent des écartstypes moyens importants en raison de la forte variabilité des valeurs obtenues pour chaque lot de matière. Cette variabilité comme expliqué dans la littérature est due à la non-uniformité des fibres naturelles et l'irrégularité engendrée lors des étapes de filature [9,10]. Malgré le plus fort taux de torsion appliqué aux mèches peignées sans encollage (CANAPA PSE) et cardées avec traitement (CANAPA CAT), leurs ténacités restent plus faibles. Dans la littérature [6,9,11,12], il a été montré qu'un fort taux de torsion augmente les propriétés mécaniques des fils à base de fibres naturelles, ce qui n'est pas le cas sur ces mèches de chanvre. Un zoom sur les faibles déformations de ces mèches est également présenté en Figure 2-31 pour voir l'évolution des pentes de ces courbes (données également en Table 2-9) dans cette première phase. Les modules (en termes de pentes) des mèches non traitées (CANAPA ST3), E1 (calculé entre 0 et 0,5% de déformation) et E2 (calculé entre 1,4 et 1,8% de déformation) sont supérieurs à ceux des mèches traitées (CANAPA T2) et des autres mèches. Ceci peut être expliqué par le niveau de torsion appliqué à ces mèches (Table 2-8). Une augmentation du deuxième module pour toutes les mèches (de 56%, 258%, 97%, 108% et 45% respectivement pour CANAPA ST3, CANAPA T2, CANAPA PSE, CANAPA PAE et CANAPA CAT), traduit une rigidification de la structure et un alignement des fibres selon la direction de la sollicitation.

Les mèches de chanvre sont caractérisées par une faible torsion et une ténacité faible. Toutefois, pour tisser ces mèches, et ainsi obtenir des renforts, une ténacité minimale de l'ordre de 10 - 15 cN/Tex est requise pour leur passage sur les métiers manuels. Lors du procédé du tissage, les fils subissent plusieurs types de sollicitation, ce qui nécessite une ténacité suffisante pour faciliter leurs manipulations sans les endommager ou les casser. Si la ténacité du fil est faible par rapport à la limite préconisée, la mèche ne pourra être utilisée qu'en sens trame, direction dans laquelle les efforts de tension sont plus faibles. Ainsi, dans le cadre de ces travaux, seules les mèches de chanvre traitées (CANAPA T2) peuvent être utilisées dans les directions chaine et trame du métier à tisser. Les autres types de mèches ne peuvent être utilisées qu'en sens trame, sur les métiers à tisser manuels disponibles au laboratoire GEMTEX.






Table 2-9: Propriétés mécaniques en traction des mèches de chanvre						
	Ténacité à rupture (cN/Tex)	Déformation à rupture (%)	Pente 1 (N)	Pente 2 (N)		
CANAPA ST3	$9,31 \pm 1,42$	$1,\!82\pm0,\!08$	$12,\!81\pm1,\!33$	$20{,}01\pm2{,}86$		
CANAPA T2	$24,36 \pm 2,12$	$5,16 \pm 2,41$	$4{,}70\pm1{,}14$	$16,\!81 \pm 1,\!14$		
CANAPA PSE	$7,4 \pm 1,3$	$1{,}97 \pm 0{,}01$	$9{,}02\pm0{,}77$	$17,\!74 \pm 1,\!32$		
CANAPA PAE	13,61 ± 1,59	$2,\!65\pm0,\!02$	$9{,}48 \pm 0{,}67$	$19,\!78\pm0,\!93$		
CANAPA CAT	$7{,}67 \pm 1{,}09$	$2,\!15\pm0,\!05$	$9{,}83 \pm 1{,}55$	$14,\!23 \pm 1,\!15$		

# 3 Amélioration des propriétés des mèches de chanvre

Les traitements chimiques sont souvent la première solution utilisée en textile pour améliorer les propriétés mécaniques et la tissabilité des mèches à base de fibre naturelles. Ces traitements agissent sur les constituants de la fibre et peuvent entrainer des changements dans leur microstructure et leur composition chimique. Dans le cadre des travaux d'A-C Corbin [2,6,13], un traitement chimique similaire au traitement de mercerisation (traitement à la soude) est appliqué à l'échelle industrielle sur des mèches de chanvre, ayant une faible torsion, afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques et faciliter leur tissage. Bien que ce traitement améliore la ténacité de ces mèches à l'échelle fil, son impact écologique devrait être diminué en optimisant le temps, les températures de mise en œuvre et les produits chimiques utilisés, afin d'encourager son utilisation pour les composites biosourcés. L'objectif étant donc d'utiliser des mèches faiblement retordues pour produire des renforts tissés destinés à la production de matériaux composites à propriétés optimisées. Plusieurs solutions, abordées dans le chapitre bibliographique, sont utilisées dans la littérature afin d'améliorer les propriétés mécaniques des mèches et rendre leur transformation en renforts tissés plus facile, tout en améliorant l'imprégnation à cœur des fibres naturelles. L'utilisation de fils hybrides au sein desquels la résine et les fibres sont mélangées, est une solution pour une fabrication efficace de composites thermoplastiques. Ces fils hybrides favorisent une bonne distribution de la matrice et du renfort sous une forme non fondue avant les phases de polymérisation. Ainsi, lors de la mise en œuvre du composite, l'imprégnation des fibres se fait directement par thermocompression sans avoir besoin d'injecter la résine. Ces procédés ont été choisis dans ces travaux pour améliorer les propriétés des mèches de chanvre non traitées.

## 3.1 Guipage

La technologie de guipage est la méthode retenue pour améliorer les propriétés mécaniques des mèches de chanvre afin de faciliter leur tissage en renforts textiles. Comme évoqué dans le chapitre 1, pendant ce procédé, un fil de guipage, dans ce cas un multi-filament thermoplastique, vient s'enrouler autour de la mèche de chanvre, placée en âme, pour la renforcer et augmenter sa ténacité. Le polyamide 11 a été choisi comme fil de guipage pour sa nature biosourcée et ses propriétés thermomécaniques [14]. Le fil guipé chanvre/PA11 sera utilisé en tissage pour produire des renforts hybrides (contenant la fibre et la résine) destinés à la réalisation de plaques composites par le procédé de thermocompression. Cette technologie de guipage, combine deux avantages, le premier vise à améliorer les propriétés mécaniques des mèches de chanvre, et le deuxième facilite la mise en œuvre des plaques composites par thermocompression. Des premiers développements sur des fils guipés chanvre/PA12 ont été réalisés dans le cadre des travaux d'A-C Corbin [15] afin de tester la faisabilité de cette technologie sur ces mèches.

La température de fusion du PA11 est de 178 °C [16,17]. Néanmoins, pour la mise en œuvre des plaques composites à partir des renforts hybrides chanvre/PA11, ces derniers devront être chauffés aux alentours de 200 – 220 °C pour avoir une bonne viscosité du polymère favorisant une meilleure imprégnation des fibres de chanvre. Les fibres de chanvre sont reconnues par leur faible tenue aux fortes températures. De ce fait, une analyse

thermogravimétrique (ATG) est effectuée sur les mèches de chanvre traitées et non traitées pour évaluer la dégradation thermique des fibres après un cycle thermique et conclure sur la tenue de ces mèches à la température de mise en œuvre des produits hybrides. L'analyse par ATG évalue la perte de masse de ces mèches en fonction de l'augmentation de la température. Pour les deux types de mèches, avec et sans traitement, (CANAPA T2 et CANAPA ST3), en **Figure 2-32**, les fibres commencent à perdre de l'eau dès 60°C, ensuite la dégradation des composés cellulosiques des fibres débute aux alentours de 270 °C. Cette température dépasse largement celle de mise en œuvre du composite chanvre/PA11. Ainsi, l'analyse par ATG sur les deux types de mèches est identique et montre que le traitement chimique n'impacte pas la tenue des mèches face à l'augmentation de la température.



Figure 2-32: Analyse ATG des fibres issues des mèches de chanvre

Le multi-filament PA11 a été élaboré à partir de granulés de PA11, fournis par Arkema® par filage sur un pilote de filage Spinboy® disponible au laboratoire GEMTEX. Le multi-filament obtenu a été caractérisé selon les mêmes protocoles utilisés pour les mèches de chanvre et ses propriétés textiles et mécaniques sont présentées en **Table 2-10**. Ce multi-filament a été introduit par la suite avec les mèches de chanvre sur la broche creuse de la marque Gualchieri & Gualchieri ®, selon le procédé Fantaroc, présentée en **Figure 2-33**. La mèche de chanvre est introduite verticalement par le haut de la machine et passe dans un train d'étirage, pour être ensuite introduite dans la broche par la partie centrale supérieure de la bobine sur laquelle se positionne le multi-filament de PA11. Pendant la mise en route de la machine, le multi-filament commence à s'enrouler autour de la mèche de chanvre pour la recouvrir, la comprimer et donner le fil guipé en sortie. La mèche de chanvre utilisée qui a une faible torsion (**Table 2-8**) dans le sens Z (torsion de la gauche vers la droite) est introduite verticalement et ne subit pas de torsion supplémentaire. Le but par ce guipage est de garder la torsion initiale de la mèche afin d'obtenir

une meilleure imprégnation des fibres. Les fils guipés obtenus sont ensuite caractérisés et utilisés en tissage.

Table 2-	1			
Propriétés du multi- filament	Titre (Tex)	Ténacité (cN/Tex)	Déformation à rupture (%)	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )
PA11	$111 \pm 3$	$27,\!02\pm0,\!95$	$35,02 \pm 5,43$	1,03



Figure 2-33: Broche creuse utilisée pour la production des fils guipés

Dans un premier temps, différentes combinaisons des paramètres de la broche creuse ont été testées pour produire un fil ayant les propriétés requises par le cahier des charges (ténacité supérieure à 10 cN/Tex, fraction volumique de fibres entre 40 et 60%). Les paramètres de la broche creuse ayant un impact sur ces propriétés sont :

- L'étirage : Ce paramètre impacte la masse linéique de la mèche et par conséquent celle du fil guipé. En revanche, un étirage trop conséquent peut entraîner une casse de la mèche car en l'augmentant un déboitement des fibres peut se manifester.
- La torsion : le multi-filament de guipage est enroulé autour de la mèche en fonction des paramètres de torsion entrés dans la machine. Ce réglage permet de jouer sur le taux de recouvrement du fil de guipage autour de la mèche et sur le pourcentage renfort/matrice. Un recouvrement total permettra une meilleure imprégnation de la mèche lors de l'étape de thermocompression.
- La vitesse de la broche creuse : Il faut une vitesse assez conséquente pour obtenir un bon compromis entre la vitesse de rotation de la broche et la torsion du PA11 autour de la mèche afin d'avoir un recouvrement optimal par la suite.

En tenant compte de l'influence de ces différents paramètres, trois fils guipés ont été produits en fonction du sens d'enroulement du multi-filament autour de la mèches (en S ou Z) et puis sur du taux de recouvrement par le PA11. La Table 2-11 récapitule les paramètres des trois fils produits.

Fils guipés	Fil d'âme	Fil de guipage	Torsion (Z ou S) (tours/m)	Vitesse de la broche (tours/m)	Etirage
HPA11_1			500 (Z)	5000	1,3
HPA11_2	CANAPA ST3	Multi- filament de PA11	500 (S)	5000	1,3
HPA11_3	_	17111 -	400 (Z)	5000	1,3

Table 2-11: Paramètres de fabrication des fils guipés sur la broche creu	se
--	----

#### 3.1.1 Etude des propriétés textiles des fils guipés

Les propriétés textiles des trois fils guipés produits sont présentées dans la Table 2-12. Le titre de ces fils en Tex est plus élevé que celui des mèches de chanvre seules (CANAPA ST3 Table 2-8) du fait de l'ajout du multi-filament de PA11. La pilosité quant à elle est diminuée de près de 50% car l'enroulement du multi-filament autour de la mèche de chanvre emprisonne les fibrilles présentes à la surface au cœur de la structure. Ainsi, lors de l'introduction de la mèche à travers les différents cylindres du train d'étirage de la broche creuse, certaines impuretés et fibrilles sont retirées également, ce qui est visible sur les vues microscopiques en Figure 2-34. Après guipage, les fibrilles présentes à la surface n'existent plus et le fil guipé est plus ondulé avec une section plus circulaire que celle de la mèche. Le fil guipé devient alors plus compact et homogène. Les deux premiers fils guipés (HPA11\_1 et HPA11\_2) ont des propriétés (titre, pilosité) très proches, alors que le troisième fil guipé (HPA11\_3) est légèrement plus fin que les deux premiers. L'ajout du multi-filament de PA11, conduit à une fraction volumique en chanvre proche de 40%.

	Table 2-12: Propriétés textiles des fils guipés							
Fils guipés	Titre (Tex)	Torsion (tours/m)	Pilosité (H ± sh)	Fraction massique du chanvre (%)	Fraction volumique du chanvre (%)			
HPA11_1	$512,5\pm7,1$	500	$10,05 \pm 2,86$	$47,\!83\pm0,\!65$	$38,\!57\pm0,\!72$			
HPA11_2	$502,3\pm9,5$	500	9,87 ± 1,21	$48,\!80\pm0,\!54$	$39,\!49\pm0,\!64$			
HPA11_3	494,6 ± 5,8	400	11,15 ± 1,65	$49,56 \pm 0,58$	$40,23 \pm 0,56$			

## Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches



Figure 2-34: Vue microscopique de la mèche de chanvre (a) et du fil guipé (b)

## 3.1.2 Etude des propriétés mécaniques des fils guipés

## a. Propriétés mécaniques à température ambiante des fils guipés

La Figure 2-35 montre l'allure de la courbe de traction « ténacité-déformation » du fil hybride chanvre/PA11 et de la mèche de chanvre seule. D'après cette courbe, la ténacité du fil guipé est légèrement supérieure (4%) à celle de la mèche de chanvre. Le comportement du fil hybride se caractérise par deux phases : la première phase avec un premier pic de ténacité à une déformation d'environ 3% correspondant à la rupture de la mèche de chanvre. À ce premier pic, la ténacité atteint 10 cN/Tex. Ce pic est suivi d'une longue phase de déformation avant la rupture complète du fil hybride à une déformation de 35%, identique à celle du multi-filament PA11 (Table 2-10). Cette partie de la courbe est attribuée à l'élongation du multi-filament PA11, qui reprend le relais après la rupture de la mèche et continue à s'étirer tout en comprimant la mèche de chanvre. Lors de cette augmentation de déformation, un glissement occasionnel peut se produire entre les filaments de PA11 et la mèche de chanvre cassée, et donc les filaments peuvent être étirés de manière inégale, conduisant à des ruptures qui se traduisent par des fluctuations sur la courbe. Un zoom sur la première zone de faibles déformations est illustré également en Figure 2-35. La pente de la mèche de chanvre CANAPA ST3 est légèrement plus élevée (13% pour le second module) par rapport à celle du fil guipé chanvre/PA11.

L'ajout du multi-filament PA11 par enroulement à la mèche n'a pas induit une augmentation significative de la ténacité et de la rigidité de la mèche. Ainsi, même si le fil hybride n'a pas atteint la ténacité requise pour le tissage, qui est de 15 cN/Tex, il peut être tissé car l'ajout de PA11 pendant le procédé de guipage augmente la cohésion inter-fibres et protège des dommages lors du procédé de tissage.





Figure 2-35: Courbe moyenne de traction du fil guipé et de la mèche de chanvre seule

Le comportement à la traction des trois fils guipés est présenté en **Figure 2-36** et l'ensemble des propriétés en **Table 2-13**. Le fil guipé HPA11\_2 présente une ténacité supérieure à la ténacité des deux autres fils guipés et son comportement se caractérise par une rupture nette du fil, contrairement à la rupture des deux autres fils guipés qui est progressive. Le fil guipé HPA11\_2 est fabriqué avec les mêmes paramètres de production dans la broche creuse (**Table 2-11**) que le fil guipé HPA11\_1 et la seule différence entre les deux est au niveau du sens de l'enroulement du multi-filament autour de la mèche de chanvre. Etant donnée que la mèche de chanvre est initialement tordue en sens Z, pendant la fabrication du fil guipé HPA11\_2, le multi-filament est introduit en sens S pour produire un fil guipé tordu en Z et donc cette torsion se rajoute à la torsion initiale de la mèche ce qui tord la mèche davantage et augmente sa ténacité.



Figure 2-36: Courbes moyennes en traction des trois fils guipés fabriqués

	Table 2-13: Propriétés mécaniques en traction des fils guipés						
	Ténacité du premier pic (cN/Tex)	Déformation au premier pic (%)	Pente 1 (N)	Pente 2 (N)			
HPA11_1	$9,76 \pm 1,09$	$3,5 \pm 0,1$	$11,\!84 \pm 1,\!12$	$17,\!67\pm1,\!15$			
HPA11_2	$14,78 \pm 1,22$	$6{,}99 \pm 0{,}02$	$5{,}55\pm0{,}58$	$11,\!66\pm0,\!71$			
HPA11_3	$7,\!79\pm1,\!49$	$4{,}67 \pm 0{,}01$	$7{,}31\pm0{,}88$	$10,14 \pm 1,35$			

## b. Propriétés mécaniques à chaud des fils guipés

Le comportement en traction du fil guipé HPA11\_1 à différentes températures est illustré dans la Figure 2-37. Les essais de traction pour les différentes températures ont été effectués à la même vitesse d'essai de 100 mm/min. En fonction de la température, les résultats obtenus peuvent être divisés en trois groupes, d'une part autour de la transition vitreuse du PA11 qui est proche de 45°C (T=50°C), au-dessus de la transition vitreuse (T=100°C) et enfin, en dessous de la température de fusion qui est de 185°C (T=150°C). La première phase des différentes courbes aux températures étudiées diffère de celle du comportement à température ambiante, de même que la seconde phase. Cette différence est plus marquante pour les fils testés à 50°C. En revanche, les courbes obtenues à T=100°C et 150°C montrent des tendances presque similaires pour la première et la seconde phase. Par conséquent, le comportement à la traction de ces fils dépend fortement du réglage de la température. Lorsque la température est augmentée à 50°C (transition vitreuse), la ténacité du fil guipé, au premier pic, diminue en raison de la modification du multi-filament autour de la mèche de chanvre, qui devient plus mou en passant la température de transition. Au fur et à mesure que la température augmente (mais elle est encore loin de la température de fusion), les filaments de PA11 continuent à glisser autour de la mèche de chanvre. Ceci est dû au fait que l'adhésion entre les filaments et les fibres augmente avec la température. Cette adhésion accrue renforce le fil et augmente sa ténacité. Ensuite, à T=150°C, la ténacité maximale de la première phase diminue de manière significative car la

température se rapproche de la température de fusion, ce qui affecte fortement la structure du fil hybride.



Figure 2-37: Comportement en traction à chaud du Fil Guipé 1 à différentes températures

### 3.2 mélange intime

La troisième méthode utilisée pour améliorer l'imprégnation des mèches de chanvre est la réalisation d'un mélange intime à l'échelle fibres des deux constituants, fibre et matrice. Ce mélange intime est effectué dans cette étude à partir des rubans de chanvre et de l'acide polylactique (PLA). Ce polymère est choisi pour sa disponibilité sous forme de ruban, pour ses propriétés prometteuses et pour sa biodégradabilité. Après avoir préparé la proportion désirée des deux constituants dans les mélanges (60% en masse chanvre – 40% en masse de PLA pour le fil 1 et 50% chanvre-50% PLA pour le fil 2). Ces rubans sont introduits au niveau de la machine Gills, Figure 2-38, en subissant deux passages d'étirage afin d'affiner le mélange et d'obtenir une meilleure distribution des deux matières et avoir un mélange homogène des deux constituants. Le ruban est ensuite introduit dans la broche creuse verticalement de la même façon que le processus utilisé dans le paragraphe 3.1 précédent avec la mèche de chanvre. Un multi-filament de PLA de 100 dTex est utilisé comme fil de guipage pour donner de la cohésion au ruban et améliorer sa tenue mécanique en vue de son utilisation en tissage. La Figure 2-39 illustre l'état initial des rubans avant le mélange et le ruban mélangé obtenu après chaque passage sur la machine Gills. L'étude de B. Baghaei [18] est, à notre connaissance, la seule avant étudiée le mélange chanvre/PLA en développant un fil hybride. Il a été montré que l'augmentation de la proportion des fibres dans le mélange améliore les propriétés mécaniques à l'échelle composite. Ainsi, l'augmentation de la densité de guipage (torsion) de 150 tours/m à 250 tours/m permet un ajout de PLA et améliore les propriétés mécaniques des composites. Dans ces travaux cette densité est fixée à 200 tours/m pour apporter la cohésion au ruban et augmenter sa résistance tout en se rapprochant des proportions fibres souhaitées.

Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches



Figure 2-38: Techniques utilisées pour la préparation du mélange chanvre/PLA



Figure 2-39: Aspect visuel du mélange chanvre/PLA après les différents passages sur le Gills

#### 3.2.1 Propriétés textiles des fils guipés obtenus par mélange intime

Les propriétés textiles des deux fils réalisés par mélange intime du chanvre et du PLA, notés HPLA\_1 et 2 sont présentées en **Table 2-14**. Les fils obtenus présentent un titre en Tex plus élevé que celui des fils guipés chanvre/PA11 (**Table 2-12**). Lors du guipage, l'étirage maximal appliqué sur les rubans était de 5 et au-delà de cette valeur les fibres se déboitent et génèrent une décohésion de l'ensemble.

Table 2-14: Propriétés textiles des fils chanvre/PLA						
	Titre (Tex)	Torsion (tours/m)	Fraction massique en chanvre (%)	Fraction volumique du chanvre (%)		
Fil HPLA_1	$562,4 \pm 37,15$	200	68	58,7		
Fil HPLA_2	557 ± 16	200	48	39		

### 3.2.2 Propriétés mécaniques des fils guipés obtenus par mélange intime

Les propriétés mécaniques des deux fils réalisés par mélange intime du chanvre et du PLA, notés HPLA 1 et 2 sont présentées en Table 2-15. Le fil obtenu par mélange intime présente une ténacité à rupture faible par rapport à la valeur requise lors du procédé de tissage Cette faible ténacité est due à l'utilisation, en âme, d'un mélange de ruban de chanvre/PLA qui est de faible résistance mécanique mais qui a augmenté le titre, et donc la tenue globale du fil est assurée par le multi-filament de PLA enroulé autour de ce ruban pour lui augmenter la cohésion inter-fibres et sa résistance. Toutefois, cette ténacité est proche de celle de 2 des trois fils guipés (HPA11\_1 et HPA11\_3), Table 2-13, réalisés à partir de mèches de chanvre et ayant subi une torsion par le PA11 (500 et 400 t/m) deux fois plus importante. Par contre, la déformation à la rupture de ces fils est très importante par rapport à celle des fils chanvre/PA11 (Table 2-13) même si la déformation à rupture du PLA (17%) est plus basse que celle du PA11 (35%). La Figure 2-40 montres les vues microscopiques de ces deux fils hybrides et montre l'influence d'une faible torsion (200 tours/m) par rapport à une torsion plus élevée (400 tours/m). En augmentant cette torsion, la structure du fil devient plus ondulée et les multifilaments de PA11 couvrent les fibres de chanvre, tandis qu'avec une faible torsion, les fibres sont moins couvertes par le multi-finalement de PLA. Ce résultat, montre un vrai potentiel pour le développement de produits hybrides à propriétés optimisées.

Table 2-15: Pro	priétés mécaniq	ues des fils	chanvre/PLA
-----------------	-----------------	--------------	-------------

Fils produits	Ténacité (cN/Tex)	Déformation à la rupture (%)
Fil HPLA 1	8,39 ± 1,57	$15,13 \pm 2,08$
Fil HPLA 2	$5,13 \pm 0,91$	$19,31 \pm 0,04$

Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches



Figure 2-40: Vue microscopique du fil guipé chanvre/PLA (a) et le fil guipé chanvre/PA11 (b)

## 4 Tissabilité des mèches de chanvre

## 4.1 Tissage des mèches de chanvre

Le tissage des mèches de chanvre est effectué au sein du laboratoire GEMTEX, sur des métiers manuels (métier à tisser LECLERC) ainsi que sur des métiers automatiques (métier à tisser Dornier) pour certaines structures tissées. L'objectif de ces travaux est d'étudier la tissabilité des mèches de chanvre. Les travaux d'A-C Corbin [2], sur les mèches de chanvre ont montré la faisabilité de passer ces matières sur les métiers manuels de tissage ainsi que sur les métiers industriels du partenaire LCN. Dans les travaux d'A-C Corbin [19], un premier tissu quasi-unidirectionnel (Quasi-UD) (noté QUD1 en Table 2-16) a été élaboré en utilisant un fil retordu avant une torsion de 221 tours/m et un densité linéique de 151 Tex (avec une faible densité) en sens chaine et des mèches de chanvre traités (CANAPA T2) en sens trame (avec une forte densité dans ce sens). Le fil introduit en chaine permet de maintenir la structure et joue le rôle d'un fil de liage. Ce type de structure est fortement déséquilibré et permet de réaliser des structures avant des propriétés élevées dans la direction principale (direction trame dans ce cas). Des résultats intéressants ont été obtenus avec l'utilisation de cette structure QUASI-UD (QUD1) en comparaison avec les autres renforts réalisés [19]. De ce fait, et dans le but de réaliser des renforts textiles à propriétés avancées et à base de mèche de chanvre, le but de ces travaux est de réaliser différents renforts Quasi-UD (Table 2-16) à partir des mèches présentées dans le paragraphe 2-1. Les propriétés de ces différents renforts seront comparées à celles du renfort QUD1.

Le premier Quasi-UD (QUD4) est réalisé sur un métier manuel, avec des mèches de chanvre non traitées (CANAPA ST3) en sens trame avec une forte densité (10 fils/cm) et une proportion faible de mèche de chanvre traitée (CANAPA T2) en sens chaine (0,6 fils/cm). Ce type de structure, 100% à base de mèches de chanvre, un premier développement à l'échelle laboratoire, utilisant des mèches non traitées dans la direction principale du renfort. Ainsi, du fait de la faible ténacité de la mèche CANAPA ST3 et de sa forte pilosité, son utilisation en direction trame sur le métier manuel permet de minimiser le nombre des casses lors de son insertion. Une deuxième structure Quasi-UD nommée QUD5, est réalisée de la même façon sur le métier manuel, en utilisant les mèches cardées (CANAPA CAT) dans les deux directions. Le tissage de ces mèches était par contre plus long et fastidieux par rapport à la première structure (QUD4) et a entrainé plus de casses. Pour augmenter la cadence de production de ces structures et minimiser le nombre des casses, il a été choisi de passer sur un métier automatique (Figure 2-41), où il a fallu placer des bobinots sur un cantre à l'arrière du métier afin de minimiser au maximum la tension sur les fils, à la place de l'utilisation d'une ensouple qui contient tous les fils de chaine. A l'inverse du métier manuel, sur le métier automatique, des épingles et un capteur de détection des casses des mèches sont présents pour repérer la position des mèches (haute ou basse) et l'état du fil (cassé ou tendu).



Figure 2-41: Etapes de production des structures quasi-unidirectionnelle sur le métier automatique

En passant sur le métier automatique, une troisième structure Quasi-UD (QUD6) est réalisée en utilisant les mèches cardées (CANAPA CAT) afin de comparer l'influence du métier sur les propriétés du renfort Quasi-UD. Ensuite, d'autres structures à base des mèches peignées sans encollage et avec encollage ont été réalisées (QUD7 et QUD8). Ces structures ont été élaborées en maintenant la même densité chaine (0,6 fils/cm) et trame (18 fils/cm). Toutes les structures ont été produites avec la même armure toile.

Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches

Renforts	Fils de chaine	Fils de trame	Type de fil de chaine	Type de fil de trame	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)	Type du métier
QUD 4	CANAPA T2	CANAPA ST3	Mèche traitée	Mèche sans traitement	0,6	10	Manuel
QUD 5	CANAPA CAT	CANAPA CAT	Mèche cardée	Mèche cardée	0,6	18	Manuel
QUD 6	CANAPA CAT	CANAPA CAT	Mèche cardée	Mèche cardée	0,6	18	Automatique
QUD 7	CANAPA PAE	CANAPA CAT	Mèche peignée avec encollage	Mèche cardée	0,6	18	Automatique
QUD 8	CANAPA PSE	CANAPA CAT	Mèche peignée sans encollage	Mèche cardée	0,6	18	Automatique
QUD9	CANAPA PSE	CANAPA PSE	Mèche peignée sans encollage	Mèche peignée sans encollage	0,6	18	Automatique

Table 2-16: Caractéristiques des structures QUASI-UD fabriquées par tissage

## 4.2 Tissage des fils guipés

Le tissage des fils guipés (chanvre/PA11) ainsi que les fils obtenus par mélange intime (chanvre/PLA) est effectué sur un métier manuel (métier LECLERC), illustré en **Figure 2-42**. A partir des fils guipés présentés dans le paragraphe 3-1 et 3-2, la préparation du métier à tisser est effectuée afin de tisser différentes structures textiles. Les caractéristiques des différentes structures tissées au laboratoire sont données en **Table 2-17**. Le choix des paramètres de production (en termes du type d'armure et densités fils) est basé sur l'étude d'A-C Corbin [15]. Les premières armures choisies sont une armure sergé 6 et satin 6 afin d'étudier l'influence du type d'armure sur les propriétés des renforts. Avec ces armures, des tissus équilibrés et déséquilibrés ont été réalisés. Le but initial était de réaliser des structures plutôt équilibrées avec une faible densités (6 fils/cm) afin d'avoir des structures plus légères et adaptées aux applications composites.

Armure	Fils de chaine	Fils de trame	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)
Sergé 6 Satin 6	HPA11_1	HPA11_1	6 6,4	10 6
Sergé 6	HPA11_2	HPA11_2	6	10
Satin 6 Natté 3	HPA11_3	HPA11_3	6,7 6,3	6,4 6,3
Satin 6	Fil HPLA_1	Fil HPLA_1	6,6	6,6
Satin 6	Fil HPLA_2	Fil HPLA_2	5,8	5

Table 2-17: Caractéristiques des renforts textiles fabriqués à partir des fils guipés

Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches



Figure 2-42: Etapes de fabrication des fils guipés sur métier à tisser manuel

Dans ce chapitre consacré à l'échelle des mèches, les structures tissées ont été présentées pour introduire les impacts du procédé de tissage sur les mèches. Les caractérisations textiles et mécaniques de ces renforts (Table 2-16 et Table 2-17) feront l'objet du chapitre 3.

# 5 Impact du procédé de tissage sur les propriétés des mèches de chanvre

La préparation du métier à tisser qu'il soit manuel ou automatique, nécessite plusieurs étapes de préparation (ourdissage, rentrage, etc...) où les fils/mèches à tisser subissent des sollicitations de différentes natures pouvant dégrader leurs propriétés et impacter les propriétés de la structure tissée. L'influence du procédé de tissage sur les propriétés textiles (titre et torsion) et mécaniques (ténacité à rupture) des mèches de chanvre est analysée dans ces travaux en comparant les propriétés avant tissage (en bleu, dans les graphes) avec les propriétés après tissage (en vert dans les graphes) pour lesquelles les mèches sont extraites des renforts. Les structures pour lesquelles les mèches sont extraites et caractérisées sont données en Table 2-18 avec leurs caractéristiques. Pour les structures Quasi-UD, seules les mèches insérées dans la direction trame (direction principale du renfort) sont analysées. Pour les renforts hybrides à base des fils guipés chanvre/PA11, les fils sont extraits des deux directions, chaine et trame. Tandis que pour les renforts à base de fils chanvre/PLA, les propriétés après tissage n'ont pas été caractérisées en raison des quantités de matière insuffisantes. Les caractéristiques des différentes mèches après tissage ont été mesurées en suivant les mêmes protocoles utilisés avant tissage.

Table 2-18: Présentation des caractéristiques des renforts tissés dans ces travaux						
Renforts tissés	Fils de chaine	Fils de trame	Armure	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)	Type de métier
QUD 4	CANAPA T2	CANAPA ST3	Toile	0,6	10	Manuel
QUD 5	CANAPA CAT	CANAPA CAT	Toile	0,6	18	
QUD 6	CANAPA CAT	CANAPA CAT	Toile	0,6	18	- 
QUD 7	CANAPA PAE	CANAPA CAT	Toile	0,6	18	Automatique
QUD 8	CANAPA PSE	CANAPA CAT	Toile	0,6	18	
F1_HPA11_1	HPA11_1	HPA11_1	Sergé 6	6	10	
F2_HPA11_1	HPA11_1	HPA11_1	Satin 6	6,4	6	-
F3_HPA11_2	HPA11_2	HPA11_2	Satin 6	6	10	Manuel
F4_HPA11_3	HPA11_3	HPA11_3	Satin 6	6,7	6,4	
F5_HPA11_3	HPA11_3	HPA11_3	Natté	6,3	6,3	_

## 5.1 Impact sur les propriétés textiles

L'impact du procédé de tissage, sur métiers manuels et automatiques, sur les propriétés textiles est illustré dans la Figure 2-43 et Figure 2-44 pour le titre des mèches de chanvre et des fils guipés et dans la Figure 2-45 pour la torsion des seules mèches de chanvre, car la torsion des fils guipés ne varie pas pendant le tissage. Le titre et la torsion des mèches utilisées en sens chaine des structures Quasi-UD ne sont également pas étudiés car ces mèches étant en densité très faibles, leurs extractions entrainent la détérioration des renforts pour obtenir la quantité suffisante pour cette caractérisation. L'histogramme de la Figure 2-43 montre l'évolution du titre des mèches de chanvre utilisées dans la direction trame des structures Quasi-UD avant et après tissage. Le titre de ces différentes mèches est légèrement modifié après tissage et surtout lors du tissage automatique. Lors du tissage automatique, l'insertion de la mèche en trame se fait directement à partir de la bobine qui traverse différents éléments de la machine. Cette mèche subit alors des frottements lors de son passage contribuant à la perte de certaines fibrilles présentes à la surface, et donc à la perte de masse. Tandis que, lors du tissage manuel, l'insertion de la trame se fait manuellement en utilisant une navette, et lors de la préparation de cette navette, les mèches sont tout d'abord enroulées sur une canette, et peuvent alors subir des frottements. Pour les fils guipés (Figure 2-44), les deux fils guipés (HPA11\_1 et HPA11\_2) ne montrent pas de modification significative de leur titre, contrairement au fil HPA11\_3 dont le titre diminue. La comparaison des valeurs de torsion mesurées avant et après tissage (Figure 2-45) pour les mèches de chanvre utilisées en sens trame montre une diminution de la torsion après tissage pour les mèches tissées sur métier manuel. Ceci est dû majoritairement à la détorsion des mèches lors de la préparation de la canette. La mèche est dévidée de la bobine par un mouvement circulaire et enroulée ensuite sur la canette ce qui peut entrainer une diminution de la torsion.





Figure 2-43: Evolution du titre des mèches de chanvre pendant le tissage







Figure 2-45: Evolution de la torsion des mèches de chanvre pendant le tissage

## 5.2 Impact sur les propriétés mécaniques

Après tissage, les mèches de chanvre ainsi que les fils guipés ayant servi au tissage des différentes structures textiles, ont été retirés de ces structures afin d'évaluer leurs propriétés mécaniques en termes de ténacité après tissage et de la comparer avec celle obtenu avant tissage.

La ténacité à rupture avant et après tissage est présentée en **Figure 2-46** pour les mèches de chanvre et en **Figure 2-47** pour les fils guipés. Les mèches utilisées dans la direction trame des structures quasi-unidirectionnelles montrent une perte de ténacité à rupture plus marquée pour les structures élaborées sur métier manuel que pour celles réalisées sur métier automatique. Deux phénomènes peuvent être à l'origine de cette dégradation. D'une part, sur un métier manuel, la préparation de la navette servant à l'insertion de la trame, engendre une détorsion de la mèche et donc une décohésion entre les fibres et par conséquence une diminution de la ténacité. D'autre part, lors du rabattage du peigne pour former le tissu, les mèches frottent davantage entre elles, ce frottement fragilise la structure de ces mèches et dégrade leurs propriétés mécaniques.

La ténacité des fils guipés après tissage est mesurée pour chaque fil, en sens chaine et trame de chaque structure textile (**Figure 2-47**). Les valeurs de cette ténacité sont quasiment similaires, avant et après tissage, pour le fil HPA11\_1 utilisé dans la structure sergé 6 et satin 6, en prenant en compte l'écart type moyen. Le guipage appliqué aux mèches de chanvre permet bien de les protéger des dégradations lors du procédé de tissage. Le fil HPA11\_3 utilisé dans les structures satin 6 et Natté présente une ténacité à rupture inférieure à celle mesurée avant tissage. Ce fil est caractérisé par un taux de recouvrement en PA11 légèrement inférieure par rapport aux deux autres fils. Cette différence laisse supposer que la mèche à cœur est moins protégée et que la cohésion inter-fibres au sein de la structure est moins importante.





Figure 2-46: Evolution de la ténacité des mèches de chanvre pendant le tissage



Figure 2-47: Evolution de la ténacité des fils guipés pendant le tissage

# 6 Etude des propriétés des fibres de chanvre

## 6.1 Préparation des éprouvettes

La confédération Européenne du lin et du chanvre CELC a développé la méthode de l'« Impregnated Fibre Bundle Test » pour déterminer les propriétés des fibres, et dont le principe a été présenté dans le chapitre d'état de l'art. Ces essais sont réalisés à partir des mèches de chanvre de cette étude (Table 2-8), en utilisant le moule présenté dans la Figure 2-48 où 5 éprouvettes de 250 mm de longueur, 10 mm de largeur et 2 mm d'épaisseur sont fabriquées avec un volume des fibres visé de 50%. Le nombre de mèches de 250 mm nécessaire pour remplir ce volume est calculé pour chaque type de matière. Le volume total d'une éprouvette est de 5000 mm<sup>3</sup>. La masse des fibres à incorporer dans chaque éprouvette est de 3,76 g. Ainsi, le nombre des mèches coupées à une longueur de 250 mm pour chaque éprouvette est de 50 mèches. La quantité de la résine nécessaire pour compléter le volume de l'éprouvette est de 2,5 mL. Cette résine est introduite lors de la mise en œuvre de ces éprouvettes à l'aide d'une seringue. Entre 5 ml et 10 ml de résine sont introduits afin d'assurer une bonne imprégnation des mèches de chanvre, et le surplus de résine débordera du moule lors de son passage dans la presse chauffante pour la polymérisation de la résine. La résine GreenPoxy56 associée au durcisseur SD SurfClear, disponibles chez Sicomin®, avec un rapport de 100g de résine pour 37g de durcisseur est utilisée pour l'imprégnation des mèches de chanvre.

Avant la préparation du moule, les mèches de chanvre ont été conditionnées à une température de  $20 \pm 2^{\circ}$ C et une humidité relative HR% de  $65 \pm 2\%$ %. Ensuite, le moule a été préparé en insérant un morceau de bâche. Pour chaque éprouvette, environ 2 mL de résine sont d'abord déposés sur la bâche puis la moitié de la quantité des mèches est introduite. La résine est ajoutée pour recouvrir ces mèches, puis le reste des mèches a été déposé ainsi que le reste de la résine pour imprégner l'ensemble. Des morceaux de non-tissés sont ajoutés aux extrémités de chaque éprouvette pour absorber l'excès de la résine. La bâche est fermée et une barre métallique est déposée sur chaque éprouvette pour fermer le moule et augmenter la surface de contact avec la presse. Ensuite, un morceau de non-tissé d'absorption et un morceau de papier téflon, sont déposés sur le dessus du moule pour limiter le contact direct avec les plaques de la presse, et la résine susceptible de couler.

Le moule est ensuite introduit dans une presse chauffante de la marque DOLOUETS® à 60°C et sous une pression de 10 bars, pour avoir une pression de 2 bars sur chaque éprouvette. Le moule est maintenu 8h sous presse puis passé dans l'étuve, de la marque MEMMERT®, pour la post-polymérisation à 60°C et pendant 16h. Les éprouvettes sont ensuite sorties de l'étuve pour être démoulées, pesées et mesurées afin de calculer leurs compositions volumiques en fibres, matrice et porosités puis être conditionnées à une température de  $20 \pm 2^{\circ}$ C pendant une semaine. Après conditionnement, des essais de traction sont réalisés à température ambiante sur un banc de traction INSTRON® 5985, à une vitesse de 1 mm/min et une longueur de jauge de 150 mm. Un extensomètre, avec une jauge de 50 mm est utilisé pour mesurer la déformation axiale de l'éprouvette.

Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches



Figure 2-48: Moule IFBT contenant les éprouvettes composites

## 6.2 Détermination de la fraction volumique et la porosité des éprouvettes IFBT

Les fractions volumiques de fibres, matrices et porosités, dans chaque éprouvette, sont déterminées en utilisant les équations respectivement (2-1 à 2-3).

$$v_f = \frac{m_f}{\rho_f \times V_c} \tag{2-1}$$

$$w_f = \frac{m_f}{m_c}$$

$$\nu_m = \left(1 - w_f\right) \times \frac{\rho_c}{\rho_m} \tag{2-2}$$

$$\nu_p = 1 - \nu_f - \nu_m \tag{2-3}$$

Avec : 
$$v_f$$
 : Fraction volumique de fibres  
 $w_f$ : Fraction massique de fibres  
 $v_m$ : Fraction volumique de matrice  
 $v_p$ : Fraction volumique de porosité  
 $V_c$  : volume de composite [cm<sup>3</sup>]  
 $m_f$  : masse de fibres [g]  
 $m_c$  : masse de l'éprouvette composite [g]  
 $\rho_f$  : masse volumique des fibres [g.cm<sup>-3</sup>]  
 $\rho_m$  : masse volumique de la matrice [g.cm<sup>-3</sup>]  
 $\rho_c$  : masse volumique de l'éprouvette composite [g.cm<sup>-3</sup>]

La masse volumique des fibres considérée pour le calcul de ces fraction volumique est de  $\rho_f = 1,504 \ g. \ cm^{-3}$  [20–22], et la masse volumique de la matrice (mélange résine GreenPoxy56 et durcisseur SD SurfClear) est égale à  $\rho_m = 1,16 \ g. \ cm^{-3}$ .

#### 6.3 Détermination des propriétés des fibres par les différentes lois de mélange

A partir des propriétés obtenues par les essais de traction sur les éprouvettes composites IFBT, les propriétés des fibres de chanvre sont déduites par calcul inverse des différentes lois de mélange. Les modules des fibres au sein des différents types de mèches sont calculés tout d'abord en utilisant la loi classique présentée en équation (2-4). Pour chaque type de matière, deux modules sont calculés dans deux gammes de déformation (E1 entre 0,01% à 0,1% et E2 entre 0,3% à 0,5%). La réponse en traction d'une éprouvette composite est présentée dans la **Figure 2-49**. La courbe « contrainte – déformation » d'une éprouvette IFBT met en évidence le comportement biphasique [23] caractérisant les composites à base de fibres naturelles et qui se traduit par les deux modules présentés sur la courbe.



Figure 2-49: Comportement en traction d'une éprouvette composite fabriquée par IFBT

$$E_c = \nu_f E_f + (1 - \nu_f) E_m$$
(2-4)

## Avec : $E_c$ : module du composite [GPa] $E_f$ : module des fibres [GPa] $E_m$ : module de la matrice [GPa]

La première loi de mélange classique (Eq. 2-4) considère les fractions volumiques de fibres, de matrice, ainsi que les modules des fibres et de la matrice en supposant que le taux de porosités dans les éprouvettes IFBT est nul et que les fibres sont alignées au sein des éprouvettes. Une deuxième loi des mélanges, dite « modifiée » est utilisée pour prendre en considération cette porosité (Eq. 2-5).

$$E_c = \left(E_f \nu_f + E_m (1 - \nu_f)\right) \left(1 - \nu_p\right)^n \tag{2-5}$$

Avec : n : facteur de porosité

Le facteur de porosité n prend en compte l'effet de concentration de contrainte issue de la présence de porosités dans l'échantillon. B. Madsen [24,25] montre dans ces travaux qu'un coefficient n égal à 2 pour les composites renforcés de fibres naturelles, longues, donne des résultats proches des résultats expérimentaux. Par la suite, cette valeur sera considérée dans le calcul des modules des fibres.

Un troisième modèle de la loi des mélanges est également considéré, pour prendre en considération les caractéristiques des fibres au sein des éprouvettes IFBT (orientation et longueur des fibres). L'équation de cette loi des mélanges modifiée (Eq. 2-5) dépend d'un coefficient de longueur des fibres  $\eta_1$ , d'un coefficient d'orientation des fibres  $\eta_0$  et du taux de porosités.

$$E_{c} = \left(\eta_{0}\eta_{1}E_{f}\nu_{f} + E_{m}(1-\nu_{f})\right)\left(1-\nu_{p}\right)^{n}$$
(2-5)

Avec :  $\eta_0$  : facteur d'orientation des fibres  $\eta_1$  : facteur de longueur des fibres n : facteur de porosité

Le facteur de longueur des fibres  $\eta_1$  est calculé par l'équation (1-6) selon le modèle développé par Cox [26], en supposant que les fibres sont soumises à une charge selon leur axe longitudinal et que la contrainte élastique est transférée entre les fibres et la matrice. Ce facteur est relié au rapport d'aspect des fibres (longueur/diamètre). Les fibres naturelles se caractérisent par un rapport supérieur à 50, dans ce cas, ce facteur peut être considéré comme constant et égal à 1.

$$\eta_1 = 2 \frac{L}{D} \sqrt{\frac{G_m}{E_f \ln\left(\frac{k}{\nu_f}\right)}}$$
(2-6)

Avec: L: longueur des fibres [m]
 D: diamètre des fibres [m]
 G<sub>m</sub>: module de cisaillement de la matrice
 k: constante liée à la compaction des fibres présentée dans [27]

Le facteur d'orientation des fibres  $\eta_0$  permet de prendre en considération la torsion des fils utilisés. L'équation (1-7) est utilisée pour déterminer ce facteur.

$$\eta_0 = \cos^2(2\alpha)$$

Avec :  $\alpha$  : angle de torsion de surface des fibres

$$\eta_0 = \cos^2(2\tan^{-1}(2\pi rT)) \tag{2-7}$$

Avec : r : rayon du fil [m] T : torsion du fil [tours/m]

# 7 Analyse des résultats obtenus par l'IFBT

Les essais d'IFBT ont été effectués sur les mèches de chanvre présentées dans la Table 2-8 afin de comparer les propriétés des fibres de chaque matière et d'étudier l'influence de certains paramètres de l'échelle mèche (torsion, porosité, traitement chimique, etc...) sur ces propriétés des fibres. Les fractions volumiques de fibres, matrices et porosités, déterminées à l'aide des équations (2-1), (2-2) et (2-3), des différentes éprouvettes IFBT réalisées pour chaque type de mèches sont données en Table 2-19. Les fractions volumiques de ces mèches sont comprises entre 47 et 50%. Ces fractions sont proches de la cible souhaitée de 50%. Le volume de porosité est compris entre 2 - 5%. Dans l'étude d'A-C Corbin [2], il a été montré que ce taux de porosité augmente avec l'augmentation de la torsion appliquée aux mèches alors que dans ces travaux ce lien entre le taux de porosité et la torsion n'est pas remarqué.

Table 2-19: Composition des eprouvettes IFB1			
Mèches de chanvre	Fraction volumique de la fibre Vf (%)	Fraction volumique de la matrice (%)	Fraction volumique de la porosité (%)
CANAPAST3	$48,5 \pm 1,2$	$48,3 \pm 1,1$	$3,2 \pm 1,3$
CANAPAT2	$47,1 \pm 1,8$	$48,2 \pm 2,2$	$4,7 \pm 1,9$
CANAPA PSE	50,61 ± 3,34	$47,12 \pm 3,69$	5 ± 2
CANAPA PAE	$47,83 \pm 2,44$	$48,55 \pm 3,63$	$3,62 \pm 1,62$
CANAPA CAT	$49,05 \pm 1,41$	$45,93 \pm 2,92$	5 ± 2

**T** 11 **A** 10 **C** ...

La principale propriété mécanique étudiée dans la méthode IFBT est le module en traction. Ce module est déterminé à partir des essais de traction effectués sur les éprouvettes IFBT et utilisé dans les équations présentées dans le paragraphe précédent pour en déduire les modules des fibres au sein des mèches de chanvre. La Table 2-20 donne, à l'échelle composite, les deux modules  $E_{c1}$  calculé dans l'intervalle de déformation entre 0 et 0.1% et  $E_{c2}$  calculé dans l'intervalle de déformation entre 0,3 et 0,5%. Les modules des fibres de chanvre sont ensuite calculés par la loi de mélanges inverse selon les différents modèles présentés précédemment. Ces résultats montrent que les propriétés des composites à base des mèches peignées sans encollage, avec encollage et les mèches cardées sont proches (pour les deux modules) et sont légèrement supérieures (pour le premier module) à celles de mèches peignées traitées CANAPA T2. Le deuxième module est par contre supérieur pour les mèches CANAPA ST3 et CANAPA T2. Ces modules se situent dans la même gamme de ceux obtenus dans le cadre des travaux d'A-C Corbin [1]. L'encollage appliqué aux mèches n'impacte pas trop les propriétés mécaniques à l'échelle composite, et même à l'échelle fil, ce traitement a amélioré la ténacité des mèches et leurs tissabilités.

 $E_{c1}$  (0 – 0,1%) (GPa) Mèche de chanvre  $E_{c2}$  (0.3 – 0.5%) (GPa) **CANAPAST3**  $18,2 \pm 0,8$  $14,6 \pm 0,5$ **CANAPAT2**  $18 \pm 1$  $13,8 \pm 0,7$ **CANAPA PSE**  $20\pm1$  $11,63 \pm 0,73$  $19,64 \pm 0,64$ **CANAPA PAE**  $10,98 \pm 1,18$ **CANAPA CAT**  $18,\!79\pm0,\!95$  $10,36 \pm 0,54$ 

Table 2-20: Modules des éprouvettes composites à base des différentes mèches de chanvre

Les modules des fibres calculés à partir des différentes lois des mélanges sont données dans les **Table 2-21** à **2-24**. A partir de la loi des mélanges classique (Eq. 2-4), sans prise en compte de la porosité ou de la torsion les valeurs sont données dans la **Table 2-21**. Le module  $E_{f1}$  est relativement supérieur au second module  $E_{f2}$  et ceci est dû à la structure interne des fibres de chanvre qui deviennent fragiles avec l'augmentation de la déformation. Dans l'ensemble, le module des fibres calculé par la méthode inverse, reste faible par rapport à la gamme des modules trouvée dans la littérature [22,23,28,29], et cela met en évidence l'influence des propriétés des mèches en termes de torsion sur les modules des fibres. Les modules des fibres au sein des mèches peignées sans encollage et avec encollage sont quasiment identiques. Cependant, dans la littérature l'application des traitements aux fibres naturelles impactent les propriétés des fibres [30–32]. Néanmoins, le traitement appliqué sur les mèches cANAPA T2 n'a pas diminué pour autant leur module. Le même résultat est obtenu dans le cadre des travaux d'A-C Corbin ou il a été conclu que le traitement appliqué sur les mèches de chanvre n'a pas entrainé de dégradation des propriétés des fibres.

	Equation (2-4)		
Mèche de chanvre	$E_{f1} (0 - 0,1\%) (\text{GPa})$	$E_{f2}$ (0,3 – 0,5%) (GPa)	
CANAPAST3	$34,13 \pm 2,31$	$26,7 \pm 2,7$	
CANAPAT2	$34,41 \pm 1,07$	$25,71 \pm 2,51$	
CANAPA PSE	$36,57 \pm 2,94$	$19,88 \pm 1,25$	
CANAPA PAE	$37,67 \pm 2,34$	$19,51 \pm 2,61$	
CANAPA CAT	$35,03 \pm 1,98$	$17,\!79\pm0,\!87$	

Table 2-21: Modules des fibres de chanvre obtenus par la première loi des mélanges classique

La prise en compte de la porosité dans la loi des mélanges donne les résultats présentés en **Table 2-22**. Les valeurs obtenues sont légèrement supérieures (une différence de 7% à 12%) pour les différents types de fibres, par rapport à celles obtenues avec la loi classique, et ceci pour les deux modules. La même évolution est retrouvée pour les modules obtenus avec le modèle qui prend en considération la porosité et la torsion des mèches et qui sont présentés en **Table 2-23**. Les modules obtenus avec l'équation « (2-5) avec torsion » (**Table 2-24**) sont quasiment identiques à ceux obtenus avec la loi de mélange classique. Les différences entre les valeurs des modules calculés avec les différents modèles sont peu significatives. Il est à noter également que les modules des fibres au sein des deux mèches CANAPA ST3 et CANAPA T2 sont quasiment identiques et ceci pour tous les modèles. Ceci montre que l'application du traitement n'a pas d'influence significative sur l'évolution des modules des fibres.

<i></i>			
	Equation (2-4) Avec porosité		
Mèche de chanvre	$E_{f1} (0 - 0, 1\%) (\text{GPa})$	$E_{f2} (0,3-0,5\%) (\text{GPa})$	
CANAPAST3	$36,86 \pm 2,54$	$28,94 \pm 1,94$	
CANAPAT2	$38,57 \pm 0,86$	$29 \pm 2$	
CANAPA PSE	$41,12 \pm 4,31$	$22,50 \pm 0,79$	
CANAPA PAE	$41,08 \pm 2,91$	$21,57 \pm 3,42$	
CANAPA CAT	$39,56 \pm 2,93$	$20{,}49\pm2{,}19$	

Table 2-22 : Modules des fibres de chanvre obtenus par la première loi des mélanges (2-4) avec porosité

Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches

	$\pm 10151011$		
	Equation (2-5) Avec porosité + torsion		
Mèche de chanvre	$E_{f1} (0 - 0, 1\%) (\text{GPa})$	$E_{f2} (0,3-0,5\%) (\text{GPa})$	
CANAPAST3	37,46 ± 1,61	$29,41 \pm 1,51$	
CANAPAT2	$38,9 \pm 1,05$	$29,23 \pm 1,96$	
CANAPA PSE	$42,83 \pm 4,48$	$24,24 \pm 1,53$	
CANAPA PAE	$46,84 \pm 3,32$	$24,\!26\pm3,\!45$	
CANAPA CAT	$41,20 \pm 3,05$	$21,99 \pm 1,69$	

Table 2-23 : Modules des fibres de chanvre obtenus par la loi des mélanges avec l'équation (2-5) avec porosité+ torsion

Table 2-24 : Modules des fibres de chanvre obtenus par la loi des mélanges avec l'équation (2-5) avec torsionet sans porosité

	Equation (2-5) Avec torsion		
Mèche de chanvre	$E_{f1} (0 - 0, 1\%) (\text{GPa})$	$E_{f2} (0,3-0,5\%) (\text{GPa})$	
CANAPAST3	$34,89 \pm 1,62$	$27,35 \pm 2,24$	
CANAPAT2	$35,01 \pm 0,89$	$26,25 \pm 3,51$	
CANAPA PSE	$38,23 \pm 3,08$	$20,85 \pm 1,2$	
CANAPA PAE	$43,22 \pm 2,67$	$22,52 \pm 3,04$	
CANAPA CAT	$36,80 \pm 1,02$	$18,87 \pm 1,02$	

# Conclusion

Dans ce chapitre, une analyse à l'échelle mèche des propriétés des structures fibreuses utilisées dans le cadre de ces travaux est effectuée. L'objectif initial de cette analyse est d'étudier la tissabilité de ces matières et l'influence du procédé de tissage sur leurs propriétés, mais également, de disposer de fiches techniques aux échelles mèches et fibres, par le biais des caractérisations menées.

Les matières étudiées sont des mèches de chanvre (des mèches sans traitement et des mèches avec traitement chimique) faiblement retordues dans le but d'obtenir une meilleure imprégnation à l'échelle composite. Les propriétés textiles et mécaniques de ces mèches ont été tout d'abord identifiées. Cette identification a mis en évidence la faible ténacité des mèches sans traitement et leurs fortes pilosités, et par conséquent la nécessité d'optimiser les propriétés de ces mèches. Quant aux mèches traitées, ces dernières ont été utilisées directement pendant le procédé de tissage, car les traitements appliqués permettent leur tissabilité dans les deux directions principales de tissage, chaine et trame.

Le recours à la technologie de guipage pour améliorer la tissabilité des mèches de chanvre est étudié. Pendant ce procédé, le fil de guipage qui est un multi-filament thermoplastique de PA11 est enroulé autour de la mèche de chanvre en vue d'augmenter la cohésion inter-fibres et par conséquence diminuer la pilosité de ces mèches tout en augmentant leurs ténacités. La faisabilité de ce procédé est démontrée sur les mèches de chanvre sans traitement et trois fils guipés ont été produits et caractérisés pour déterminer leurs propriétés. En raison de la nature visco-élastique du polyamide 11, une caractérisation en traction à différentes températures est effectuée sur les fils guipés afin d'étudier leurs comportements à

chaud et d'évaluer l'évolution de la ténacité avec l'augmentation de la température. Ces fils guipés ont été ensuite utilisés sur un métier manuel de tissage pour produire des renforts optimisés prêts à être transformer en composite par le procédé choisi de thermocompression.

Ensuite, le mélange intime est étudié comme solution à l'échelle fibre afin d'améliorer l'imprégnation des fibres de chanvre et la tissabilité des mèches. Le mélange intime est élaboré à partir des rubans de chanvre et de PLA sur la machine Gills avec les proportions désirées. Le passage des rubans sur le Gills a permis d'obtenir un ruban homogène avec une meilleure distribution des deux matières. Ensuite, ce ruban est passé sur la broche creuse afin de l'enrouler avec un multi-filament de PLA très fin pour lui apporter la cohésion inter-fibres, le protéger et augmenter sa ténacité en vue de l'utiliser en tissage pour produire des préformes textiles.

Dans ce chapitre, les propriétés textiles et mécaniques des différentes matières ont été étudiées après tissage et comparées à celles avant tissage pour identifier les dégradations issues de cette technologie. Le titre des différents produits est moins impacté par le procédé de tissage. En revanche, la torsion est modifiée pour les mèches produites sur métiers manuels du fait de la nécessité de préparer une canette pour l'insertion de la trame en utilisant une navette. En termes de ténacité, les fils de trame utilisés sur métier automatique n'ont pas subi de grosses dégradations. Tandis que les fils de trame utilisés sur le métier manuel ont subi une diminution de leurs ténacités, principalement lié à la modification de la torsion. Concernant les fils guipés, la ténacité de ces fils est modifiée ou non par le tissage suivant la direction et le type de l'armure tissée.

Enfin, les propriétés à l'échelle fibre des mèches sont également identifiées grâce à l'utilisation de la méthode d'IFBT. Les modules des fibres sont identifiés par l'utilisation de la loi des mélanges, classique et modifiée, afin de considérer les effets de la porosité des éprouvettes composites et la torsion des fibres. Ces caractérisations sont effectuées sur les différentes matières disponibles. Les résultats obtenus à cette échelle montrent l'influence des traitements appliqués à l'échelle mèches sur les propriétés des fibres.

De nombreuses perspectives pourront être envisagées à cette échelle. Tout d'abord, il a été montré qu'avec les mèches de chanvre non traitées, et les mèches cardées à base de fibres courtes, il est possible de réaliser des renforts quasi-unidirectionnels à la fois sur métier manuel et métier automatique à l'échelle laboratoire. Une production de telle structure à l'échelle industrielle sera à envisager afin de valider la tissabilité de ces matières et d'optimiser les paramètres de tissage en fonction de l'application finale. Les mèches cardées ont été traitées et retordues afin de faciliter leur tissage car sans traitement et torsion, leur tissage n'aurait pas été possible. Par la suite, il sera intéressant d'appliquer une faible torsion à ces mèches et d'envisager leur tissabilité sous forme de renfort quasi-unidirectionnel afin de maximiser les propriétés finales du composite. Le traitement appliqué sur les mèches de chanvre a permis de faciliter leur tissage et d'augmenter leurs propriétés à l'échelle mèche sans impacter les propriétés des fibres obtenues par la méthode d'IFBT. Ce type de traitement pourra être optimisé à l'échelle industriel pour diminuer son impact écologique mais aussi pour améliorer l'imprégnation des fibres et l'interface fibre/matrice. Le procédé de guipage sur mèche faiblement retordue pourra être optimisé par l'utilisation de mèche ayant une densité linéique faible afin de diminuer la densité de guipage et par conséquent la densité linéique du fil. La faisabilité du procédé de guipage sur un ruban obtenu par mélange intime des fibres de chanvre et des fibres thermoplastiques a été démontré et a montré un vrai potentiel pour l'obtention de fil où les fibres de chanvre gardent leur alignement. L'optimisation des mélanges au niveau du Gills et des paramètres de guipage (torsion et étirage) sera à envisager. L'utilisation d'un ruban à base de polymère biosourcé est également une piste à explorer. Finalement, l'étude de l'interface fibre/matrice pourra être envisagé à cette échelle à l'aide de tests de pull-out afin de d'évaluer la qualité de cette interface. Chapitre 2 : Etudes des propriétés des fibres de chanvre à l'échelle fibres et mèches

## **Références**

- [1] Project, SSUCHY. https://www.ssuchy.eu/project/.
- [2] A.-C. Corbin, Développement et analyse multi-échelle de renforts en chanvre pour applications biocomposites, Thèse de l'Université de Lille, juillet 2020.
- [3] AFNOR NF G07-316, Textiles Tests of yarns Determination of linear density, 1988.
- [4] AFNOR NF G07-079, Textiles Testing threads Determining the twisting of threads by untwisting/retwisting with a double re-test, 2011.
- [5] F. Omrani, Caractérisation de la variabilité des propriétés mécaniques aux échelles fils, renforts et composites à base de lin, Thèse de doctorat, Lille 1, 2017. https://www.theses.fr/2017LIL10085.
- [6] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A. Labanieh, X. Gabrion, V. Placet, Improvement of the Weavability of Natural-Fiber Reinforcement for Composite Materials Manufacture, RCMA. 29 (2019) 201–208. https://doi.org/10.18280/rcma.290403.
- [7] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, X. Gabrion, P. Malécot, V. Placet, Towards hemp fabrics for high-performance composites: Influence of weave pattern and features, Composites Part B: Engineering. 181 (2020) 107582. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107582.
- [8] AFNOR NF EN ISO 2062, Textiles Yarns from packages Determination of single-end breaking force and elongation at break using constant rate of extension (CRE) tester, 2010.
- [9] F. Omrani, P. Wang, D. Soulat, M. Ferreira, Mechanical properties of flax-fibre-reinforced preforms and composites: Influence of the type of yarns on multi-scale characterisations, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 93 (2017) 72–81. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.11.013.
- [10] J.M.F.A. Blanchard, A.J. Sobey, J.I.R. Blake, Multi-scale investigation into the mechanical behaviour of flax in yarn, cloth and laminate form, Composites Part B: Engineering. 84 (2016) 228–235. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.08.086.
- [11] S. Goutianos, T. Peijs, B. Nyström, M. Skrifvars, Development of Flax Fibre based Textile Reinforcements for Composite Applications, Applied Composite Materials. 13 (2006) 199–215. https://doi.org/10.1007/s10443-006-9010-2.
- [12] S. Goutianos, T. Peijs, The Optimisation of Flax Fibre Yarns for the Development of High-Performance Natural Fibre Composites, Advanced Composites Letters. 12 (2003) 237– 241. https://doi.org/10.1177/096369350301200602.
- [13] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, Influence of Process Parameters on Properties of Hemp Woven Reinforcements for Composite Applications: Mechanical Properties, Bias-extension Tests and Fabric Forming, Journal of Natural Fibers. 0 (2020) 1–13. https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1761925.
- [14] Guérin B. "Polyamides PA". Techniques de l'Ingénieur Ref A3360-V2, mai 1994,, https://doi.org/10.51257/a-v2-a3360.
- [15] A.-C. Corbin, M. Ferreira, A.R. Labanieh, D. Soulat, Natural fiber composite manufacture using wrapped hemp roving with PA12, Materials Today: Proceedings. 31 (2020) S329– S334. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.307.
- [16] Y. Lebaupin, Comportement à l'impact et post-impact d'un composite lin/polyamide 11 élaboré par thermocompression, Thèse de doctorat de l'ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2016. https://tel.archivesouvertes.fr/tel-01447572.
- [17] C. Gourier, Contribution à l'étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique polyamide-11 et renforcés par des fibres de lin, Thèse de l'Université de Bretagne Sud, 2016. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01445578.
- [18] B. Baghaei, M. Skrifvars, L. Berglin, Manufacture and characterisation of thermoplastic composites made from PLA/hemp co-wrapped hybrid yarn prepregs, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 50 (2013) 93–101. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.03.012.
- [19] A.-C. Corbin, B. Sala, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, V. Placet, Development of quasi-unidirectional fabrics with hemp fiber: A competitive reinforcement for composite materials, Journal of Composite Materials. 55 (2021) 551–564. https://doi.org/10.1177/0021998320954230.
- [20] A. Bourmaud, J. Beaugrand, D.U. Shah, V. Placet, C. Baley, Towards the design of highperformance plant fibre composites, Progress in Materials Science. 97 (2018) 347–408. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.05.005.
- [21] V. Sadrmanesh, Y. Chen, Bast fibres: structure, processing, properties, and applications, International Materials Reviews. 64 (2019) 381–406. https://doi.org/10.1080/09506608.2018.1501171.
- [22] J. Summerscales, N.P.J. Dissanayake, A.S. Virk, W. Hall, A review of bast fibres and their composites. Part 1 Fibres as reinforcements, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.
   41 (2010) 1329–1335. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.06.001.
- [23] F. Bensadoun, V. Ignaas, J. Baets, J. Müssig, N. Graupner, P. Davies, A. Kervoelen, C. Baley, Impregnated fibre bundle test for natural fibres used in composites, Journal of Reinforced Plastics and Composites. 36 (2017) 073168441769546. https://doi.org/10.1177/0731684417695461.
- [24] B. Madsen, A. Thygesen, H. Lilholt, Plant fibre composites-porosity and stiffness, Composites Science and Technology. 69 (2009) 1057–1069. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2009.01.016.
- [25] B. Madsen, Properties of Plant Fiber Yarn Polymer Composites: An Experimental Study, Technical University of Denmark, Kgs. Lyngby, 2004.
- [26] H. Cox, The Elasticity and Strength of Paper and Other Fibrous Materials, British Journal of Applied Physics. 3 (2002) 72. https://doi.org/10.1088/0508-3443/3/3/302.
- [27] C.L. Tucker III, E. Liang, Stiffness predictions for unidirectional short-fiber composites: Review and evaluation, Composites Science and Technology. 59 (1999) 655–671. https://doi.org/10.1016/S0266-3538(98)00120-1.
- [28] A. Bourmaud, J. Beaugrand, D.U. Shah, V. Placet, C. Baley, Towards the design of highperformance plant fibre composites, Progress in Materials Science. 97 (2018) 347–408. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.05.005.
- [29] M. Gregoire, B. Barthod-Malat, L. Labonne, P. Evon, E. De Luycker, P. Ouagne, Investigation of the potential of hemp fibre straws harvested using a combine machine for the production of technical load-bearing textiles, Industrial Crops and Products. 145 (2019). https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111988.
- [30] B. Madsen, P. Hoffmeyer, A.B. Thomsen, H. Lilholt, Hemp yarn reinforced composites I. Yarn characteristics, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 38 (2007) 2194–2203. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.06.001.
- [31] R. Sepe, F. Bollino, L. Boccarusso, F. Caputo, Influence of chemical treatments on mechanical properties of hemp fiber reinforced composites, Composites Part B: Engineering. 133 (2018) 210–217. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.09.030.
- [32] H.N. Dhakal, Z. Zhang, 3 The use of hemp fibres as reinforcements in composites, in:
   O. Faruk, M. Sain (Eds.), Biofiber Reinforcements in Composite Materials, Woodhead Publishing, 2015: pp. 86–103. https://doi.org/10.1533/9781782421276.1.86.

# Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre

## Table des matières

1 Introduction	109
2 Présentation des structures tissées	109
3 Propriétés textiles des structures tissées	112
3.1 Masse surfacique	112
3.2 Epaisseur des renforts	113
3.3 Perméabilité à l'air	115
3.4 Embuvage/retrait	117
4 Propriétés en traction des structures tissées	120
4.1 Protocole de caractérisation en traction	120
4.2 Caractérisation en traction des structures tissées	121
5 Etude des propriétés en flexion des structures tissées	127
5.1 Dispositif de caractérisation en flexion des structures tissées	127
5.2 Caractérisation en flexion des structures tissées	128
6 Etude de la mise en forme des renforts tissés	131
6.1 Le dispositif de mise en forme des tissus	131
6.2 Force maximale d'emboutissage	133
6.3 Avalement des renforts QUD	134
6.4 Défauts lors de la mise en forme	135
7 Comparaison des renforts QUD aux renforts tissés	136
7.1 Comparaison des propriétés textiles	136
7.2 Comparaison des propriétés mécaniques	140
8 Comparaison des renforts hybrides	142
8.1 Comparaison des propriétés textiles	142
8.2 Comparaison des propriétés mécaniques	145
Conclusion	147

## **1** Introduction

L'analyse de la tissabilité des mèches de chanvre a été étudiée dans le chapitre précédent. Les propriétés mécaniques de certaines mèches de chanvre ont été améliorées en utilisant deux solutions : le guipage des mèches de chanvre et la réalisation d'un mélange intime chanvre/fibres thermoplastiques plus le guipage. Ces solutions ont permis la réalisation de fils guipés ayant les propriétés requises pour le procédé de tissage. Des renforts tissés sont produits sur des métiers manuels et automatiques à l'échelle laboratoire. Le choix des paramètres de tissage (type de fils, d'armure et de densités de fils en sens chaine et trame) est effectué en se basant sur les études précédentes et sur les propriétés souhaitées pour les applications finales.

Dans ce chapitre, les renforts textiles développés sont tout d'abord présentés avec les paramètres de tissage choisis pour leurs développements. Dans un premier temps, les propriétés textiles, en termes de masse surfacique, épaisseur et perméabilité à l'air, sont étudiées, d'une part afin d'établir des fiches techniques, mais également pour les phases de mise en œuvre des composites (nombre de plis, ...). Les propriétés mécaniques en traction et en flexion de ces renforts, avant imprégnation, sont également établies et sont complétées par l'analyse de leur déformabilité à l'aide d'essais d'emboutissage sur des formes plus ou moins complexes (poinçons hémisphérique et cubique). Ce type d'essai permet de combiner différentes sollicitations mécaniques (traction, cisaillement et flexion) afin de prédire et d'analyser les défauts crées lors du préformage. Enfin, une étude comparative des propriétés textiles (masse surfacique et épaisseur) et mécaniques (effort maximal par fil et déformation à rupture) des renforts développés dans cette étude et ceux développés dans l'étude précédente d'A-C Corbin [1–3], dans le cadre du projet SSUCHY, est présentée. Cette étude, permet de conclure sur les caractéristiques de ces produits développés à base de chanvre et de conclure sur l'influence des paramètres de tissage sur leurs propriétés textiles et mécaniques.

### 2 Présentation des structures tissées

Les paramètres de tissage ainsi que les nomenclatures des différentes structures textiles développées par tissage sont récapitulés en **Table 3-25** et en **Table 3-26**. La **Table 3-25** présente les renforts quasi-unidirectionnels fabriqués à base des mèches de chanvre qui ont été présentées dans le chapitre précédent. Les renforts quasi-unidirectionnels notés QUD de 1 à 9 sont fabriqués avec le même type d'armure (toile) et les mêmes densités chaine et trame, à l'exception du renfort QUD4 où la densité trame est plus faible (10 fils/cm). Les propriétés de ces renforts sont comparées avec celles du QUD1, qui a été le premier développement de quasi-unidirectionnel à l'échelle laboratoire à base de chanvre, initié dans le cadre des travaux d'A-C Corbin [4]. A l'inverse des renforts développés dans cette étude avec des mèches de chanvre avec une faible densité et des mèches traitées en sens trame avec une forte densité (20 fils/cm). Par la suite, seules les propriétés dans la direction principale de ces tissus (direction trame) seront étudiées. Les fils en direction chaine ne sont insérés que pour maintenir la structure et lier les mèches en sens trame. Ainsi, le taux massique de fibres dans le renfort QUD1 est de 2% en sens chaine et 98% en sens trame, tandis qu'il est de 5,29% en sens chaine et 94,71% en sens

trame pour le renfort QUD4, et de 3,22% en sens chaine et 96,78% en sens trame pour les autres renforts textiles. Ce déséquilibre entre le sens chaine et trame de ces structures entraine une réduction de la consommation des fils dans chaque direction, présentée par l'embuvage en sens chaine et le retrait en sens trame.

La Table 3-26 présente les renforts hybrides produits à partir des différents fils guipés introduits également dans le chapitre précédent (Chapitre 2, Table 2-12 et Table 2-14). Les renforts nommés F HPA11 sont ceux à base de fil guipés chanvre/PA11 et les renforts F HPLA à base des fils guipés chanvre/PLA. Pour chaque fil guipé, l'objectif étant de réaliser deux renforts d'armures différentes mais ayant la même densité de fils dans chaque direction. Pour le fil guipé HPA11\_1 de chanvre/PA11, un premier renfort déséquilibré (F1\_HPA11\_1) est réalisé avec une armure sergé de 6 et un deuxième renfort équilibré (F2\_HPA11\_1) avec une armure satin de 6. Ainsi, la densité trame obtenue pour le premier renfort est de 10 fils/cm, tandis qu'elle est de 6 fils/cm pour le deuxième renfort. Cette différence est liée au tissage de ces structures sur le métier manuel, où lors du tassage des fils de trame, la force de tassage n'est pas constante. Pour le fil guipé HPA11\_2 de chanvre/PA11, seul un renfort déséquilibré (F3 HPA11 2) a été réalisé avec une armure sergé de 6 dans le but d'étudier l'influence du type de fil sur les propriétés des renforts et de les comparer avec celles du renfort F1\_HPA11\_1. Sur le même principe, le fil guipé HPA11\_3 de chanvre/PA11 a été utilisé pour produire deux renforts plutôt équilibrés (F4\_HPA11\_3) avec une armure satin de 6 et (F5\_HPA11\_3) avec une armure natté de 3. Les densités chaine et trame obtenues pour le satin 6 (F2\_HPA11\_1) sont proches de celles du satin de 6 (F5\_HPA11\_3). Enfin, pour les fils guipés à base de chanvre/PLA, deux renforts (F\_HPLA\_1 et F\_HPLA\_2) ont été développés avec une armure satin de 6 afin d'étudier l'influence du type de fil sur les propriétés mécaniques des composites. Avec l'armure sergé de 6, les renforts sont plus déséquilibrés, qu'avec les armures satin 6 et natté 3.

Structures QUASI-UD	Fils de chaine	Fils de trame	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)	Armure	Métier manuel/automatique
QUD1	Fil de chanvre retordu	CANAPA T2	0,6	20	Toile	Manuel
QUD4	CANAPA T2	CANAPA ST3	0,6	10	Toile	Manuel
QUD5	CANAPA CAT	CANAPA CAT	0,6	18	Toile	Manuel
QUD6	CANAPA CAT	CANAPA CAT	0,6	18	Toile	Automatique
QUD7	CANAPA PAE	CANAPA CAT	0,6	18	Toile	Automatique
QUD8	CANAPA PSE	CANAPA CAT	0,6	18	Toile	Automatique
QUD9	CANAPA PSE	CANAPA PSE	0,6	18	Toile	Automatique

 Table 3-25: Renforts quasi-unidirectionnels produits à base de mèches de chanvre (T=traité, P=peigné, SE=sans encollage, CA=cardé)

#### Table 3-26: Renforts hybrides à base de fils guipés Chanvre/PA11 et Chanvre/PLA

Structures Hybrides	Fils de chaine	Fils de trame	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)	Armure
F1_HPA11_1	Fil HPA11_1	Fil HPA11_1	6	10	Sergé 6
F2_HPA11_2	Fil HPA11_1	Fil HPA11_1	6,4	6	Satin 6
F3_HPA11_3	Fil HPA11_2	Fil HPA11_2	6	10	Sergé 6
F4_HPA11_4	Fil HPA11_3	Fil HPA11_3	6,7	6,4	Satin 6
F5_HPA11_5	Fil HPA11_3	Fil HPA11_3	6,3	6,3	Natté 3
F_HPLA_1	Fil HPLA_1	Fil HPLA_1	6,6	6,6	Satin 6
F_HPLA_2	Fil HPLA_2	Fil HPLA_2	6	5,2	Satin 6

## 3 Propriétés textiles des structures tissées

#### 3.1 Masse surfacique

La masse surfacique des renforts est déterminée selon la norme NF EN 12127 [5] et est donnée en **Figure 3-50** pour les tissus quasi-unidirectionnels et en **Figure 3-51** pour les tissus hybrides. Les structures quasi-unidirectionnelles ont la même densité chaine (0,6 fils/cm **Table 3-25**) et le même type d'armure et ne diffèrent que par la densité trame et le type du métier (manuel ou automatique). Comme démontré dans la littérature [1,6], la masse surfacique des structures Quasi-UD dépend de la densité trame, qui elle-même dépend du type d'armure, et de la masse linéique des fils utilisés. Du fait de la densité trame (20 fils/cm) plus importante de la structure QUD1 fabriquée dans le cadre des travaux d'A-C Corbin [4], sa masse surfacique est 53% plus élevée que celle de la structure QUD4 et de 8% à 18% plus élevée par rapport aux autres structures Quasi-UD. La masse surfacique de la structure QUD4 est la plus faible, compte tenu de la faible densité trame (10 fils/cm). La masse surfacique des structures QUD5, QUD6, QUD7, QUD8 et QUD9 varie légèrement, en considérant l'écart-type, même si elles ont la même densité trame (18 fils/cm), et ceci est dû principalement aux types de mèches utilisées dans chaque structure.

Les structures hybrides quant à elles ont une masse surfacique plus élevée que celle des structures 100% chanvre fabriquées avec le même type d'armure et densités chaine/trame [1]. Ceci est dû principalement aux fils guipés qui ont un titre plus élevé que celui des mèches de chanvre (Chapitre 2, **Table 2-12**). Le changement d'armure ainsi que la variation des densités chaine et trame entre les différentes structures hybrides influent également sur la variation de la masse surfacique. Lorsque le type d'amure et les densités chaine et trame sont similaires, la masse surfacique augmente avec l'augmentation de la masse linéique des fils guipés utilisés dans la structure (F1\_HPA11\_1 et F3\_HPA11\_2). De même, pour un même type d'armure, la masse surfacique augmente avec l'augmentation de la densité trame de 23% (F2\_HPA11\_1 avec une densité trame plus faible que F4\_HPA11\_3). Pour les structures à base de fils chanvre/PLA, la diminution des densités chaine et trame de la structure F\_HPLA\_2 a conduit à une diminution de la masse surfacique de 25% par rapport à la structure F\_HPLA\_1.



Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre

Figure 3-50: Masse surfacique des renforts quasi-unidirectionnels



Figure 3-51: Masse surfacique des renforts hybrides

#### **3.2 Epaisseur des renforts**

L'épaisseur des différentes structures tissées est déterminée selon la norme NF EN ISO 5084 [7]. La Figure 3-52 présente les valeurs moyennes obtenues pour les structures quasiunidirectionnelles et la Figure 3-53 pour les structures hybrides. En comparant les renforts Quasi-UD, le renfort QUD1 est le plus épais. Ce renfort est constitué en sens chaine de fils retordus en faible densité, ce qui permet d'introduire plus de mèches par unité de longueur en sens trame. Ces mèches se superposent les unes sur les autres et conduisent à une épaisseur plus élevée. Tandis que, la structure QUD4 est constituée uniquement de mèches dans les deux directions et se caractérise par une densité trame plus faible et par conséquent par une épaisseur inférieure. A densité linéique de mèche équivalente, la structure QUD5 est légèrement plus épaisse que la structure QUD6 (différence de 6%). La structure QUD5 est réalisée sur un métier à tisser manuel où l'avance du tissu ne se fait pas de manière continue et lors du tassage du tissu, les fils viennent se tasser les uns sur les autres. Tandis que sur le métier automatique, les fils de trame vont venir se positionner côte à côte lors du tassage, ce qui génère des tissus moins épais, plus aplatis et plus réguliers. L'épaisseur des autres structures Quasi-UD développées sur métier automatique se situe dans le même intervalle de valeur, en considérant l'écart-type.

Comme pour la masse surfacique, l'épaisseur des structures hybrides est plus élevée que celle des structures 100% chanvre développées avec les mêmes types d'armures [1]. Les fils guipés sont caractérisés par une section plus ronde et lors du tissage, ces fils viennent se positionner les uns à côté des autres en conférant au tissu une surface moins régulière, du fait de l'ondulation de ces fils. Les armures sergé et satin se caractérisent par la présence de grands flottés permettant d'insérer de nombreux fils par unité de longueur, ce qui conduit à des structures plus épaisses [1]. Les deux structures à base de fils guipés chanvre/PLA présentent une épaisseur quasiment identique et qui est supérieure aux autres structures à base de fils guipés chanvre/PA11. Ceci peut être expliqué par les valeurs élevées de l'embuvage et de retrait (**Figure 3-57**) de ces structures et de la densité linéique des fils guipés chanvre/PLA qui est de 10% à 13% plus élevée par rapport à celles des fils guipés chanvre/PA11.



Figure 3-52: Epaisseur des renforts quasi-unidirectionnels



Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre



#### 3.3 Perméabilité à l'air

La perméabilité à l'air (en L/m<sup>2</sup>/s) est mesurée selon la norme NF EN ISO 9327 [8] et permet de déterminer la quantité d'air qui traverse un tissu. Plus le tissu est aéré, plus le tissu laisse passer l'air. La **Figure 3-54** présente la perméabilité à l'air moyenne des structures quasiunidirectionnelle. En comparaison de la structure QUD1 tissée avec des fils retordus dans la direction chaine et ayant une masse surfacique importante, la structure QUD4, avec la plus faible masse surfacique, et tissée avec des mèches dans les deux directions, a une perméabilité à l'air qui est plus élevée (de 42%). Ainsi, l'augmentation de la densité trame conduit à une diminution de la perméabilité à l'air. Pour le même type de fils de chaine, l'utilisation de mèches sans traitement en sens trame (QUD9) conduit à une plus faible perméabilité à l'air que lorsque des mèches traitées (QUD8) sont utilisées. En effet, le traitement permet de réduire la pilosité en collant les fibres libres et rend la structure plus aérée. Ce qui est le cas des deux structures QUD6 et QUD7 réalisées avec des mèches traitées dans les directions chaine et trame et ayant la perméabilité à l'air la plus élevée.

Pour les structures hybrides (**Figure 3-55**), les structures F1\_HPA11\_1, F3\_HPA11\_2, F\_HPLA\_1 et F\_HPLA\_2 présentent une perméabilité à l'air proche de celle des renforts tissés dans le cadre des travaux d'A-C Corbin [1,3,9], avec des mèches de chanvre et ayant des armures et densités similaires. Tandis que les structures F2\_HPA11\_1, F4\_HPA11\_3 et F5\_HPA11\_3 possèdent une perméabilité à l'air plus élevée. Pour le même type de fil guipé, l'évolution de la perméabilité à l'air de ces structures est inversement proportionnelle à l'évolution de la masse surfacique. De ce fait, une structure plus dense laissera passer moins d'air. Les fils guipés sont moins souples et plus ondulés et lors du tissage de ces derniers, l'entrelacement et le tassage de ces fils se fait plus difficilement, ce qui génère plus d'espace entre les fils et par conséquent facilite le passage de l'air à travers la structure. La perméabilité



à l'air dépend alors de la nature des fils guipés et à leur densité dans les deux directions de la structure.

Figure 3-54: Perméabilité à l'air des renforts quasi-unidirectionnels



Figure 3-55: Perméabilité à l'air des renforts hybrides

#### 3.4 Embuvage/retrait

Les renforts tissés se caractérisent par deux paramètres importants relatifs à la consommation de fils au sein de ces structures. Il s'agit de l'embuvage pour la consommation de fils en sens chaine et le retrait pour celle en sens trame. Le retrait des mèches utilisées dans les structures Quasi-UD est présenté en **Figure 3-56**. L'embuvage de ces structures (non présenté) est quasiment nul. Pour l'ensemble des structures Quasi-UD, la consommation de fil en sens trame est très faible et s'approche de 1 pour les renforts QUD5, QUD6, QUD7 et QUD8. Ceci témoigne de l'alignement des fils de trame qui ont tendance à rester plus droit au sein de ces structures contrairement aux renforts tissés qui présentent des niveaux d'ondulation plus important [1]. Cette caractéristique est très recherchée pour optimiser la reprise d'efforts dans cette direction de la sollicitation mécanique.

Pour les structures à base de fils guipés, (**Figure 3-57**), l'embuvage et le retrait sont plus élevés que les structures Quasi-UD. Ceci a été également retrouvé dans les travaux d'A-C Corbin [1]. Les fils guipés se caractérisent par une structure plus rigide qui diminue la capacité de ces fils à s'étaler sur les fils de la direction transverse et ce qui génère une forte ondulation. Pour l'ensemble des structures hybrides, l'embuvage est supérieur au retrait.



Figure 3-56: Retrait des structures Quasi-UD





Figure 3-57: Embuvage et retrait des structures hybrides

L'ensemble des propriétés textiles des renforts quasi-unidirectionnels et hybrides est synthétisé en **Table 3-26** et **Table 3-27**. Des fiches techniques de chaque structure textile seront présentées en Annexe B. Ces propriétés dépendent principalement du type d'armure utilisé, des densités fils et du type de fil utilisé.

Structures QUASI-UD	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)	Armure	Masse surfacique (g/m²)	Epaisseur (mm)	Perméabilité à l'air (L/m²/s)	Retrait (%)
QUD1	0,6	20	Toile	$649,\!43 \pm 4,\!64$	$2,\!97\pm0,\!14$	$424\pm49$	0,3
QUD4	0,6	10	Toile	$424,71 \pm 21,33$	$2,1 \pm 0,1$	$603\pm89$	0,4
QUD5	0,6	18	Toile	$600 \pm 41$	$2,6 \pm 0,3$	$854\pm65$	0,96
QUD6	0,6	18	Toile	$579,33 \pm 10,87$	$2,\!45 \pm 0,\!09$	$1035\pm87$	0,98
QUD7	0,6	18	Toile	557,62 ± 24,27	$2,36 \pm 0,06$	$1041\pm 64$	1,08
QUD8	0,6	18	Toile	$580,\!64 \pm 17,\!67$	$2,\!48\pm0,\!08$	873 ± 117	1
QUD9	0,6	18	Toile	$552,91 \pm 13,82$	$2,64 \pm 0,09$	$380 \pm 24$	0,5

 Table 3-26: Renforts quasi-unidirectionnel produits à base de mèches de chanvre (T=traité, P=peigné, SE=sans encollage, CA=cardé)

Structures Hybride	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)	Armure	Masse surfacique (g/m²)	Epaisseur (mm)	Perméabilité à l'air (L/m²/s)	Embuvage (%)	Retrait (%)
HPA11_1	6	10	Sergé 6	$827\pm15$	$2,\!19\pm0,\!5$	$605\pm91$	1,67	2,65
HPA11_2	6,4	6	Satin 6	$583 \pm 16$	$2{,}13\pm0{,}04$	$3485\pm239$	2,38	1,98
HPA11_3	6	10	Sergé 6	$773 \pm 18$	$2,\!37\pm0,\!36$	$773 \pm 114$	2,54	2,3
HPA11_4	6,7	6,4	Satin 6	$717 \pm 15$	$2,\!15\pm0,\!02$	$2899 \pm 486$	4,76	3,33
HPA11_5	6,3	6,3	Natté 3	$646 \pm 20$	$2,18 \pm 0,12$	$2044 \pm 174$	3,33	3,76
HPLA_1	6,6	6,6	Satin 6	$791 \pm 44$	$2{,}57\pm0{,}06$	$208 \pm 46$	6,35	3,95
HPLA_1	6	5,2	Satin 6	$594\pm21$	$2{,}52\pm0{,}15$	$461 \pm 48$	3,5	4,2

## 4 Propriétés en traction des structures tissées

#### 4.1 Protocole de caractérisation en traction

Les propriétés en traction uni-axiale des structures tissées ont été déterminées selon la norme EN ISO 13934-1 [10] . Pour chaque type de tissu, cinq échantillons de dimensions  $300 \times 50 \ mm$  ont été testés dans chaque direction (chaine/trame) pour les tissus hybrides et seulement en trame pour les tissus quasi-unidirectionnels. Ces échantillons ont été caractérisés sur un banc de traction MTS Criterion 45 (Figure 3-58) à température ambiante, à une vitesse d'essai de 20 mm/min et avec une précharge de 5N. Pour comparer les différentes structures textiles, les efforts à rupture seront pondérés par la densité et la finesse des fils (exprimés en cN/fil/Tex) afin de prendre en considération la contribution des fils au sein de la structure.



Figure 3-58: Essai de traction du renfort textile sur le Banc de traction MTS Criterion 45

La réponse en traction uni-axiale d'un renfort tissé sec à base de mèche de chanvre est illustrée en **Figure 3-59** avec une courbe moyenne « effort-déformation ». Cette courbe se caractérise par trois zones distinctes. La première zone (entourée en bleu) en début de la courbe est non linéaire et est caractérisée par une très faible augmentation de la force par rapport à la déformation. Ce comportement est lié principalement aux phénomènes de désondulation des fils dans la direction de la sollicitation, et qui est accompagné d'une augmentation de l'ondulation des fils dans la direction transverse. En effet, sous la force appliquée au cours de l'essai, les fils s'alignent progressivement suivant l'axe de la sollicitation. L'étendue de cette première phase dépend alors de l'embuvage ou le retrait (selon la direction de sollicitation) des fils au sein de la structure. La deuxième zone jusqu'à la rupture (entourée en vert) correspond à la partie linéaire qui commence dès que les fils sont alignés dans le sens de la sollicitation, et où l'allongement est proportionnel à l'effort appliqué. La troisième zone correspond à la décharge et donc à la rupture progressive des différentes mèches/fils constituant le tissu.



Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre

Figure 3-59: Exemple de courbe de traction d'un renfort tissé

#### 4.2 Caractérisation en traction des structures tissées

L'effort maximal en sens trame, en N, des structures quasi-unidirectionnelles est présenté en Figure 3-60. Le tissu QUD1 étant caractérisé par une densité trame supérieure à celle des autres structures, l'effort maximal à rupture est par conséquent plus élevé. Pour les tissus composés du même type de mèches (CANAPA CAT) dans les deux directions et dont les densités chaine et trame sont similaires (QUD5 et QUD6), l'effort maximal à rupture est supérieur pour la structure QUD6 réalisée sur métier automatique par rapport à celui de la structure QUD5 élaborée sur le métier manuel. L'insertion manuelle des fils de trame endommage les performances mécaniques de ces mèches et diminue la résistance de la structure textile. Lorsque les structures sont constituées du même type de mèches en sens trame, pour une densité similaire dans les deux directions, l'effort maximal (QUD7 et QUD8) est quasiment similaire, à l'écart-type près. Les renforts QUD8 et QUD9 présentent un effort maximal quasiment identique (différence de 6%). Ces derniers sont constitués du même type de mèches en sens chaine (CANAPA PSE), et diffèrent seulement par le type de mèches en sens trame, (QUD8 avec les mèches CANAPA CAT et QUD9 avec les mèches CANAPA PSE). Ceci montre que le traitement appliqué sur les fibres cardées, comme à l'échelle fil, n'endommage pas les propriétés à l'échelle tissu et permet d'améliorer leurs propriétés en traction.

L'effort maximal en sens chaine et trame des structures hybrides est présenté en **Figure 3-61**. L'effort maximal à rupture est supérieur en direction trame par rapport à la direction chaine pour les structures F1\_HPA11\_1, F4\_HPA11\_3, F5\_HPA11\_3, alors que pour les structures F2\_HPA11\_1, F\_HPLA\_1 et F\_HPLA\_2, il est supérieur en direction chaine. La structure F3\_HPA11\_2 présente des efforts à rupture équivalents dans les 2 directions. Hormis la structure F3\_HPA11\_2, l'effort maximal des structures hybrides est déséquilibré entre les deux directions, du fait de la différence des densités chaine et trame et du type d'armure utilisé. Toutefois, malgré une densité similaire entre les deux directions (F5\_HPA11\_3 et F\_HPLA\_1), l'effort maximal est déséquilibré entre les deux directions. Ces différences peuvent être expliquées soit par le type d'armure utilisée, ou bien par la modification des propriétés des fils insérés en chaine et trame lors du tissage (Chapitre 2, **Figure 2-47**). Avec une armure satin, la présence de long flottés et de points de liage plus dispersés et plus éloignés permet d'insérer plus de fils par unité de longueur ce qui entraine des propriétés plus déséquilibrées, tandis qu'avec une armure nattée, les points de liage sont plus proches et confèrent au tissu un comportement qui doit être plus équilibré.

Pour comparer les propriétés en traction des structures indépendamment des densités fils et finesses utilisées, l'effort maximal, en trame, des structures Quasi-UD est pondéré par le nombre et par le titre des fils utilisés, ce qu'on désigne par effort spécifique, dans la Figure 3-62. Cet effort spécifique de la structure QUD4 est légèrement plus élevé par rapport à la structure QUD1 (différence de 11%), alors que les mèches qui composent QUD1 en sens trame ont une ténacité bien supérieure à celles utilisées pour le QUD4 (Chapitre 2, Figure 2-31). Cette différence peut être expliquée par la présence des fils retordus dans la structure du QUD1 qui diminue la cohésion inter-fibres de la structure. Ainsi, la surface de contact entre un fil retordu et une mèche est plus petite qu'entre deux mèches, ce qui laisse supposer que les fibres sont moins maintenues lors de la sollicitation mécanique en trame du QUD1. L'effort spécifique des structures utilisant des mèches de chanvre peignées sans encollage et cardées est inférieur à celui des deux structures QUD1 et QUD4 à base de mèches peignées non traitées et traitées. Cette différence reste par contre faible (de 20% par rapport à QUD1 et 33% par rapport à QUD4) lorsque le renfort est renforcé de mèches peignée en sens chaine (le cas de QUD7 et QUD8). Cet écart est observé à l'échelle fil où la ténacité des mèches CANAPA T2 (Chapitre 2, Table 2-9) utilisées dans la structure QUD1 est supérieure à celle des mèches CANAPA CAT et CANAPA PSE utilisées dans les autres structures Quasi-UD.

Pour les structures hybrides, l'effort spécifique dans les deux directions chaine et trame est présenté en **Figure 3-63**. Ces efforts spécifiques des différentes structures ne sont pas équilibrés entre les deux directions. Pour la plupart des structures étudiées, l'effort spécifique dans le sens chaine est supérieur à celui dans le sens trame, à l'exception des deux structures F4\_HPA11\_3 et F5\_HPA11\_3 où c'est dans le sens trame que c'est plus élevé. L'augmentation de l'effort par fil de ces structures en sens trame est liée majoritairement au tissage des fils guipés. En effet, à l'échelle fil (Chapitre 2, section 5-2), la ténacité des fils guipés après tissage est légèrement modifiée en sens chaine pour le fil guipé HPA11\_3 utilisé dans les deux structures F4\_HPA11\_3 et F5\_HPA11\_3 et par conséquent la même tendance est retrouvée à l'échelle des tissus.





Figure 3-60: Effort maximal en traction des renforts quasi-unidirectionnels









Effort maximal specific description of the second s

Effort maximal spécifique (cN/fil/Tex) (sens chaine) Effort maximal spécifique (cN/fil/Tex) (sens trame)

#### Figure 3-63: Effort spécifique en traction des renforts hybrides

Les valeurs de la déformation à rupture associée à l'effort maximal, des renforts Quasi-UD et des renforts hybrides sont présentées respectivement en **Figure 3-64** et en **Figure 3-65**. La déformation à rupture des structures textiles suit généralement la même évolution de la consommation de fil, quantifiée par l'embuvage (pour la direction chaine) et le retrait (pour la direction trame), au sein de la structure textile. Les structures Quasi-UD sont caractérisées par un embuvage très faible du fait de la faible quantité de fils insérés dans le sens chaine. Ainsi, le retrait de ces structures (**Figure 3-56**) est également très faible du fait de l'alignement des fils [4]. Pour les structures étudiées, le retrait des renforts à base de mèches cardées et peignées sans encollage est quasiment similaire, ce qui génère des déformations à rupture très proches. Tandis que la déformation à rupture des deux structures QUD1 et QUD2 ne suit pas la même évolution que le retrait. Malgré un retrait très faible de ces renforts, la déformation à rupture est légèrement plus élevée par rapport à celle des autres types de renforts. Ceci est expliqué, en superposant sur la **Figure 3-64**, les valeurs de déformation à rupture, à l'échelle des mèches, où on remarque que celle des mèches CANAPA T2 (utilisée dans la structure QUD1) est très élevée.

A l'inverse des renforts quasi-unidirectionnels, les structures hybrides présentent des déformations à rupture plus élevées dans les deux directions (Figure 3-65). L'évolution de ces déformations suit plus ou moins la même évolution d'embuvage et de retrait. La Figure 3-66 met en évidence la relation entre la perte d'ondulation (quantifiée en déformation) et l'embuvage/retrait de ces différentes structures. A l'exception des structures F1 HPA11 1, F4 HPA11 3 et F5 HPA11 3, la perte d'ondulation dans une direction des autres structures ne suit pas l'évolution de la consommation de fil dans cette même direction. Les renforts F1 HPA11 1, F2 HPA11 2 et F5 HPA11 3 présentent une perte d'ondulation en sens trame plus importante qu'en sens chaine malgré une consommation de fils assez proche entre les deux directions. Ainsi, malgré un embuvage élevé des deux renforts F\_HPLA\_1 et F\_HPLA\_2, la perte d'ondulation est plus élevée en direction trame (peu élevée pour la structure F HPLA 2). Ces différences peuvent être expliquées par la structure des fils guipés qui est plus ondulée et rigide. En effet, sous la sollicitation mécanique du tissu, les fils s'étirent et s'allongent mais ceci ne se produit pas de la même façon par tous les fils, ce qui laisse supposer que des fils s'allongent plus que d'autres et donc ceci peut augmenter ou diminuer la phase d'allongement des fils et conduit à une perte d'ondulation différente à la consommation des fils au sein de la structure. Cependant, pour la plupart de ces structures, l'évolution de la déformation à rupture suit la même évolution de la perte d'ondulation.









Figure 3-65: Déformation à rupture des renforts hybrides





Figure 3-66: Les valeurs de perte d'ondulation des renforts hybrides

## 5 Etude des propriétés en flexion des structures tissées

#### 5.1 Dispositif de caractérisation en flexion des structures tissées

L'entrecroisement des fils dans les structures tissées confère à ces derniers des capacités de déformabilité sur différentes formes complexes. La capacité de préformage des renforts textiles est étudiée dans la littérature à l'aide des tests élémentaires de traction, cisaillement plan et flexion. Cependant, les propriétés obtenues en flexion contribuent majoritairement à l'apparition des défauts lors des étapes de préformage [11–13]. Le comportement en flexion des structures tissées est caractérisé à l'aide du test cantilever, qui a été développé par Peirce en 1930 et est régi par la norme ISO 4604 [14]. Durant ce test, le renfort est déposé sur la partie horizontale du banc d'essai, présenté en **Figure 3-67**, puis progressivement avancé, afin que sous l'effet de la gravité, il fléchisse et vienne toucher le plan incliné à 41.5°. A ce niveau la longueur d'avance du tissu est relevée. Le coefficient de rigidité de ces renforts est calculé, à l'aide de l'équation (3-1), puis un module de rigidité en flexion à l'aide de l'équation (3-2) [15]. Cinq échantillons, de dimensions  $300 \times 50 \ mm$ , sont caractérisés dans chaque direction chaine/trame pour les renforts hybrides et seulement la direction trame pour les renforts quasi-unidirectionnels.

$$G = 9,81 \times m_s \times \left(\frac{l_m}{2}\right)^3 \tag{3-1}$$

$$G_{MPa} = \frac{12}{e^3} \times G \tag{3-2}$$





Figure 3-67: Principe du cantilever test

#### 5.2 Caractérisation en flexion des structures tissées

Les coefficients et modules de rigidité de l'ensemble des structures tissées sont présentés en **Figure 3-68** et **Figure 3-69** pour les structures quasi-unidirectionnelles et en **Figure 3-70** et **Figure 3-71** pour les structures hybrides. Le coefficient de rigidité en flexion des renforts Quasi-UD n'est pas proportionnel à l'évolution de leur masse surfacique (Section 3-1, **Figure 3-50**), hormis pour la structure QUD4 qui présente une masse surfacique faible par rapport aux autres structures et des propriétés en flexion plus faibles. A l'exception de la structure QUD4, les structures élaborées avec des mèches dans les deux directions présentent des propriétés en flexion proches de celles de la structure avec des fils en sens chaine et des mèches en sens trame (QUD1). Ainsi, l'augmentation de la densité trame (QUD1) n'entraine pas d'augmentation significative du coefficient de rigidité. La même évolution est retrouvée quand l'épaisseur de ces renforts est prise en compte dans le calcul du module de flexion.

Hormis pour la structure F2\_HPA11\_1, le coefficient de rigidité et le module de rigidité en flexion des tissus hybrides, sont supérieurs en sens trame, par rapport au sens chaine. Pour les tissus à base de Chanvre/PLA (F\_HPLA\_1 et F\_HPLA\_2), le comportement en flexion est équilibré en termes de rigidité ou de module en flexion. L'augmentation de la densité trame induit une augmentation de la rigidité en flexion (F1\_HPA11\_1 et F3\_HPA11\_2). Par ailleurs, l'augmentation de la densité chaine n'entraine pas d'augmentation significative du module de rigidité en flexion (F5\_HPA11\_3). Toutefois, le tissu F2\_HPA11\_1 présente une rigidité en flexion en sens chaine plus élevée que celle en sens trame, avec pourtant une densité chaine légèrement plus élevée (6,4 fils/cm) que la densité trame (6 fils/cm). Par conséquent, les propriétés des renforts textiles en flexion dépendent fortement des densités de fils utilisées dans les deux directions, du type de fils utilisés ainsi que de l'armure choisie.





Figure 3-68: Coefficient de rigidité en flexion des renforts quasi-unidirectionnels



Figure 3-69: Module de rigidité en flexion des renforts quasi-unidirectionnels





Coefficient de rigidité en flexion en sens chaine (N.mm)
 Coefficient de rigidité en flexion en sens trame (N.mm)

Figure 3-70: Coefficient de rigidité en flexion des renforts hybrides



Module de rigidité en flexion en sens chaine (MPa) Module de rigidité en flexion en sens trame (MPa)

Figure 3-71: Module de rigidité en flexion des renforts hybrides

## 6 Etude de la mise en forme des renforts tissés

#### 6.1 Le dispositif de mise en forme des tissus

Lors de la mise en œuvre des matériaux composites, le renfort textile subit différents types de sollicitations et principalement lors de son préformage sur des pièces de formes complexes. Le test d'emboutissage permet d'étudier préalablement la déformabilité des renforts textiles pour prédire leurs comportements lors de cette étape. Un banc d'emboutissage au laboratoire GEMTEX [16] (Figure 3-72) est utilisé pour étudier le préformage des structures quasi-unidirectionnelles à base de mèche de chanvre. Deux types de poinçon de formes nondéveloppables sont utilisés pour étudier cette déformabilité. Un poinçon cubique, à bords arrondis et un poinçon hémisphérique. Le poinçon est fixé sur un vérin pneumatique ascendant à une vitesse constante de 45mm/s. Un capteur d'acquisition Sensel Measurement<sup>®</sup> d'une capacité de 100 daN est disposé sur ce vérin pour enregistrer la force d'emboutissage. Une couche de tissu est placée au-dessus du poinçon, entre respectivement la contre forme du poinçon, et un serre-flanc sur lequel est appliqué une pression permettant le contrôle de la tension membranaire du tissu lors de la mise en forme. Ces deux outils sont en plexiglas d'une épaisseur de 20 mm pour garantir une distribution homogène de la pression sur le renfort. Une caméra GoPro Hero4 et une acquisition de 24 images par seconde, est installée sur le dispositif de préformage pour mesurer l'évolution de marqueurs apposés sur le tissu.

Avant l'essai de préformage, un pli de tissu de dimensions initiales de  $280 \times 280 \ mm^2$  est préparé. Lors de l'essai, le pli du tissu est déposé sur le serre-flanc. La pression appliquée sur le serre-flanc est constante pour tous les types de renfort et fixée à 0,2 MPa. Le poinçon hémisphérique utilisé est de diamètre 150 mm, et le poinçon cubique de coté 100 mm. La **Figure 3-73** présente les schémas du dispositif avec les dimensions. Les étapes lors de l'essai de l'emboutissage sont illustrées, en **Table 3-28**, pour un emboutissage avec poinçon hémisphérique, avec l'orientation principale (direction trame) de ces renforts.

Chaque pli est marqué à l'aide d'un quadrillage de  $20 \times 20 mm$  pour faciliter la mesure de l'avalement. A l'issu du test d'emboutissage, trois caractéristiques principales de la déformabilité de ces renforts sont analysées : la force d'emboutissage, l'avalement et les défauts. L'avalement quantifie la quantité du tissu absorbée lors du procédé pour que le tissu épouse la forme du poinçon utilisé. Cet avalement est mesuré pour les renforts quasiunidirectionnels uniquement dans la direction trame. Les angles de cisaillement ne sont pas mesurés pour les quasi-unidirectionnels. Pour chaque type de renfort, seul un test est réalisé par type de poinçon. Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre



## <u>Légende</u>

- 1 : Serre-flanc
- 2 : Matrice
- 3 : Poinçon hémisphérique
- 4 : Capteur d'acquisition de la force
- 5 : Vérin

Figure 3-72: Dispositif d'emboutissage



Figure 3-73: Schémas descriptifs de l'emboutissage avec les deux poinçons A. Hémisphérique B. cubique arrondi

Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre



#### 6.2 Force maximale d'emboutissage

La première caractéristique de l'essai d'emboutissage est la force d'emboutissage, qui est la force nécessaire à emboutir le renfort textile par le poinçon utilisé. Les valeurs de la force maximale obtenues pour les renforts quasi-unidirectionnels et pour chaque poinçon sont présentées en Figure 3-74. Cette force dépend essentiellement des types de chargements engendrés lors de l'essai comme le frottement du renfort sur le poinçon ou avec le serre-flanc [17]. La force obtenue pour le poinçon cubique est environ 2 à 3 fois supérieure à celle obtenue par le poinçon hémisphérique. Le poinçon cubique sollicite la drapabilité de ces renforts de manière plus conséquente en comparaison du poinçon hémisphérique. Comme étudié par différents auteurs dans la littérature [3,18,19], l'effort maximal d'emboutissage dépend fortement, en sus de la complexité du poinçon, de la masse surfacique des renforts et plus cette masse est élevée, plus la force d'emboutissage augmente. Cette relation est vérifiée pour les structures étudiées, avec le poinçon hémisphérique, où la masse surfacique du renfort QUD1 est plus importante (Figure 3-50) et conduit à une force maximale plus élevée par rapport aux autres structures. Tandis que cette relation n'est pas retrouvée pour les résultats obtenus avec le poinçon cubique. La forme du poinçon cubique étant plus complexe, ce qui engendre plus de frottements et des défauts, l'effort d'emboutissage ne suit pas forcément l'évolution des masses surfaciques des renforts.





Figure 3-74: Force maximale d'emboutissage des renforts quasi-unidirectionnels

#### 6.3 Avalement des renforts QUD

Pour chaque type de poinçon, les valeurs maximales de l'avalement mesuré des renforts quasi-unidirectionnels sont présentées en **Figure 3-75**. L'avalement comme la force maximale est significativement plus important avec le poinçon cubique qu'avec le poinçon hémisphérique. Cette différence est liée principalement à sa forme complexe. L'avalement obtenu avec le poinçon cubique pour le renfort QUD1 est supérieur (différence de 10% à 25%) par rapport à l'avalement des autres renforts. Tandis qu'il est globalement similaire pour l'ensemble des renforts tissés avec des mèches de chanvre cardées et peignées. L'augmentation des propriétés en traction des renforts textiles, augmente leurs résistances aux différentes contraintes engendrées lors de l'emboutissage et par conséquent ils s'avalent moins. Cependant, cette relation entre l'augmentation de la résistance en traction et la diminution de l'avalement n'est pas retrouvée avec les deux types de poinçon. Ceci peut être expliqué par la structure des Quasi-UD qui est dense seulement dans une direction, ce qui diminue la cohésion entre les fils et donc leur contribution lors de l'emboutissage.





Figure 3-75: Avalement maximal lors des essais d'emboutissage des renforts quasi-unidirectionnels

#### 6.4 Défauts lors de la mise en forme

A la fin des essais d'emboutissage, des photos des renforts emboutis sont prises pour observer les défauts engendrés lors de l'essai. La **Figure 3-76** présente le tissu quasiunidirectionnel après emboutissage avec le poinçon cubique et la **Figure 3-77** présente le tissu quasi-unidirectionnel après emboutissage avec le poinçon hémisphérique. Lors de l'emboutissage de ces renforts textiles, des défauts de type glissement du réseau tissé, l'apparition de plis ou la formation de boucles peuvent être observés visuellement [17–26]. Ce type de défauts affectent certaines propriétés à l'échelle composite.

L'emboutissage des renforts quasi-unidirectionnels par le poinçon cubique engendre plusieurs types de défauts selon les deux directions. Dans la direction trame, les mèches couvrent les deux faces latérales et la face supérieure du poinçon. Hormis quelques écartements entre les mèches, aucun défaut majeur n'est observé. Dans la direction chaine, les mèches s'écartent pour permettre au renfort d'épouser la forme du poinçon. Le poinçon cubique étant de forme plus agressive et la surface à draper plus grande qu'avec le poinçon hémisphérique, le glissement et l'espacement entre les mèches sont alors plus conséquents. Peu de mèches se trouve sur les deux autres faces latérales du poinçon et un écartement important entre les mèches est observé (zone entourée en rouge sur la **Figure 3-76**).

L'emboutissage avec un poinçon hémisphérique n'induit pas de défauts visibles de type plis, boucles ou de glissements du réseau. D'après la **Figure 3-77**, le seul défaut visualisé est un espacement entre les mèches dû aux glissements de celles-ci (entouré en jaune), dans la zone du poinçon et ceci pour tous les types de renforts Quasi-UD. La présence de peu de fils ou mèches en sens chaine de ces structures affaiblie sa cohésion et lors de l'emboutissage sur le poinçon, les mèches en sens trame sont faiblement maintenues et peuvent glisser facilement. Dans la direction trame, direction principale du tissu, les fils de trame se sont avalés dont la valeur de l'avalement est présentée dans le paragraphe précédent. Aucun défaut apparent n'a été observé dans cette direction. Le tissu épouse correctement le poinçon hémisphérique et la répartition des mèches après préformage semble bien homogène. Ces essais montrent que la drapabilité des QUD à base de mèches de chanvre sur forme hémisphérique est possible. Pour des formes plus complexes, comme le poinçon cubique, il serait nécessaire d'augmenter les densités chaine afin que le comportement en cisaillement (rotation des mèches), essentiel pour le préformage, permette une déformation sans défaut.



Figure 3-76: Renforts embouti avec poinçon cubique



Figure 3-77: Renfort embouti avec poinçon hémisphérique

## 7 Comparaison des renforts QUD aux renforts tissés

#### 7.1 Comparaison des propriétés textiles

Une comparaison des propriétés textiles et mécaniques des différents renforts quasiunidirectionnels fabriqués dans le cadre de cette étude avec les propriétés des renforts 100% chanvre développés dans le cadre des travaux d'A-C Corbin (**Table 3-29**) est effectuée afin de montrer les avantages et les inconvénients de chaque structure et de conclure sur les propriétés des renforts à base de chanvre (**Table 3-29**).

**Direction chaine** 

Une comparaison des densités chaine et trame des différentes structures textiles à base de chanvre est présentée en Figure 3-78. Trois catégories de structures ont été développées sur métier à tisser manuel (HEMP1, HEMP2, HEMP3, QUD1, QUD3) et sur métier industriel (TELA, SPINA, HEMP4, HEMP5, HEMP6, HEMP7, QUD2). Des renforts équilibrés, des renforts déséquilibrés et des renforts fortement déséquilibrés constituent cette base de données. La Table 3-29 résume le type d'armure de chaque structure ainsi que les types des mèches utilisées. Des tissus à base de mèches de chanvre traitées (CANAPA T1, CANAPA T2, CANAPA T3, CANAPA T4) sont réalisés sur le métier manuel en variant le type d'armure. A l'échelle industrielle, des tissus avec les mêmes armures qu'à l'échelle laboratoire sont reproduits pour comparer l'influence de l'échelle de fabrication sur les propriétés de ces renforts. Concernant les structures quasi-unidirectionnelles, deux renforts (QUD1 et QUD3) ont été produits à l'échelle laboratoire en utilisant des fils retordus de chanvre en sens chaine (CANAPA) et des mèches traitées en sens trame, CANAPA T2, pour le QUD1, et des mèches traitées en sens chaine, CANAPA T2, et des mèches sans traitement, CANAPA ST3, en sens trame pour le QUD3. Comme pour les renforts quasi-unidirectionnels développés dans cette étude, l'objectif est d'obtenir le maximum de fibres dans une direction, ici la direction trame. Enfin, un renfort quasi-unidirectionnel (QUD2) est fabriqué à l'échelle industrielle en utilisant des fils de lin en sens chaine (LINO 2) et des mèches traitées en sens trame (CANAPA T4). Ce dernier renfort est caractérisé par une densité chaine supérieure à la densité des autres structures quasi-unidirectionnelles et une densité trame faible.





Figure 3-78: Densité de fils en sens chaine et trame des renforts tissés et quasi-unidirectionnels

Structures tissées	Armure	Fils de chaine	Fils de trame	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)	Manuel/automatique Laboratoire/industriel
HEMP1	Toile	CANAPA T1	CANAPA T1	6	5	Manuel-Laboratoire
HEMP2	Satin de 6	CANAPA T1	CANAPA T1	6	9,5	Manuel-Laboratoire
HEMP3	Sergé de 6	CANAPA T1	CANAPA T1	6	9,5	Manuel-Laboratoire
TELA	Toile	CANAPA T2	CANAPA T2	6,5	4,7	Industriel-automatique
SPINA	Sergé de 4	CANAPA T2	CANAPA T2	6,5	8,5	Industriel-automatique
HEMP4	Satin de 6	CANAPA T3	CANAPA T3	6,5	6	Industriel-automatique
HEMP5	Satin de 6	CANAPA T3	CANAPA T3	6,5	8,7	Industriel-automatique
HEMP6	Sergé de 6	CANAPA T3	CANAPA T3	6,5	6	Industriel-automatique
HEMP7	Sergé de 6	CANAPA T3	CANAPA T3	6,5	9,5	Industriel-automatique
QUD1	Toile	CANAPA	CANAPA T2	0,6	20	Manuel-Laboratoire
QUD2	Toile	LINO 2	CANAPA T4	1,3	8	Industriel-automatique
QUD3	Toile	CANAPA T2	CANAPA ST3	0,6	46,6	Manuel-Laboratoire

Table 3-29: Paramètres de tissage des différents renforts tissés et c	quasi-unidirectionnels élaborés dans le cadre de la thèse d'A-C Corbin
---	--

 Table 3-31: Paramètres de tissage des renforts quasi-unidirectionnels réalisés dans le cadre de ces travaux

Structures tissées	Armure	Fils de chaine	Fils de trame	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)	Manuel/automatique Laboratoire/industriel
QUD4	Toile	CANAPA T2	CANAPA ST3	0,6	10	Manuel-Laboratoire
QUD5	Toile	CANAPA CAT	CANAPA CAT	0,6	18	Manuel-Laboratoire
QUD6	Toile	CANAPA CAT	CANAPA CAT	0,6	18	Automatique-Laboratoire
QUD7	Toile	CANAPA PAE	CANAPA CAT	0,6	18	Automatique-Laboratoire
QUD8	Toile	CANAPA PSE	CANAPA CAT	0,6	18	Automatique-Laboratoire
QUD9	Toile	CANAPA PSE	CANAPA PSE	0,6	18	Automatique-Laboratoire

#### Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre

La masse surfacique des différentes structures textiles est présentée en Figure 3-79. A l'exception de la structure QUD2, les renforts QUASI-UD présentent des masses surfaciques supérieures aux autres structures tissées. Cette différence est liée principalement à la forte densité trame de ces renforts. Pour les structures tissées, la masse surfacique augmente également avec l'augmentation de la densité linéique des fils de trame.



Figure 3-79: Masse surfacique des renforts tissés et quasi-unidirectionnels

L'épaisseur des différents renforts est présentée en **Figure 3-80**. Les épaisseurs des structures quasi-unidirectionnelles (Hormis pour le QUD 2) sont plus élevées que celles des tissus. En augmentant la densité trame, les fils viennent se superposer les uns sur les autres, lors du tassage ce qui génère des structures plus épaisses. Les renforts tissés avec une armure toile (HEMP1 et TELA) ont une épaisseur plus faible que celle des renforts satin et sergé. Pour ces renforts, la présence de grands flottés en plus de la densité trame élevée conduit à la superposition des fils et à des épaisseurs importantes.





Figure 3-80: Epaisseur des renforts tissés et quasi-unidirectionnels

#### 7.2 Comparaison des propriétés mécaniques

Le paramètre étudié pour comparer les différentes structures textiles issues de ces travaux et de ceux d'A.C. Corbin [1] est l'effort maximal spécifique (en cN/fil/Tex), donné en Figure 3-81 dans chaque direction pour les tissus et seulement en trame pour les quasiunidirectionnels. Paramètre qui tient compte des différentes densités de fils (en chaine/trame) mais également des densités linéiques de ces fils/mèches. Pour la plupart des structures tissées, l'effort maximal spécifique en sens chaine est plus élevé que celui en sens trame. En effet, les fils de trame sont plus impactés par le procédé de tissage et leurs ténacités après tissage diminue [3]. Lorsque la densité trame est plus élevée que la densité chaine (HEMP2, HEMP3), cette augmentation compense les dégradations engendrées par le procédé de tissage et par conséquence confère au tissu des propriétés plus élevées dans cette direction. En comparaison des structures tissées, les structures quasi-unidirectionnelles ont été développées dans le but d'améliorer l'alignement des mèches au sein de la structure et de minimiser les niveaux d'ondulations. De même, le tissage de ce type de structure n'endommage pas considérablement les propriétés des mèches. Les premiers renforts quasi-UD (QUD2 et QUD3) produits à partir de mèches peignées (CANAPA T4 et CANAPA ST3) dans la direction trame permet d'atteindre des efforts spécifiques proches de ceux des structures tissées. Ces renforts peuvent alors concurrencer les performances des tissus, même si la faible densité de fils dans leur direction chaine les rend plus susceptibles d'être endommagés. Pour les autres structures Quasi-UD, des mèches de faible ténacité (cardées et peignées sans encollage) ont été utilisées. Ceci a conduit à des propriétés moins importantes par rapport aux structures tissés (OUD5). Ces dernières ont été optimisées en introduisant des mèches peignées dans la direction chaine afin de donner plus de cohésion à ces structures (QUD7 et QUD8) et d'augmenter leur effort en traction. Le développement de ce type de renfort est très souhaitable afin de minimiser les ondulations et de maintenir l'alignement des fils. Les premiers développements dans le cadre de la thèse d'A-C Corbin [1] et dans ces travaux démontrent la faisabilité de ces structures sur métiers à tisser manuels et automatiques. Cependant, il faut adapter le procédé de tissage pour ne pas dégrader les fils et les propriétés du tissu final.



Figure 3-81: Effort maximal par fil en traction des renforts tissés et quasi-unidirectionnels

La déformation à rupture des différents renforts textiles est présentée en **Figure 3-82**. Pour les structures tissées, cette déformation est plus élevée dans la direction chaine par rapport à la direction trame. Du fait de l'embuvage dans cette direction, les fils se désondulent lors de la sollicitation mécanique. Tandis que cette déformation est très faible en sens trame pour les structures tissées ainsi que pour les tissus quasi-unidirectionnels. Lors de l'insertion des fils de trame, ces derniers ont tendance à rester plus droits dans la structure, et par conséquent le retrait dans ce sens est plus faible. Le recours à des armures chargées comme la toile entraine par contre un écart important de déformation entre les deux directions chaine et trame et une déformation dans l'ensemble plus élevée, que les déformations obtenues avec les armures sergé et satin.





Figure 3-82: Déformation à rupture des renforts tissés et quasi-unidirectionnels

## 8 Comparaison des renforts hybrides

#### 8.1 Comparaison des propriétés textiles

Les propriétés textiles et mécaniques des différents renforts hybrides fabriqués dans le cadre de cette étude sont comparées avec les propriétés des renforts hybrides développés dans le cadre des travaux d'A-C Corbin [1,27].

Un rappel des densités chaine et trame des différentes structures hybrides est présenté en **Figure 3-83**. Dans le cadre des travaux de thèse d'A-C Corbin, le procédé de guipage a été utilisé sur des mèches de chanvre non traitées avec un multi-filament de PA12. Deux fils guipés ont été développés avec des paramètres de production différents. A l'échelle fil, les propriétés textiles et mécaniques des deux fils sont quasiment identiques [1], à l'exception de la masse linéique qui est légèrement moins élevée pour le deuxième fil . A l'échelle tissu, deux renforts hybrides ont été produits par tissage à partir de ces fils. Le premier renfort (noté F\_HPA12\_1) à base du premier fil CAPA121 est élaboré avec une armure satin 6 et dont les densités chaine/trame correspondent à 6/7,3 et le second renfort à base du deuxième fil CAPA122 (noté F\_HPA12\_2) avec une armure satin 4 et des densités chaine/trame de 6/6,6.


Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre

Figure 3-83: Densité de fils en sens chaine et trame des renforts hybrides

La masse surfacique de l'ensemble des renforts hybrides est présentée en **Figure 3-84**. Le premier renfort hybride développé dans le cadre des travaux d'A-C Corbin présente une masse surfacique très élevée par rapport à toutes les autres structures hybrides. Ce premier renfort a été optimisé en passant d'une armure satin de 6 à une armure satin de 4. Ceci a permis d'avoir plus de points de liage et de réduire alors le nombre de fils insérés en sens trame de 7,3 fils/cm à 6,6 fils/cm. Par conséquence, la masse surfacique est diminuée de près de 20%. La masse de ce deuxième renfort reste relativement proche des masses obtenues dans le cadre de ces travaux. Il est donc possible de diminuer cette masse et de varier le taux massique des fibres des renforts en adaptant le type d'armure et les densités de fils.



Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre

Figure 3-84: Masse surfacique des renforts hybrides

L'épaisseur des différentes structures hybrides est présentée en **Figure 3-85**. L'épaisseur des deux renforts hybrides F\_HPA12\_1 et F\_HPA12\_2 se situe dans la même gamme d'épaisseurs obtenues. L'évolution de l'épaisseur de ces différents renforts dépend fortement du type d'armure et de fil utilisé. Elle est plus élevée pour les tissus présentant une masse linéique de fil élevée (F\_HPA12\_1, F\_HPLA\_1 et F\_HPLA\_2).





Figure 3-85: Epaisseur des renforts hybrides

## 8.2 Comparaison des propriétés mécaniques

L'effort maximal spécifique (en cN/fil/Tex), des différents renforts hybrides est donné en **Figure 3-86** dans chaque direction et qui tient compte des différentes densités de fils (en chaine/trame) mais également des densités linéiques de ces fils/mèches. L'effort maximal spécifique des deux renforts F\_HPA12\_1 et F\_HPA12\_2 est équilibré entre les deux directions et est supérieur à celui des renforts hybrides à base de chanvre/PA11 et chanvre/PLA. Cette augmentation est due à la ténacité des fils guipés constituant ces renforts et qui est 2 fois plus élevée à la ténacité des fils guipés chanvre/PA11 et chanvre/PLA.



Effort maximal spécifique (cN/fil/Tex) (sens chaine) Effort maximal spécifique (cN/fil/Tex) (sens trame)



Les valeurs de déformation à rupture des tissus hybrides dans les deux directions sont données en **Figure 3-87**. Comme pour l'ensemble de renforts fabriqués à base de fils guipés chanvre/PA11, la déformation des deux renforts F\_HPA12\_1 et F\_HPA12\_2 est déséquilibrée entre les deux directions. Ainsi, l'évolution de ces déformations suivent la même évolution que les valeurs d'embuvage et retrait.





Figure 3-87: Déformation à l'effort maximal des renforts hybrides

## Conclusion

L'ensemble des propriétés textiles et mécaniques des renforts textiles développés par tissage a été étudié et analysé dans ce chapitre. Les caractéristiques textiles de ces renforts en termes de masse surfacique, épaisseur, perméabilité à l'air, embuvage et retrait ont été caractérisées et analysées. Ainsi, le comportement en traction et en flexion de ces structures est étudié. Enfin, le préformage de ces structures est réalisé afin d'étudier la drapabilité de ces structures sur des formes non-développables.

Tous les renforts de cette étude ont été élaborés à l'échelle laboratoire sur des métiers de tissage manuel et automatique. Deux catégories de tissus ont été développés, des tissus à base de chanvre avec une forte densité trame et des tissus hybrides à base de fils guipés (chanvre/PA11 et chanvre/PLA). Les renforts quasi-unidirectionnels diffèrent par le type de fils utilisés (mèche sans traitement, mèches avec traitement). Tandis que les structures hybrides diffèrent par le type de fil guipé, par l'armure choisie (sergé de 6, satin de 6 et natté de 3) et par la densité de fils en sens chaine et trame. Ces différents paramètres influent sur les propriétés textiles et mécaniques de ces renforts. Plus le nombre de fils par unité de longueur augmente dans le tissu ou plus le fil est gros, plus le renfort est lourd, épais et dense. Une structure dense aura alors une faible perméabilité à l'air. La présence de mèches sans traitement contribue par ailleurs à l'augmentation de cette perméabilité car plus d'air peut passer à travers les fibres que lorsque la structure est constituée de mèche traitées et encollées.

La faisabilité de tisser des renforts à base de mèches cardées a été démontré à l'échelle laboratoire sur un métier à tisser automatique. Tout d'abord un renfort 100% composé de mèches cardées a été réalisé et caractérisé. Ensuite, une optimisation de ses propriétés a été faite en intégrant des mèches peignées dans la direction chaine (fil de liage) à la place des mèches cardées. Les propriétés en traction en termes d'effort maximal ont été augmentées de 18%.

Les caractéristiques en traction de ces renforts, en termes d'effort maximal et de déformation sont étudiées et analysées pour les différentes structures. Ces propriétés dépendent essentiellement des paramètres choisis lors du tissage, à savoir le type de fil utilisé, l'armure et les densités de fils. L'effort maximal à rupture des renforts quasi-unidirectionnels montre une dépendance à la densité trame ainsi qu'au type du métier de tissage utilisé. Tandis que celui des renforts hybrides dépend majoritairement de la densité de fils et du type d'armure. Les propriétés en flexion de ces renforts varient également en fonction des paramètres de tissage. Enfin, l'emboutissage de ces renforts a été mené sur des formes non-développables afin d'étudier leurs capacités à épouser ces formes. Ensuite, une étude comparative entre les architectures de renforts développés dans ces travaux de thèse et des renforts tissés dans le cadre du projet Européen SSUCHY est effectuée.

En fonction de l'application finale du composite, il est possible de choisir le type du renfort ayant les caractéristiques les mieux adaptées. Entre un renfort sec 100% à base de la même matière et un renfort hybride constitué d'un mélange de deux matières ou de la fibre et la matrice, le choix peut se faire selon le procédé de mise en œuvre souhaité pour l'application finale.

#### Chapitre 3 : Caractérisation des structures textiles tissées à base de chanvre

A cette échelle, l'optimisation des paramètres de tissage (densité chaine et trame et type d'armure) des renforts quasi-unidirectionnels est à envisager afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques et de préformage. La faisabilité de tisser des mèches cardées sous forme de structures quasi-unidirectionnelles a montré un vrai potentiel pour le développement de renfort rentable. Par la suite, une optimisation de ces renforts par l'utilisation de mèches cardées avec faible torsion et par la combinaison de ces mèches avec d'autre type de fibres pourra être une solution pour améliorer les propriétés mécaniques de ces structures. L'utilisation d'autres types d'armures pour les renforts Quasi-UD doit être également étudiée afin d'étudier l'influence de l'armure sur les propriétés mécaniques. Le tissage des renforts hybrides à base de fils guipés est un vrai challenge pour la réalisation de composites biosourcés. Pour cet axe de recherche, une optimisation de ces structures doit être effectuée afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques. La réalisation de renforts quasi-unidirectionnels à base de ces fils guipés permettra de diminuer les niveaux d'ondulation et d'aligner les fibres dans la direction de sollicitation. Le tissage des fils guipés sur métier automatique pourra être envisagé pour réaliser des structures plus régulières et ainsi contrôler les paramètres de tissage (particulièrement les densités chaine et trame). Il serait également intéressant de combiner lors du tissage le fil guipé dans une direction et le multi-filament thermoplastique dans la direction transverse. La mise en forme des renforts hybrides sur des formes non-développables est une autre perspective qui pourrait compléter cette étude.

## **Références**

- [1] A.-C. Corbin, Développement et analyse multi-échelle de renforts en chanvre pour applications biocomposites, Thèse de doctorat, Lille 1, 2020. https://www.theses.fr/2020LIL1I021.
- [2] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, X. Gabrion, P. Malécot, V. Placet, Towards hemp fabrics for high-performance composites: Influence of weave pattern and features, Composites Part B: Engineering. 181 (2020) 107582. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107582.
- [3] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A.R. Labanieh, Influence of Process Parameters on Properties of Hemp Woven Reinforcements for Composite Applications: Mechanical Properties, Bias-extension Tests and Fabric Forming, Journal of Natural Fibers. 19 (2020). https://doi.org/10.1080/15440478.2020.1761925.
- [4] A.-C. Corbin, B. Sala, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, V. Placet, Development of quasi-unidirectional fabrics with hemp fiber: A competitive reinforcement for composite materials, Journal of Composite Materials. 55 (2021) 551–564. https://doi.org/10.1177/0021998320954230.
- [5] AFNOR NF EN 12127, Textiles Fabrics Determination of mass per unit area using small samples, 1998.
- [6] Z. Samouh, A. Abed, O. Cherkaoui, D. Soulat, A.R. Labanieh, F. Boussu, R. Elmoznine, Investigation on the Properties of 3D Warp Interlock Fabrics Based on Moroccan Sisal Yarns as Reinforcement for Composite Materials, Journal of Natural Fibers. 19 (2022) 6822–6840. https://doi.org/10.1080/15440478.2021.1932679.
- [7] AFNOR NF EN ISO 5084, Textiles Determination of thickness of textiles and textile products, 1996.
- [8] AFNOR. NF EN ISO 9237, Textiles Determination of permeability of fabrics to air, 1995.
- [9] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A. Labanieh, X. Gabrion, V. Placet, Improvement of the Weavability of Natural-Fiber Reinforcement for Composite Materials Manufacture, RCMA. 29 (2019) 201–208. https://doi.org/10.18280/rcma.290403.
- [10] AFNOR. NF EN ISO 13934-1, Tensile properties of fabrics Part 1 : determination of maximum force and elongation at maximum force using the strip method, 2013.
- [11] P. Boisse, J. Colmars, N. Hamila, N. Naouar, Q. Steer, Bending and wrinkling of composite fiber preforms and prepregs. A review and new developments in the draping simulations, Composites Part B: Engineering. 141 (2018) 234–249. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.12.061.
- [12] C. Poppe, T. Rosenkranz, D. Dörr, L. Kärger, Comparative experimental and numerical analysis of bending behaviour of dry and low viscous infiltrated woven fabrics, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 124 (2019) 105466. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.05.034.
- [13] F. Yu, S. Chen, J.V. Viisainen, M.P.F. Sutcliffe, L.T. Harper, N.A. Warrior, A macroscale finite element approach for simulating the bending behaviour of biaxial fabrics, Composites Science and Technology. 191 (2020) 108078. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2020.108078.
- [14] AFNOR ISO 4604, Reinforcement fabrics Determination of conventional flexural stiffness Fixed-angle flexometer method, 2011s.
- [15] ASTM International, ASTM D1388-18, Standard Test Method for Stiffness of Fabrics, (2018). https://www.astm.org/d1388-18.html.
- [16] C. Dufour, P. Wang, F. Boussu, D. Soulat, Experimental Investigation About Stamping Behaviour of 3D Warp Interlock Composite Preforms, Appl Compos Mater. 21 (2014) 725– 738. https://doi.org/10.1007/s10443-013-9369-9.

- [17] A.R. Labanieh, C. Garnier, P. Ouagne, O. Dalverny, D. Soulat, Intra-ply yarn sliding defect in hemisphere preforming of a woven preform, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 107 (2018) 432–446. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.01.018.
- [18] F. Omrani, P. Wang, D. Soulat, M. Ferreira, P. Ouagne, Analysis of the deformability of flax-fibre nonwoven fabrics during manufacturing, Composites Part B: Engineering. 116 (2017) 471–485. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.11.003.
- [19] I. Gnaba, D. Soulat, X. Legrand, P. Wang, Investigation of the formability behaviour during stamping of tufted and un-tufted carbon preforms: towards localized reinforcement technologies, Int J Mater Form. 14 (2021) 1337–1354. https://doi.org/10.1007/s12289-020-01606-4.
- [20] P. Ouagne, D. Soulat, G. Hivet, S. Allaoui, D. Duriatti, Analysis of Defects during the Preforming of a Woven Flax Reinforcement, Advanced Composites Letters. 20 (2011) 105–108. https://doi.org/10.1177/096369351102000403.
- [21] M.A. Abtew, F. Boussu, P. Bruniaux, C. Loghin, I. Cristian, Y. Chen, L. Wang, Forming characteristics and surface damages of stitched multi-layered para-aramid fabrics with various stitching parameters for soft body armour design, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 109 (2018) 517–537. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.02.037.
- [22] C. Tephany, Analyse de la formabilité de renforts composites à base de fibres naturelles, Thèse de l'Université d'Orléans, 2014. https://theses.hal.science/tel-01203477.
- [23] E. Capelle, P. Ouagne, D. Duriatti, D. Soulat, Influence of the Textile Parameters on the Complex Shape Forming Properties of Flax Based Fabrics, Journal of Fashion Technology & Textile Engineering. s2 (2016). https://doi.org/10.4172/2329-9568.S2-002.
- [24] P. Ouagne, D. Soulat, J. Moothoo, E. Capelle, S. Gueret, Complex shape forming of a flax woven fabric; analysis of the tow buckling and misalignment defect, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 51 (2013) 1–10. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.03.017.
- [25] B. Vanleeuw, V. Carvelli, M. Barburski, S.V. Lomov, A.W. van Vuure, Quasiunidirectional flax composite reinforcement: Deformability and complex shape forming, Composites Science and Technology. 110 (2015) 76–86. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2015.01.024.
- [26] R. Azzouz, S. Allaoui, R. Moulart, Composite preforming defects: a review and a classification, Int J Mater Form. 14 (2021) 1259–1278. https://doi.org/10.1007/s12289-021-01643-7.
- [27] A.-C. Corbin, M. Ferreira, A.R. Labanieh, D. Soulat, Natural fiber composite manufacture using wrapped hemp roving with PA12, Materials Today: Proceedings. 31 (2020) S329–S334. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.307.

# Chapitre 4 : Elaboration et caractérisation des matériaux composites à base de renforts en chanvre

## Table des matières

1 Introduction	152
2 Mise en œuvre des composites par thermocompression	153
2.1 Matériaux utilisés	153
2.2 Procédé d'élaboration des composites à base des structures QUD	156
2.3 Procédé d'élaboration des composites à base des structures hybrides	157
3 Propriétés physiques des matériaux composites	160
3.1 Propriétés des composites à base des structures QUD	160
3.2 Propriétés des composites à base des structures hybrides	161
4 Propriétés mécaniques en traction des matériaux composites	161
4.1 Présentation de l'essai de traction	161
4.2 Propriétés en traction des matériaux composites à base des structures QUD	164
4.3 Propriétés en traction des matériaux composites à base des structures hybrides	171
Conclusion	179
Références	181

## **1** Introduction

L'objectif des développements par tissage de renforts est de réaliser des matériaux composites à base de chanvre et de résines biosourcées. Les propriétés textiles et mécaniques des renforts développés dans cette étude ont été identifiées et analysées dans le chapitre précédent. Ces renforts sont destinés à l'élaboration de matériaux composites par le procédé de thermocompression pour sa facilité de mise en œuvre. Les performances des matériaux biocomposites dépendent essentiellement de l'optimisation des renforts, du choix de la résine adaptée à la fibre, et du procédé de mise en œuvre. Les structures tissées sont les plus utilisées en tant que renforts des matériaux composites pour leurs performances mécaniques et leur stabilité dimensionnelle. Toutefois, l'entrelacement des fils dans ces structures engendrent des difficultés d'imprégnation et des zones riches en résine, sources de concentration de contraintes. Ceci impacte fortement les propriétés mécaniques des composites. En effet, la maitrise de l'alignement des fibres dans la préforme est le point clé pour obtenir des composites à haute performance. Les renforts quasi-unidirectionnels (QUD) répondent à cette problématique d'alignement au niveau des fibres. Les QUD permettent d'orienter les fils dans la direction de la sollicitation et de diminuer l'embuvage au sein de la structure tout en garantissant des taux volumiques de fibres intéressants et par conséquent des propriétés mécaniques élevées dans la direction de la sollicitation.

Dans une première partie, les renforts choisis ainsi que les conditions de mise en œuvre des composites biosourcés seront présentés. Ces composites seront renforcés soit de renfort quasi-unidirectionnels en chanvre ou de tissus hybrides à base de chanvre/PA11 et chanvre/PLA. Les propriétés intrinsèques et mécaniques de ces matériaux seront par la suite étudiées et analysées en termes de compositions (fractions volumiques de fibres et porosités) et de caractéristiques mécaniques en traction.

## 2 Mise en œuvre des composites par thermocompression

## 2.1 Matériaux utilisés

Les tissus quasi-unidirectionnels développés et analysés dans le chapitre précédent (Cf Chapitre 3, Table 3-26) sont utilisés comme renforts de matériaux composites. Pour chaque matériau composite, deux plis de renforts sont utilisés pour garder le même protocole de fabrication. Les deux plis sont déposés dans la même orientation selon une stratification 0°/0° correspondant à la direction principale des fibres (direction trame). Les renforts QUD1 et QUD4 vont permettre d'étudier l'impact de la présence des fils retordus présents en chaine dans la structure QUD1, sur les propriétés en traction des composites. Avec les deux renforts QUD5 et OUD6, à base de mèches simplement cardées, l'influence du choix du métier à tisser (manuel ou automatique) sera étudiée. Avec les renforts QUD6 et QUD7, il est possible de comparer les performances des composites à base de mèches cardées (QUD6) dans les deux directions avec celles des composites à base de mèches cardées seulement dans la direction trame et de mèches peignées dans la direction chaine (QUD7). Enfin, les deux renforts QUD8 et QUD9 vont permettre d'évaluer l'impact du traitement chimique appliqué aux mèches cardées sur les performances des composites. La structures QUD8 contient ces mèches cardées uniquement dans la direction trame, tandis que le renfort QUD9 est composé de mèches peignées sans encollage dans les deux directions. La Figure 4-88 présente les images ainsi que les vues microscopiques des deux renforts QUD8 et QUD4. La surface supérieure de ces renforts contient beaucoup de fibrilles dispersées et ceci est due à la pilosité des mèches de chanvre. Ainsi, les mèches de chanvre sont bien alignées au sein de ces renforts. Les composites obtenus à partir de ces renforts quasi-unidirectionnels sont répertoriés en Table 4-30. Pour l'ensemble de ces matériaux, la direction principale des fibres est la direction trame.

#### Chapitre 4 : Elaboration et caractérisation des matériaux composites à base de renforts en chanvre



Figure 4-88: (a) vue du dessus u renfort QUD8, (b) vue du dessus du renfort QUD4

Table 4-30: Désignation des composites à base de renfort quasi-unidirectionnel										
	CQUD1	CQUD4	CQUD5	CQUD6	CQUD7	CQUD8	CQUD9			
Renforts	QUD1	QUD4	QUD5	QUD6	QUD7	QUD8	QUD9			
Armure		Toile								
Nombre de plis	2	2	2	2	2	2	2			
Orientation	n Stratification à 0°/0°									

De la même façon, les tissus hybrides développés et analysés dans le chapitre précédent sont utilisés (Chapitre 3, **Table 3-28**) pour fabriquer des plaques composites par thermocompression. Le nombre de plis utilisé est identique pour toutes les plaques (et égal à 2) (**Table 4-31**), et les plis sont orientés dans la même direction. Pour chaque type d'armure, deux plaques sont produites pour identifier les propriétés des composites dans les deux directions principales (chaine/trame) du tissu. Les deux tissus HPA11\_1 (Sergé 6) et HPA11\_2 (Satin 6),

ainsi que les deux tissus HPA11\_4 (Satin 6) et HPA11\_5 (Natté 3) permettront d'étudier l'influence de l'armure et donc de la densité trame associée sur les propriétés en traction des composites. Pour les tissus HPA11\_2 (à base du fil guipé HPA11\_1) et HPA11\_3 (à base du fil guipé HPA11\_2) et HPA11\_2 et HPA11\_1 (à base du fil guipé HPA11\_1) et HPA11\_5 (à base du fil guipé HPA11\_3), l'influence du choix du fil guipé et des paramètres du procédé de guipage est étudiée sur les propriétés en traction des composites. L'entrelacement des fils guipés dans les structures natté (**Figure 4-89.a**) et satin (**Figure 4-89.b**) est visualisé à l'aide du microscope et est présenté en **Figure 4-89**. La structure satin confère au renfort des points de liage plus dispersés grâce au grand flotté tandis que la structure nattée confère à la structure un point d'entrelacement plus conséquent.



Figure 4-89: (a) vue du dessus de la structure F5\_HPA11\_3 (natté 3), (b) vue du dessus de la structure F2\_HPA11\_1 (satin 6)

Chapitre 4 : Elaboration et caractérisation des matériaux composites à base de renforts en chanvre

Composite	CHPA11_1	CHPA11_2	CHPA11_3	CHPA11_4	CHPA11_5	CHPLA_1			
Renfort	HPA11_1	HPA11_2	HPA11_3	HPA11_4	HPA11_5	HPLA_1			
Type d'armure	Sergé 6	Satin 6	Sergé 6	Satin 6	Natté 3	Satin 6			
Nombre de plis	2	2	2	2	2	2			
Orientation	Stratification à $0^{\circ}/0^{\circ}$ (chaine/chaine)								

Table 4-31: Désignation des composites à base de structures hybrides

#### 2.2 Procédé d'élaboration des composites à base des structures QUD

Les renforts quasi-unidirectionnels présentés dans la **Table 4-30** sont utilisés pour réaliser des matériaux composites par le procédé de thermocompression. Les composites renforcés de ces tissus sont élaborés avec 2 plis de renfort orientés dans la même direction dans le moule.

La résine utilisée pour imprégner ces renforts textiles est une résine époxy GreenPoxy56<sup>®</sup> partiellement biosourcée, fournie par Sicomin<sup>®</sup>. Cette résine est associée à un durcisseur SD7561 avec un rapport de 100g de résine pour 37g de durcisseur pour préparer la matrice.

Les renforts textiles sont tout d'abord conditionnés à  $23^{\circ}$ C et  $65\% \pm 2\%$  d'humidité relative pendant 24h. Chaque tissu a des dimensions de  $28*28 \text{ cm}^2$ . Les deux plis de renfort sont placés dans un moule couvert par un papier téflon, puis la résine est déposée manuellement sur chaque pli (**Figure 4-90**). Lorsque les deux plis sont imprégnés, un papier téflon est utilisé pour les couvrir et une plaque est déposée pour les protéger et fermer le moule. Enfin, le moule est placé dans une presse chauffante Dolouet<sup>®</sup> selon le cycle de réticulation suivant : Une précuisson à 40°C pendant 15 minutes, puis une cuisson à 60°C pendant 1 heure, sous une pression de 3 bars pour les différents paliers, et finalement une post-cuisson à 130°C pendant 1 heure dans l'étuve. Ce protocole a été étudié et optimisé dans le cadre des travaux d'A-C Corbin [1] pour faciliter l'imprégnation de ces renforts. Les plaques produites sont ensuite démoulées et conditionnées pendant au moins une semaine à 23°C et 50% d'humidité relative.

Chapitre 4 : Elaboration et caractérisation des matériaux composites à base de renforts en chanvre



Figure 4-90: (a) Imprégnation manuelle du renfort textile, (b) plaque composite obtenue

## 2.3 Procédé d'élaboration des composites à base des structures hybrides

A partir des renforts hybrides constitués de fils guipés chanvre/PA11 et chanvre/PLA, les composites sont obtenus par le procédé de thermocompression. Ce procédé est simple à mettre en œuvre et rapide. Deux protocoles de fabrication, un pour le PA11 et l'autre pour le PLA, ont été définis après optimisation des paramètres.

Tout d'abord les tissus sont découpés à la taille désirée puis pesés et conditionnés à  $20^{\circ}$ C et à  $65\% \pm 2\%$  d'humidité relative. Après le conditionnement, deux plis de renforts sont superposés dans la même direction (**Figure 4-91**), puis placés dans le moule sur un papier téflon et recouvert d'un autre papier téflon et placé dans la presse. Les cycles de polymérisation sont présentés en **Figure 4-92** pour le chanvre/PA11 et en **Figure 4-93** pour le chanvre/PLA. Ces cycles ont été optimisés en se basant sur les développements de composites biosourcés dans la littérature [2–5].

La gamme de température de mise en œuvre du PA11 atteint des valeurs critiques entre 200-220°C non compatibles avec la tenue de la fibre de chanvre. La température de 200°C est choisie pour une mise en œuvre optimale du composite et pour ne pas dégrader les propriétés du chanvre. La viscosité du PA11 augmentant avec le temps, pour la bonne imprégnation du renfort de chanvre et une bonne distribution de la matrice à travers les plis, un temps de mise en œuvre ne dépassant pas 8 min a été choisi en accord avec la littérature [2,3,6]. En ce qui concerne la pression de mise en œuvre, une pression trop importante peut dégrader les propriétés de fibres et engendrer une désorientation des fils au sein des renforts. Différents niveaux de pression sont étudiés et une valeur de 60 bars est choisie pour obtenir une imprégnation correcte. Une vue microscopique du dessus des plaques à base des armures satin et natté après imprégnation est présenté en **Figure 4-94**. Les espaces vides visualisés préalablement sur les renforts avant imprégnation (**Figure 4-89**) sont désormais comblés de résine. Ainsi, les mèches de chanvre apparaissent plates et moins ondulées après la fusion du polymère par rapport à l'image prise avant imprégnation.

Le PLA quant à lui possède des températures de mise en œuvre inférieure par rapport au PA11 et qui se situent dans un intervalle de 175 à 195°C. Ces températures sont plus adaptées aux fibres de chanvre car, comme expliqué dans le chapitre 2, la dégradation des fibres commencent à partir de 200°C. La température de fusion du PLA se situe entre 165°C et 175°C. Pour une bonne imprégnation des fibres, une température de 180°C est choisie car en-dessous de cette température et pour des temps courts de mise en œuvre, la matrice ne fond pas correctement. En termes de pression, une valeur de 60 bars est choisie. Le temps de mise en œuvre est maintenu toujours à 8 min comme pour le chanvre/PA11 afin de préserver les propriétés des fibres de chanvre.



Figure 4-91: Empilement des renforts hybrides natté 3



Figure 4-92 : Cycle de polymérisation des composites chanvre/PA11



Chapitre 4 : Elaboration et caractérisation des matériaux composites à base de renforts en chanvre

Figure 4-93: Cycle de polymérisation des composites chanvre/PLA



Figure 4-94 : (a) Vue du dessus de la plaque composite à base d'armure satin CHPA11\_2, (b) vue du dessus de la plaque composite à base d'armure natté 3 CHPA11\_5

## **3** Propriétés physiques des matériaux composites

## 3.1 Propriétés des composites à base des structures QUD

La première caractéristique des matériaux composites est sa teneur en fibres exprimée en fraction volumique de fibres. Cette caractéristique ainsi que les fractions volumiques de matrice et de porosités sont évaluées par méthode gravimétrique. Les dimensions ainsi que le poids des différentes éprouvettes ont été mesurés. Ensuite, les différentes fractions volumiques sont calculées en appliquant les équations (4-1), (4-2) et (4-3).

$$V_f = \frac{M_f}{\rho_f \times V_c} \times 100 \tag{4-1}$$

$$V_m = \frac{M_c - M_f}{\rho_r \times V_c} \times 100 \tag{4-2}$$

$$V_p = 1 - V_f - V_m \tag{4-3}$$

$$M_f = M_{sur} \times n \times L \times l$$

Avec :

 $M_f$ : la masse des plis (g)  $M_{sur}$ : la masse surfacique de la gamme de renfort (g/m<sup>2</sup>) n: le nombre de plis du composite L: la longueur de l'éprouvette (m) l: la largeur de l'éprouvette (m)  $\rho_f$ : la masse volumique des fibres (g/m<sup>3</sup>)  $V_c$ : le volume du composite (m<sup>3</sup>)  $M_c$ : la masse du composite (g)  $\rho_r$ : la masse volumique de la matrice (g/m<sup>3</sup>)

Les valeurs moyennes des fractions volumiques de fibres et de porosités dans chaque biocomposite réalisé à base de renforts quasi-unidirectionnels sont données dans la **Table 4-32**. La fraction volumique des fibres évolue entre 38 à 49%, hormis pour le composite CQUD1, élaboré dans le cadre des travaux d'A-C Corbin [1,7] et qui atteint un taux de fibres important de 60%. Cette variation de fraction volumique de fibres dépend de la masse surfacique des structures tissées. Le taux volumique de porosités est compris entre 1,5 à 6,5%. Les conditions de fabrication des différents composites étant identiques, la différence de porosité entre le CQUD1 et CQUD4 est attribuée à la présence de fils retordus dans le renfort QUD1 qui rend l'imprégnation du renfort difficile, comme démontré dans les travaux d'A-C Corbin [1]. Les composites à base de fibres cardées dans les deux directions ou en trame (CQUD5, CQUD6, CQUD7, et CQUD8) présentent un taux de porosités plus élevé que le composite à base de fibres peignées (CQUD9) dans les deux directions. Les mèches de chanvre cardées ont subi un traitement afin de faciliter leur tissage ce qui peut empêcher la pénétration de la résine au cœur des mèches et donc à l'origine de cette augmentation de porosités dans ces structures.

unidirectionnels										
	CQUD1	CQUD4	CQUD5	CQUD6	CQUD7	CQUD8	CQUD9			
Vf (%)	60	48.8	38	40	42	42	44			
Vp (%)	4	1.5	6.5	6	6	5	3			

Table 4-32: Fraction volumique de fibres et de porosités dans les composites à base de renforts quasi-

## 3.2 Propriétés des composites à base des structures hybrides

Les valeurs moyennes des fractions volumiques de fibres et de porosités des composites renforcés de structures hybrides sont présentées dans la Table 4-33. Le taux volumique des composites renforcés de fils guipés chanvre/PA11 varie entre 39 à 44%. Ces biocomposites ont été fabriqués avec le même protocole et les conditions de mise en œuvre. La différence des taux de fibres obtenue dans chaque biocomposite est due principalement aux paramètres de guipage à l'échelle fil et aux types d'armure utilisés. A l'échelle fil, la composition volumique des fils en fibres de chanvre est très proche entre les trois fils et atteint 40%. Le taux de porosité dans ces composites est compris entre 3 et 6%, avec le plus faible taux pour le matériau CHPA11\_5. Ce matériau est renforcé de fils guipés HPA11\_3 ayant une densité de guipage de 400 tours/m moins importante que celle des deux fils HPA11\_1 et HPA11\_2 (500 tours/m).

Le composite à base de chanvre/PLA présente un taux de fibres plus élevé pour le premier matériau CHPLA\_1 (54%) et plus faible pour le deuxième matériau CHPLA\_2 et un taux de porosité faible. Si les paramètres du procédé de thermocompression sont différents de ceux utilisés pour les composites à base de chanvre/PA11 (en termes de température de mise en œuvre), le mélange à cœur des rubans de chanvre et de PLA permet une meilleure imprégnation. A l'échelle fil, le guipage est effectué sur un ruban contenant les fibres de chanvre et les fibres thermoplastiques (en proportion de 60% massique de fibres pour le fil HPLA\_1 et 50% massique de fibres pour le fil HPLA 2) avec une faible torsion de guipage (de 200 tours/m). Ceci permet de préserver l'alignement des fibres, de favoriser une distribution homogène de la matrice lors de la mise en œuvre des composites et de contrôler les taux de fibres dans la mélange.

unidirectionnel										
	CHPA11_	CHPA11_	CHPA11_	CHPA11_	CHPA11_	CHPLA_	CHPLA_			
	1	2	3	4	5	1	2			
Vf (%)	39	40	42	44	44,7	54	40			
Vp (%)	6	5	4	6	3.5	3	4			

Table 4-33: Fraction volumique de fibres et de porosités dans les composites renforcés de renfort quasi-

## 4 Propriétés mécaniques en traction des matériaux composites

#### 4.1 Présentation de l'essai de traction

Après conditionnement des plaques composites, les éprouvettes sont découpées pour caractériser leurs propriétés mécaniques en traction. Ces essais de traction sont réalisés sur un banc de traction MTS Criterion<sup>®</sup> 45 avec une cellule de charge de 10 kN, **Figure 4-95**, selon la norme ASTM D3039-00 [8]. Les éprouvettes composites ont une largeur de 15 mm et une longueur de jauge de 150 mm. Une vitesse de déplacement de la traverse de 1 mm/min est appliquée. Cinq éprouvettes sont testées dans chaque direction. Pour les structures hybrides, les deux directions chaine (direction 1) et trame (direction 2) sont étudiées, tandis que pour les composites quasi-unidirectionnels, seulement dans la direction trame (direction des fibres). Comme expliqué dans le chapitre 3 précédent, les Quasi-UD sont tissés en chaine avec un fil qui assure uniquement le liage de la structure. Pour mesurer l'allongement de l'éprouvette, un extensomètre possédant une longueur de jauge de 50 mm est placé sur l'échantillon pour mesurer localement la déformation. A partir des données enregistrées lors de l'essai, la courbe « contrainte-déformation » est tracée pour chaque éprouvette, et à partir de laquelle la contrainte et la déformation à rupture ainsi que le module sont extraits. Le module est calculé entre 0.01% et 0.1% de déformation.



Figure 4-95: Essai de traction sur une éprouvette composite

La courbe moyenne en traction d'un composite à base de fibres de chanvre sous forme de tissu et de résine époxy (**Figure 4-96**) est caractérisée par deux zones : à faible déformation, une première zone linéaire suivie d'un adoucissement du module, qui conduit jusqu'à sa rupture. L'allure des courbes de la contrainte en fonction de la déformation dépend fortement de l'architecture du renfort comme illustré en **Figure 4-97** pour des composites renforcés de structures quasi-unidirectionnels et des composites renforcés de tissus hybrides chanvre/PA11 et de tissus satin 6 chanvre/époxy. Ces trois exemples exhibent des différences dans l'allure de la courbe de comportement, notamment sur la non-linéarité, qui conduit à distinguer deux modules tangents. Un premier module dans la gamme de déformation entre 0-0,2% et un second module dans l'intervalle de déformation entre 0,3-0,5%. La diminution du second module par

rapport au premier caractérise le phénomène d'adoucissement du matériau jusqu'à sa rupture. Dans le cas des composites à base de renforts quasi-unidirectionnels, la courbe moyenne est plus droite et quasi-linéaire par rapport à celle des composites à base de tissu satin 6. Ceci est dû à l'ondulation des fils au sein de ces structures qui est très faible dans les composites quasiunidirectionnels (faible embuvage et retrait). Ainsi, le comportement mécanique, en termes de contrainte et module, des composites à base de renforts quasi-unidirectionnels est plus élevé que celui des composites à base de tissus.



Figure 4-96: Exemple de courbe de traction des biocomposites chanvre/époxy



Figure 4-97: Courbes moyennes des composites à base de différentes structures textiles : QUD et satin 6

## 4.2 Propriétés en traction des matériaux composites à base des structures QUD

La **Figure 4-98** présente les valeurs moyennes de contrainte à rupture en traction, dans la direction principale (direction trame) des différents composites à base de renforts quasiunidirectionnels. Ces composites ont été testés uniquement dans la direction trame, les propriétés dans la direction transverse n'ont pas été identifiées. Ce type de structure possède des propriétés fortement déséquilibrées entre les deux directions, avec des propriétés plus élevées dans la direction contenant le maximum de fibres, et des propriétés très faibles dans la direction transverse [9].

Avec un taux volumique de fibres de 49% et un taux de porosités le plus faible de 1,5%, le matériau CQUD4 présente la contrainte à rupture la plus élevée (316 MPa) par rapport à celle des autres composites. Le matériau CQUD1 ayant le taux volumique de fibres de 60% le plus élevé, présente quant à lui une contrainte à rupture assez proche à celle du CQUD4. En effet, la structure du CQUD4 a été optimisée en utilisant des mèches de chanvre faiblement retordues et non traitées dans la direction principale des fibres tout en réduisant la densité des fils dans cette direction. Ces deux composites présentent donc des meilleures performances en contrainte que les autres composites à base de mèches cardées ou peignées sans encollage.

En comparant les composites à base de mèches cardées dans les deux directions (CQUD5 et CQUD6), le composite renforcé de renforts tissés sur métier manuel (CQUD5) se caractérise par le plus fort taux de porosités et le plus faible taux de fibres et par conséquent par la plus faible contrainte à rupture. La même tendance a été retrouvée à l'échelle renfort (Chapitre 3, Figure 3-60). Le matériau CQUD7, à base de mèches cardées dans la direction principale et peignées dans la direction transverse, présente un taux de fibres proche à celui du matériau COUD6 à base de mèches cardées dans les deux directions. Par conséquent, la contrainte à rupture est quasiment similaire entre les deux matériaux. D'autre part, la présence de mèches peignées sans encollage dans la direction chaine du matériau CQUD8 conduit à diminuer le taux de porosités légèrement par rapport aux autres matériaux élaborés sur métier automatique (CQUD6 et CQUD7) et donc à améliorer les performances en contraintes (proche du CQUD7) par rapport à celles du matériau CQUD6. Ainsi, l'utilisation de mèches peignées sans encollage dans les deux directions du matériau CQUD9 conduit à une meilleure imprégnation des fibres avec un taux de porosités plus faible que les matériaux à base de mèches cardées dans les deux directions (CQUD5, CQUD6) et seulement en direction trame (CQUD7 et CQUD8) et donc à des meilleures performances en contrainte à rupture.

A l'échelle mèche, les mèches de chanvre cardées ont une ténacité faible (Chapitre 2, **Table 2-9**) et sont plus retordues que les autres types de mèches (61 tours/m avant tissage et 60 tours/m après tissage). L'augmentation de la torsion des mèches rend l'imprégnation des fibres plus difficile et conduit donc à des taux de porosités plus élevés, et par conséquent à des performances en contraintes plus faibles à l'échelle composite. Comme démontré dans la littérature [9–12], plus la torsion augmente, plus les fibres seront désorientées par rapport à l'axe de la sollicitation mécanique et plus la contrainte à rupture décroit. Les propriétés obtenues pour les composites à base des mèches de chanvre cardées sont liées alors aux

traitements chimiques appliquées sur ces dernières et qui rend l'imprégnation des fibres plus difficile ainsi qu'au forte torsion appliquée aux mèches de chanvre.

La **Figure 4-99** permet de comparer ces contraintes à rupture pour un taux de fibres équivalent (à 45%). Ces propriétés sont recalculées à partir de la loi des mélanges classique (Chapitre 2, Eq. 2-4). En rapportant ces contraintes à un taux de fibre de 45%, l'écart de performances entre CQUD1 et CQUD4 devient plus important ce qui est dû à un taux de porosité faible pour CQUD4. Tandis que, la contrainte à rupture du matériau CQUD9 devient identique à celle du composite CQUD1. Pour les composites à base de mèche cardées dans la direction trame, les performances en contraintes sont pilotées par le taux de porosités. Ainsi, l'écart de performances entre les matériaux produits sur métier automatique devient très faible.

La **Figure 4-100** montre les éprouvettes composites après le test de la traction. La rupture des éprouvettes composites renforcés de quasi-unidirectionnels est localisée pour l'ensemble des éprouvettes au niveau du fil retordu ou de la mèche utilisée en sens chaine.



Figure 4-98: Contraintes à rupture des composites à base de renforts quasi-unidirectionnels





Figure 4-99: Contraintes à rupture des composites à base de renforts quasi-unidirectionnels pour un Vf=45%



Figure 4-100: éprouvettes composites après l'essai de traction

L'évolution de la déformation à rupture des différents composites est présentée en **Figure 4-101**. Cette déformation est plus élevée pour les composites renforcés de mèches de chanvre peignées par rapport aux composites renforcés de mèche de chanvre cardées. La valeur la plus élevée est obtenue par les composites à base de mèche peignée sans traitement

(CQUD4). Tandis que la déformation des composites à base de mèches peignées sans encollage est similaire à celle des composites à base de mèches peignées traitées (CQUD1 et CQUD9). Ainsi, Le traitement chimique appliqué aux mèches de chanvre influe sur la déformation à l'échelle composite. La même remarque est retrouvée dans les études précédentes d'A-C Corbin [7,13]. A l'échelle fil, la déformation à rupture des mèches traitées composant la structure du composite CQUD1 est supérieure à celle des mèches cardées et peignées non encollées (Chapitre 2, **Figure 2-31**). Cette tendance n'a pas été retrouvée à l'échelle composite. Ceci peut être expliqué par la présence de fils retordus en sens chaine du composite CQUD1, qui engendre des ruptures prématurées au niveau de ces fils et également au traitement appliqué sur ces mèches.



Figure 4-101: Déformation à rupture des composites renforcés de tissus quasi-unidirectionnels

Le module calculé dans la première partie des courbes des différents biocomposites est présenté en Figure 4-102 et Figure 4-103 (pour un Vf=45%).

Le CQUD1 avec le taux de fibres le plus élevé présente un module plus élevé par rapport aux autres composites. Toutefois, pour un taux volumique de fibres 49% et un taux de porosités très faible, le matériau CQUD4 présente un module proche de celui du CQUD1 (différence de 23%). Comme pour la contrainte à rupture, le module des composites augmente avec l'augmentation du taux de fibres. Ainsi, avec un faible taux de porosité du CQUD9, le module augmente respectivement de 13% et 62% par rapport aux matériaux CQUD8 et CQUD7. Comme démontré dans la littérature [9,14], les propriétés des composites renforcés de tissus quasi-unidirectionnels sont principalement influencées par les propriétés du renfort et leur fraction volumique. En ramenant ces propriétés à un taux de fibres équivalents de 45% (**Figure 4-103**), les performances en module des composites à base de mèches peignées non traitées CQUD4 et peignées sans encollage CQUD9 atteignent celles des matériaux à base de mèches traitées CQUD1 (voir plus élevées pour CQUD4). Ainsi, avec la présence de mèches peignées sans encollage (fils de liage) dans la structure des matériaux CQUD8, le module dans la direction trame augmente et devient compétitif à celui des matériaux CQUD9.



Figure 4-102: Modules des composites renforcés de tissus quasi-unidirectionnels



Figure 4-103: Modules des composites renforcés de tissus quasi-unidirectionnels (Vf=45%)

Les propriétés mécaniques en traction des différents composites à base de renforts quasiunidirectionnels présentées précédemment sont récapitulées en **Table 4-34**. Ces composites sont comparés à d'autres matériaux dans la littérature, renforcés soit à base de renforts unidirectionnels en lin et chanvre, quasi-unidirectionnels en lin et chanvre ou tissus en chanvre. Les caractéristiques des différents composites issus de la littérature sont présentées en **Table 4-** **35.** A l'exception des deux matériaux QUD 800 et CH3 à base de deux plis, le reste des matériaux présente un nombre de plis différents. Ainsi, le taux volumique de fibres varie également selon les matériaux et le procédé de fabrication utilisé. Avec seulement deux plis de renforts et une masse surfacique importante (Chapitre 3, Figure 3-50), les composites de ces travaux atteignent des taux de fibres proches de ceux des matériaux avec plus de deux plis. Pour l'ensemble des matériaux issus de la littérature, les plis sont déposés avec la même orientation et testés dans la direction principale des fibres.

Pour un taux de fibres ramené à 45%, les comparaisons, en contrainte et en module, sont présentées en **Figure 4-104** et **Figure 4-105**. Les propriétés des composites de ces travaux sont repérées par la couleur bleu, celles des travaux d'A-C Corbin [9,15] par la couleur rouge et celles de la littérature par la couleur verte.

Les performances mécaniques en contrainte du matériau CQUD4 dépassent celles de l'ensemble des matériaux issus de la littérature qu'ils soient renforcés d'unidirectionnels, de quasi-unidirectionnels ou de tissus. La contrainte à rupture des matériaux à base de mèches cardées est quant à elle, similaire à celle des matériaux renforcés de quasi-unidirectionnels de chanvre CQUD 800, de tissus (CH1, CH2 et CH3) et d'unidirectionnels en lin UD 380. Tandis que la contrainte à rupture du matériau à base de mèches peignées sans encollage CQUD9 est proche des performances du matériau QUD 115 à base du lin. Ainsi, la contrainte à rupture des composites quasi-unidirectionnels est très élevée par rapport à celle des composites renforcés de tissus à base d'armure toile, sergé et satin. A l'inverse des tissus, les fibres sont mieux alignées dans les structures quasi-unidirectionnelles et leur ondulation est réduite, ce qui conduit à des meilleures performances à l'échelle composite.

Concernant la rigidité de ces matériaux, le module des matériaux à base de mèches cardées est plus faible par rapport à celui obtenu dans la littérature pour les matériaux renforcés de quasi-unidirectionnels, de tissus et d'unidirectionnels. Par contre, la présence de mèches peignées sans encollage dans la direction chaine (fils de liage) du matériau CQUD8 améliore ses performances. Les deux matériaux CQUD4 et CQUD9 possèdent des modules plus élevés que ceux des composites renforcés de chanvre et qui sont proches de ceux des composites renforcés de quasi-unidirectionnels en lin (QUD 300). L'utilisation de mèche peignées sans encollage et de mèches peignées sans traitement améliorent l'imprégnation des fibres et par conséquent les performances des composites.

	Type de renfort	Taux de fibres (%)	Nombre de plis	Taux de porosité (%)	Contrainte à rupture (MPa)	Module (GPa)	Déformation à rupture (%)	
CQUD1	QUD1	60	2	4	$216 \pm 31$	$24 \pm 2$	$1,36 \pm 0,17$	
CQUD4	QUD4	49	2	1,5	$300 \pm 20$	$25 \pm 2$	$1{,}79\pm0{,}11$	
CQUD5	QUD5	38	2	6,5	$181 \pm 10$	$7\pm2$	$1,15 \pm 0,12$	
CQUD6	QUD6	40	2	6	$207 \pm 9$	$9 \pm 1$	$1,\!16\pm0,\!11$	
CQUD7	QUD7	42	2	6	$203 \pm 12$	$9\pm1$	$1,\!18\pm0,\!11$	
CQUD8	QUD8	42	2	5	$209 \pm 9$	$22 \pm 2$	$1,2 \pm 0,1$	
CQUD9	QUD9	44	2	3	$224\pm10$	$24 \pm 1$	$1,38 \pm 0,06$	
Table 4-35: Composition et propriétés mécaniques en traction des composites à base de fibres naturelles issues de la littérature								

	Type de renfort	Procédé de fabrication	Taux de fibres (%)	Nombre de plis	Taux de porosité (%)	Contrainte à rupture (MPa)	Module (GPa)	Déformation à rupture (%)	Références
QUD 800	Quasi-UD800 chanvre	Thermocomp ression	32	2	2,26	$140\pm2$	$7,6 \pm 0,3$	$2,\!97 \pm 0,\!05$	[10]
UD F75	UDF75 chanvre	Thermocomp ression	30	-	-	$175\pm28$	$16 \pm 2$	$1,8 \pm 0,3$	[16]
CH1	Tissu chanvre toile	Thermocomp ression	45	4	2,4	$175\pm7$	15,9 ± 0,8	$2,\!23\pm0,\!05$	[15]
CH2	Tissu chanvre satin 6	Thermocomp ression	45	4	0,4	$214\pm14$	$20,1\pm0,4$	$1,8 \pm 0,2$	[15]
CH3	Tissu chanvre sergé 6	Thermocomp ression	45	2	2,8	$192\pm7$	$16 \pm 1$	$2,\!04\pm0,\!04$	[15]
QUD 300	QUASI-UD300 Lin	RTM	40	4	-	$235\pm31$	$22{,}9\pm0{,}5$	$1,51 \pm 0,4$	[17]
UD 200	UD200 Lin	RTM	40	6	-	$249\pm9$	$26,6 \pm 2,3$	$1,16 \pm 0,1$	[17]
UD 380	UD380 Lin	Thermocomp ression	57	8	6	$260\pm27$	26,3 ± 2,1	$1,58 \pm 0,11$	[18]
QUD 115	QUD115 Lin	Thermocomp ression	46	10	5	235 16	23,1 ±.4	$1,51 \pm 0,12$	[18]



Chapitre 4 : Elaboration et caractérisation des matériaux composites à base de renforts en chanvre

Figure 4-104: Comparaison des contraintes à rupture des composites de ces travaux avec la littérature (Vf=45%)



Figure 4-105: Comparaison des modules des composites de ces travaux avec la littérature (Vf=45%)

## 4.3 Propriétés en traction des matériaux composites à base des structures hybrides

Les propriétés en traction des biocomposites élaborés à base de fils guipés chanvre/PA11 et chanvre/PLA sont présentées en **Figure 4-106** pour la contrainte à rupture, en **Figure 4-107** pour les déformations à rupture et en **Figure 4-108** pour les modules, pour les deux directions chaine (noté direction 1) et trame (noté direction 2).

Hormis le matériau CHPA11\_3 ayant la contrainte la plus élevée dans les deux directions pour un taux de fibres de 42%, la contrainte à rupture dans les deux directions de l'ensemble des matériaux à base du chanvre/PA11, augmente avec l'augmentation du taux de fibres dans les différents matériaux. Ainsi, les deux composites CHPA11\_1 et CHPA11\_2 à base du même fil guipé HPA11\_1, ayant les plus faibles taux de fibres, ont les plus faibles résistances à rupture, par rapport respectivement au matériau CHPA11\_3 (à base du fil guipé HPA11\_2), et aux matériaux CHPA11\_4 et CHPA11\_5 (à base du fil guipé HPA11\_3). Avec un taux volumique de fibres proche de 45%, la contrainte à rupture dans la direction 2 du matériau CHPA11\_5, ayant le plus faible taux de porosité, est légèrement plus élevée (6%) que celle du matériau CHPA11\_4.

A l'échelle fil (Chapitre 2, Table 2-13 et Figure 2-36), les deux fils HPA11\_1 et HPA11\_2 (à même taux massique de fibres) ont une ténacité plus élevée que le fil HPA11\_3. Les trois fils se diffèrent également par la torsion de guipage et qui est moins élevée pour le fil HPA11\_3. De plus, le fil guipé HPA11\_2 est retordu en sens S. Sur la broche creuse, la mèche de chanvre ayant une torsion faible dans le sens Z est introduite, et lors du guipage, le multi-filament du PA11 est enroulé en sens Z autour cette dernière, pour obtenir un fil guipé en sortie en sens S. Le guipage du PA11 autour de la mèche de chanvre lui apporte une torsion supplémentaire et rend la structure à l'intérieur du fil plus retordu. Par conséquent, les propriétés mécaniques à l'échelle fil, tissu et composite augmentent.

Pour les deux matériaux CHPA11\_1 et CHPA11\_2, l'écart entre les propriétés mesurées, dans les deux directions est très faible même si les densités chaine/trame sont différentes entre les deux matériaux. Tandis que pour les deux composites CHPA11\_4 et CHPA11\_5, la contrainte à rupture est plus élevée dans la direction 2 par rapport à la direction 1. La même évolution est retrouvée à l'échelle renfort, même si les densités de fils sont identiques entre les deux directions chaine et trame.

En comparant les deux matériaux CHPA11\_1 et CHPA11\_2 à base du même type de fil guipé HPA11\_1, la contrainte à rupture du CHPA11\_2 à base d'une armure satin est légèrement supérieure, dans les deux directions, à celle du composite CHPA11\_1 à base d'armure sergé. Bien que cette différence n'est pas très importante (21% pour la direction 1 et 12% pour la direction 2), l'effet armure pourrait justifier cette différence. Pour le composite CHPA11\_3, sa contrainte à rupture est 2 fois plus élevée que celle du composite CHPA11\_1 fabriqué avec le même type d'armure à l'échelle tissu mais avec des fils différents. Les deux matériaux à base du fil HPA11\_3, ont des propriétés proches malgré la différence du type d'armure et des densités associées.

Pour un taux volumique de fibres important, le matériau CHPLA\_1 présente une contrainte à rupture plus élevée que celle du matériau CHPLA\_2, dans les deux directions. La contrainte à rupture dans la direction 1 est légèrement plus élevée que celle de la direction 2 pour les deux matériaux. A l'échelle tissu, la même tendance est retrouvée même si le ratio de fibres est identique dans les deux directions pour CHPLA\_1.

Pour l'ensemble des matériaux à base du chanvre/PA11 (Figure 4-20), la déformation à rupture est quasiment identique entre les deux directions indépendamment des armures et

retrait/embuvage et ne suit pas la même évolution retrouvée à l'échelle renfort. Cette déformation est faible pour les matériaux à base du fil HPA11\_3 par rapport à celle des matériaux à base du fil HPA11\_1. Pour les matériaux à base du chanvre/PLA, la déformation à rupture est également réduite à cette échelle composite.

Le module des différents composites à base de fils guipés est faible par rapport aux modules souhaités pour les composites biosourcés. Des résultats identiques sont obtenus par d'autres travaux [2–4,19]. Pour l'ensemble des matériaux composites à base du chanvre/PA11, le module augmente avec l'augmentation du taux de fibres. Les modules des matériaux à base du fil guipé HPA11\_1 et HPA11\_2 sont très faibles, dans les deux directions, par rapport aux matériaux à base du fil guipé HPA11\_3. Cet écart de performance peut être dû à la densité de guipage appliquée aux mèches de chanvre (500 tours/m pour les deux premiers fils et 400 tours/m pour le troisième fil). Ainsi, pour les matériaux CHPA11\_4 et HPA11\_5 à base du même fil guipé, le module dans la direction 2 du CHPA11\_5, ayant le faible taux de porosité, est plus élevé par rapport celui du matériau CHPA11\_4.

Pour les composites renforcés de structures à base d'un mélange chanvre/PLA, le module est quasiment similaire dans les deux directions pour le matériau CHPLA\_1, tandis qu'il est déséquilibré entre les deux directions pour le matériau CHPLA\_2. Ainsi, l'évolution du module dépend fortement du taux de fibres. Le module est plus important pour le CHPLA\_1 ayant le plus fort taux de fibres.

Les faciès de rupture des éprouvettes à l'issue du test de traction sont présentés en **Figure 4-109**. Les fibres ont un aspect sec dû principalement à leur caractère hydrophile qui rend l'adhésion entre les fibres et la matrice faible. L'imprégnation à cœur des fibres de chanvre n'a pas été optimale. Des zones plus riches en résine sont identifiées (cercle jaune en **Figure 4-111**).



Direction 1 (chaine) Direction 2 (trame)

Figure 4-106: Les contraintes à rupture des composites renforcés de structures hybrides



5 1 1 5 5



#### Direction 1 (chaine) Direction 2 (trame)

Figure 4-108: Les modules des composites renforcés de structures hybrides

#### Chapitre 4 : Elaboration et caractérisation des matériaux composites à base de renforts en chanvre



Figure 4-109: Faciès de rupture des éprouvettes après l'essai de traction avec une vue microscopique de la coupe transversale, a) composite CHPA11\_5 et b) composite CHPA11\_4

L'ensemble des propriétés mécaniques en traction longitudinale de ces composites est regroupé en **Table 4-36**. Ces propriétés sont comparées à d'autres composites issus de la littérature et sont présentées en **Table 4-37**. Le type de renfort, le procédé de fabrication ainsi que la composition des composites de la littérature sont également présentées en **Table 4-37**. Deux types de renforts sont choisis pour cette étude comparative. Des renforts tissés à base de

fils guipés chanvre/PA12 [19] et des tissus à base de chanvre/PLA obtenus par mélange intime et guipage [20], mais également des renforts unidirectionnels à base de fils obtenus par mélange intime de chanvre/PP et lin/PP [21]. Des composites obtenus par film stacking de FlaxTape/PA11 sont également présentés. L'ensemble des matériaux de la littérature présentent des taux de fibres faibles par rapport aux taux de fibres des matériaux développés dans ces travaux (**Table 4-36**). Les plis des différents matériaux sont déposés avec la même orientation, et testés dans la direction des fibres (pour les composites unidirectionnels) et dans la direction trame (pour les composites à base de tissus).

Les performances mécaniques en traction des différents biocomposites sont présentées en **Figure 4-110** pour les contraintes à rupture et en **Figure 4-111** pour les modules. Les composites de la littérature sont repérés par la couleur verte. A l'exception du composite obtenu par film stacking du Flaxtape/PA11 et qui présente des performances en contraintes et modules plus élevées, la contrainte à rupture des matériaux chanvre/PA11 et chanvre/PLA de ces travaux est proche à celle obtenue dans la littérature pour les composites renforcés d'unidirectionnels et de tissus. A l'échelle composite, la contrainte à rupture des composites renforcés de chanvre/PA11 est meilleur par rapport à celle obtenue pour les matériaux à base du chanvre/PA12. Concernant la rigidité, le module des composites de ces travaux à base de fils guipés chanvre/PA11 sont faibles par rapport aux matériaux renforcés de structures unidirectionnelles et tissées. Tandis que celui des composites à base du chanvre/PLA est assez proche de celui des composites renforcés d'unidirectionnels et tissées. Tandis que celui des composites a base du chanvre/PLA est assez proche de celui des composites renforcés d'unidirectionnels en chanvre/PP, mais pour un taux de fibres plus important.

Table 4-30: Composition et proprietes mecaniques en traction des composites renforces de structure hybrides de ces travaux								
	Type de renfort	Taux de fibres (%)	Nombre de plis	Taux de porosité (%)	Contrainte à rupture (MPa)	Module (GPa)	Déformation à rupture (%)	
CHPA11_1	Sergé 6 chanvre/PA11	39	2	6	$\begin{array}{c} 63,6\pm 3,2\\ 66,89\pm 4,12\end{array}$	$0,9 \pm 0,2 \\ 1,9 \pm 0,01$	$\begin{array}{c} 5{,}9\pm 0{,}27\\ 6{,}45\pm 0{,}78\end{array}$	
CHPA11_2	Satin 6 chanvre/PA11	40	2	5	$71,61 \pm 5,47 \\ 80,97 \pm 5,81$	$\begin{array}{c} 2,\!45\pm0,\!13 \\ 1,\!84\pm0,\!56 \end{array}$	$\begin{array}{c} 4,71 \pm 0,44 \\ 5,25 \pm 0,18 \end{array}$	
CHPA11_3	Sergé 6 chanvre/PA11	42	2	4	$\begin{array}{c} 134,\!21\pm3,\!94\\ 121,\!81\pm4,\!71 \end{array}$	$\begin{array}{c} 1,\!45\pm0,\!24\\ 1,\!2\pm0,\!5\end{array}$	$\begin{array}{c} 10,16 \pm 0,3 \\ 10,38 \pm 0,23 \end{array}$	
CHPA11_4	Satin 6 chanvre/PA11	44	2	6	$\begin{array}{c} 76,05\pm 3,5 \\ 138,1\pm 3,87 \end{array}$	$\begin{array}{c}2,88\pm0.9\\5\pm0.9\end{array}$	$\begin{array}{c} 3,89 \pm 0,23 \\ 2,85 \pm 0,18 \end{array}$	
CHPA11_5	Natté 3 chanvre/PA11	45	2	3,5	$\begin{array}{c} 76,\!42\pm4,\!79 \\ 146,\!92\pm4,\!78 \end{array}$	$\begin{array}{c} 4,\!41\pm0,\!81 \\ 10,\!55\pm0,\!95 \end{array}$	$\begin{array}{c} 2,78 \pm 0,16 \\ 1,81 \pm 0,12 \end{array}$	
CHPLA_1	Satin 6 chanvre/PLA	54	2	3	$79,69 \pm 2,47 \\ 61,86 \pm 0,22$	$\begin{array}{c} 11,\!48\pm0,\!12 \\ 10,\!04\pm1 \end{array}$	$\begin{array}{c} 1,96 \pm 0,24 \\ 1,61 \pm 0,26 \end{array}$	
CHPLA_2	Satin 6 chanvre/PLA	40	2	4	$\begin{array}{c} 44,23 \pm 8,77 \\ 30,44 \pm 1,74 \end{array}$	$8,56 \pm 1,68$ $5,69 \pm 2,26$	$5,26 \pm 0,09 \\ 5,35 \pm 0,01$	

Table 4-36: Composition et propriétés mécaniques en traction des composites renforcés de structure hybrides	de ces travaux
---	----------------

Table 4-37: Composition et propriétés mécaniques en traction des composites renforcés de structure hybrides issues de la littérature

	Type de renfort	Procédé de fabrication	Taux de fibres (%)	Nombre de plis	Taux de porosité (%)	Contrainte à rupture (MPa)	Module (GPa)	Déformation à rupture (%)	Références
CHPA12_S6_Tr	Satin 6 Chanvre/PA12	Thermocomp ression	60 massique	2	-	$55,9\pm2,7$	$3,14 \pm 0,18$	$3 \pm 1$	[19]
CHPP_UD	UD Chanvre/PP	Thermocomp ression	34	2	0.9	$127,2 \pm 8,4$	$11,2 \pm 2,1$	-	[21]
CHPLA_S8_Tr	Satin 8 Chanvre/PLA	Thermocomp ression	26	6	0.96	88,06 ± 7,70	$10,2 \pm 2,7$	$1,35 \pm 0,30$	[20]
Ftape_PA11_0	<b>UD</b> Flaxtape/PA11	Film stacking	41	-	-	$229\pm21$	23 ± 2	$1,17 \pm 0,11$	[2]
FPP_UD	UD Lin/PP	Thermocomp ression	31	2	3.6	145,6 ± 3,8	$15 \pm 2$	-	[21]





Figure 4-110: Comparaison des contraintes à rupture des composites de ces travaux avec la littérature



Direction 1 (chaine) Direction 2 (trame)

Figure 4-111: Comparaison des déformations à rupture des composites de ces travaux avec la littérature
### Conclusion

Dans ce chapitre, Les propriétés des composites renforcés des différents renforts textiles précédemment développés par tissage ont été étudiées.

Les matériaux ainsi que les protocoles de mise en œuvre des différents composites ont été présentés. Le procédé de thermocompression est choisi pour la mise en œuvre des plaques composites pour sa rapidité et sa facilité de mise en œuvre. Ce procédé est utilisé pour réaliser deux types de composites : des composites à base de renforts quasi-unidirectionnels et une matrice thermodurcissable partiellement biosourcé (GreenPoxy) et des composites renforcés de tissus hybrides contenant la matrice thermoplastique (polyamide 11 (PA11), polymère 100% biosourcé et polylactique (PLA) qui est de plus biodégradable). Tout d'abord, les propriétés physiques en termes de composition volumique en fibre et porosité de ces biocomposites ont été déterminées et analysées. Le taux volumique dans les composites à base de renfort quasiunidirectionnel est compris entre 40 et 48% et ceci quel que soit le type de mèche de chanvre utilisé. Toutefois, le taux de porosités obtenus dans les composites renforcés de mèches de chanvre cardées et peignées encollées est relativement élevé par rapport à celui obtenu dans les composites à base de mèches de chanvre non traitées. Le traitement chimique ainsi que l'encollage des fibres rendent l'imprégnation des fibres difficile. Ceci est traduit également au niveau des propriétés mécaniques en traction, où les propriétés sont impactées par la présence de mèches traitées dans la structure. Ainsi, la contrainte et le module de ces composites dépendent fortement du taux volumique de fibres et augmentent avec le pourcentage de fibres dans les plaques et ceci est en adéquation avec la littérature. L'élimination des traitements appliqués aux mèches après tissage et une amélioration du procédé de mise en œuvre de ces composites et est recommandée pour diminuer le taux de porosité et améliorer les propriétés mécaniques. En ce qui concerne les composites renforcés de structures hybrides, le taux volumique de fibres dépend fortement de la densité de guipage du multi-filament autour de la mèche, du type d'armure choisi ainsi que des conditions de mise en œuvre. Ce taux varie entre 38 à 44% pour le composite renforcé de chanvre/PA11 et atteint 54% pour les composites renforcés de chanvre/PLA. Les propriétés mécaniques de ces composites dépendent également du taux de fibres ainsi que du taux de porosité.

Les propriétés des composites de ces travaux ont été également comparées avec celles des composites étudiés dans la littérature. Les composites renforcés de structures quasiunidirectionnelles présentent des résultats compétitifs au regard des composites renforcés de renforts déjà disponibles sur le marché et commercialisés. Les propriétés des composites à base de mèches de chanvre peignées non traitées sont similaires voire supérieures (pour la contrainte) à celles des matériaux issus de la littérature. Concernant les composites à base de structures hybrides, les propriétés mécaniques en traction sont encore faibles par rapport aux propriétés souhaitées mais en comparant avec les données disponibles dans la littérature, ces propriétés sont compétitives par rapport à la plupart des matériaux de la littérature.

Des développements au niveau de la préparation des fils guipés permettra d'optimiser le mélange chanvre/matrice et l'imprégnation des fibres. Les propriétés des matériaux composites sont liées essentiellement aux propriétés des renforts, donc le choix d'un renfort optimisé et adapté au cahier des charges et à l'application finale permet d'atteindre les performances désirées. L'amélioration de l'alignement des fils au sein des structures des renforts textiles ainsi que l'amélioration des propriétés des mèches sont indispensables pour maximiser les performances des composites biosourcés.

Par la suite, le développement de renforts plus équilibrés à base des mèches de chanvre cardées et de combinaison de mèches cardées et peignées permettra d'étudier l'influence de différents types d'armures et de liage de fibres sur les propriétés des composites. Ainsi, l'étude des propriétés des composites en flexion, à l'impact ainsi que l'étude de la qualité d'interface fibre/matrice est à réaliser pour compléter l'ensemble des caractéristiques de ces matériaux et pour enrichir la base de données sur ce type de composites.

### **Références**

- [1] A.-C. Corbin, B. Sala, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, V. Placet, Development of quasi-unidirectional fabrics with hemp fiber: A competitive reinforcement for composite materials, Journal of Composite Materials. 55 (2021) 551–564. https://doi.org/10.1177/0021998320954230.
- [2] C. Gourier, Contribution à l'étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique polyamide-11 et renforcés par des fibres de lin, Thèse de l'Université de Bretagne Sud, 2016. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01445578.
- [3] Y. Lebaupin, Comportement à l'impact et post-impact d'un composite lin/polyamide 11 élaboré par thermocompression, Thèse de doctorat de l'ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers, 2016. https://tel.archivesouvertes.fr/tel-01447572.
- [4] B. Baghaei, M. Skrifvars, L. Berglin, Manufacture and characterisation of thermoplastic composites made from PLA/hemp co-wrapped hybrid yarn prepregs, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 50 (2013) 93–101. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.03.012.
- [5] A. Rubio-López, A. Olmedo, A. Díaz-Álvarez, C. Santiuste, Manufacture of compression moulded PLA based biocomposites: A parametric study, Composite Structures. 131 (2015) 995–1000. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.06.066.
- [6] Y. Lebaupin, M. Chauvin, T.-Q.T. Hoang, F. Touchard, A. Beigbeder, Influence of constituents and process parameters on mechanical properties of flax fibre-reinforced polyamide 11 composite, Journal of Thermoplastic Composite Materials. 30 (2017) 1503– 1521. https://doi.org/10.1177/0892705716644669.
- [7] A.-C. Corbin, Développement et analyse multi-échelle de renforts en chanvre pour applications biocomposites, Thèse de doctorat de l'université de Lille, 2020.
- [8] ASTM International ASTM D3039 / D3039M-17, Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, West Conshohocken, 2017. https://doi.org/10.1520/D3039\_D3039M-00.
- [9] A.-C. Corbin, B. Sala, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, V. Placet, Development of quasi-unidirectional fabrics with hemp fiber: A competitive reinforcement for composite materials, Journal of Composite Materials. 55 (2021) 551–564. https://doi.org/10.1177/0021998320954230.
- [10] Y. Karaduman, N.S. Karaduman, H. Secinti-Klopf, Production of quasi-unidirectional woven fabrics from water-retted hemp fibers and mechanical characterization of their composites, Journal of Composite Materials. (2023) 00219983231168947. https://doi.org/10.1177/00219983231168947.
- [11] F. Omrani, P. Wang, D. Soulat, M. Ferreira, Mechanical properties of flax-fibrereinforced preforms and composites: Influence of the type of yarns on multi-scale characterisations, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 93 (2017) 72– 81. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.11.013.
- [12] C. Lu, C. Wang, K. Mohd Salleh, S. Zakaria, Y. Chen, J. Tong, N. Deng, Q. Zuo, Y. Yan, Influence of hemp roving twist and fiber apparent parameters on the mechanical properties and water absorption of quasi-unidirectional composites, Textile Research Journal. (2022) 004051752210955. https://doi.org/10.1177/00405175221095584.
- [13] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A. Labanieh, X. Gabrion, V. Placet, Improvement of the Weavability of Natural-Fiber Reinforcement for Composite Materials Manufacture, RCMA. 29 (2019) 201–208. https://doi.org/10.18280/rcma.290403.
- [14] N. Graupner, D.E. Weber, E.G. Bell, K.-H. Lehmann, H.-W. Hilgers, H. Randerath, T. Gries, I. Walenta, M. Joulian, J. Müssig, Hemp From Disordered Lines for New Staple

Fibre Yarns and High-Performance Composite Applications, Frontiers in Materials. 8 (2022). https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fmats.2021.807004.

- [15] A.-C. Corbin, D. Soulat, M. Ferreira, A.-R. Labanieh, X. Gabrion, P. Malécot, V. Placet, Towards hemp fabrics for high-performance composites: Influence of weave pattern and features, Composites Part B: Engineering. 181 (2020) 107582. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107582.
- S. Réquilé, B. Mazian, M. Grégoire, S. Musio, M. Gautreau, L. Nuez, A. Day, P. [16] Thiébeau, F. Philippe, B. Chabbert, A. Chamussy, D.U. Shah, J. Beaugrand, V. Placet, J.-C. Benezet, A. le Duigou, M. Bar, L. Malhautier, E. De Luycker, S. Amaducci, C. Baley, A. Bergeret, A. Bourmaud, P. Ouagne, Exploring the dew retting feasibility of hemp in very contrasting European environments: Influence on the tensile mechanical properties of fibres composites, and Industrial Crops and Products. 164 (2021)113337. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2021.113337.
- [17] In-service Behaviour of Flax Fibre Reinforced Composites for High Performance Applications - KU Leuven, Thèse de doctorat. https://kuleuven.limo.libis.be/discovery/fulldisplay/lirias1674573/32KUL\_KUL:Lirias.
- [18] C. Poilâne, Z.E. Cherif, F. Richard, A. Vivet, B. Ben Doudou, J. Chen, Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material, Composite Structures. 112 (2014) 100–112. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2014.01.043.
- [19] A.-C. Corbin, M. Ferreira, A.R. Labanieh, D. Soulat, Natural fiber composite manufacture using wrapped hemp roving with PA12, Materials Today: Proceedings. 31 (2020) S329–S334. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.307.
- [20] B. Baghaei, M. Skrifvars, L. Berglin, Characterization of thermoplastic natural fibre composites made from woven hybrid yarn prepregs with different weave pattern, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 76 (2015) 154–161. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.05.029.
- [21] L. Zhang, M. Miao, Commingled natural fibre/polypropylene wrap spun yarns for structured thermoplastic composites, Composites Science and Technology. 70 (2010) 130– 135. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2009.09.016.

## **Conclusions générales et perspectives**

Les travaux de thèse effectués durant ces trois ans au sein du Laboratoire de Génie et Matériaux Textiles (GEMTEX, EA n°2461 ENSAIT Roubaix) ont permis de valoriser l'utilisation des mèches de chanvre faiblement retordues en tant que renfort pour matériaux composites biosourcés. Ces fibres offrent de nombreux avantages écologiques et techniques et constituent une alternative prometteuse aux fibres synthétiques telles que les fibres de verre. La plupart des études se focalisent sur l'étude des propriétés des fibres et composites, alors que les échelles intermédiaires sont plus rarement analysées. L'objectif de ces travaux est de développer des renforts à base de fibres de chanvre aux propriétés aux échelles fibres, fils, renforts et composites. A chaque échelle, ces travaux permettent d'étudier l'impact des paramètres de production sur les propriétés des produits obtenus, d'optimiser les procédés de fabrication, et d'établir des fiches techniques.

A l'échelle fil/mèche, la tissabilité des mèches de chanvre fournies par le partenaire industriel du Projet SSUCHY, LCN, a été étudiée. Ces mèches se caractérisent par une faible torsion et une pilosité élevée et souvent par une ténacité très faible pour être tissée et donc nécessitent des améliorations. A l'échelle industrielle, un traitement chimique ainsi que des traitements d'encollage ont été appliqués sur certains types de mèches pour améliorer leurs propriétés, augmenter la cohésion inter-fibres et faciliter leur passage sur les métiers à tisser. D'autres solutions comme le mélange intime des fibres de chanvre et des fibres thermoplastiques ainsi que le procédé de guipage sont également utilisés pour améliorer leurs propriétés et faciliter leur tissage. Pour cela, un multi-filament de PA11 a été utilisé comme fil de guipage autour de la mèche de chanvre. Ensuite, pour améliorer l'imprégnation à cœur des fibres de chanvre, un mélange intime de ruban de fibres chanvre/PLA a été réalisé sur une machine Gills. Le ruban ainsi obtenu est passé sur la broche creuse pour être guipé par un multifilament de PLA. Ces deux solutions ont permis d'améliorer les propriétés mécaniques de ces mèches et ont rendu leur utilisation en tissage possible dans les deux directions. La présentation des caractéristiques des renforts développés dans ces travaux a été mise en avant afin d'étudier l'impact du procédé de tissage sur les propriétés textiles et mécaniques des mèches de chanvre et des fils guipés. Pour les mèches de chanvre introduites en sens trame, une légère modification de leur titre et torsion a été identifiée. Le passage des mèches au niveau des différents outils de préparation du métier à tisser engendre dans certains cas des frottements et des endommagements aux fils. Tandis que pour les fils guipés, le titre est moins impacté sauf pour le fil fabriqué à faible torsion (le troisième fil guipé). La présence de multi-filaments de PA11 protège les mèches. En ce qui concerne la ténacité, les mèches tissées sur métier manuel ont été plus impactées par le procédé de tissage par rapport à celles tissées sur métier automatique alors que la ténacité des fils guipés dans les deux sens chaine et trame est légèrement diminuée après tissage. Pour déterminer les propriétés des fibres de chanvre, en termes de rigidité, des essais d'« Impregnated Fibre Bundle Test » (IFBT) ont été effectués sur les mèches de chanvre. La prise en compte de la porosité des éprouvettes composites et de la torsion des mèches permettent une meilleure estimation des propriétés des fibres. A ce niveau, le traitement appliqué sur les mèches de chanvre n'impacte pas pour autant les propriétés des fibres.

A l'échelle tissu, deux types de renforts ont été développés. Des renforts quasiunidirectionnels à base de mèches de chanvre avec une forte densité en sens trame et des renforts hybrides à base de fils guipés. Avec les renforts quasi-unidirectionnels, deux renforts ont été fabriqués sur métier à tisser manuel et le reste sur métier à tisser automatique. Le tissage sur métier automatique est choisi pour montrer la faisabilité de tisser des mèches avec une faible ténacité sur ces métiers mais également pour contrôler les densités chaine/trame de ces renforts. Ainsi, le tissage de mèches de chanvre cardées sur les deux types de métiers a été démontré et optimisé. Tandis que les renforts hybrides ont été produits sur métier à tisser manuel en faisant varier le type de fils et d'armure. Les propriétés textiles de ces renforts en termes de masse surfacique, épaisseur et perméabilité à l'air ont été identifiées et analysées. Ces propriétés dépendent fortement du type de mèches utilisées ainsi que des paramètres de tissage, notamment les densités chaine et trame. Les renforts quasi-unidirectionnels se distinguent par un faible niveau d'ondulation, tandis que les structures hybrides se caractérisent par des niveaux d'embuvage et de retrait plus importants. Ensuite, les propriétés mécaniques en traction et flexion de ces renforts secs ont été étudiées. Les résultats obtenus ont montré que les paramètres de tissage, ainsi que le type des mèches/fils utilisés, jouent un rôle important dans le comportement du renfort. Des essais de mise en forme par emboutissage ont été également effectués sur les renforts quasi-unidirectionnels, car peu d'études dans la littérature abordent ce comportement. Deux formes ont été utilisées pour emboutir le tissu. Ces essais montrent que la mise en forme des renforts QUD sur forme hémisphérique est possible. Tandis que pour des formes plus complexes, comme le poinçon cubique, il serait nécessaire d'augmenter la densité des fils de chaine afin de diminuer les défauts engendrés lors du préformage. Les propriétés des renforts QUD produits dans ces travaux ont été comparées avec celles des renforts tissés et QUD produits dans le cadre des travaux d'A-C Corbin. Cette comparaison a mis en évidence le potentiel de ces structures à base de mèches de chanvre de faible ténacité, face aux structures tissées. Les renforts hybrides ont été comparés quant à eux aux renforts hybrides des travaux précédents à base de chanvre/PA12.

A l'échelle composite, des plaques composites ont été fabriquées à partir des différents renforts quasi-unidirectionnels et hybrides. Pour les renforts quasi-unidirectionnels, une résine époxy partiellement biosourcée est utilisée pour imprégner ces renforts. Tandis que pour les renforts hybrides à base de fibres thermoplastiques (PA11 et PLA), les plis ont été préparés et introduits dans une presse chauffante selon des cycles de mise en œuvre optimisés. Ensuite, ces matériaux ont été caractérisés en traction afin d'étudier l'influence des paramètres de tissage (types de fils, densités, et types d'armure) sur les propriétés mécaniques. La présence de mèches faiblement retordues dans la structure des renforts quasi-unidirectionnels favorise l'imprégnation des fibres, notamment si les mèches ne sont pas traitées, et par conséquent conduit à des meilleures performances mécaniques en traction. Tandis que, la présence de fils retordus comme fils de liage impacte l'imprégnation des fibres et engendre des ruptures prématurées au niveau de ces fils. Ainsi, le traitement chimique et l'encollage appliqués sur les mèches de chanvre impactent les propriétés à cette échelle. Les propriétés mécaniques en traction ont été comparées avec des résultats issus de la littérature pour des composites à base

de renforts en lin déjà commercialisés mais aussi à base de fibres de chanvre. Cette comparaison met en avant les performances des composites développés dans ces travaux et qui présentent des propriétés compétitives, voire meilleures pour certains matériaux que celles des matériaux de la littérature. Concernant les composites à base de structures hybrides, les propriétés mécaniques en traction de certains matériaux sont proches de celles des matériaux de la littérature.

Ces travaux ont montré la faisabilité de tisser des mèches de chanvre faiblement retordues et ayant des propriétés faibles à l'échelle mèche. Cependant, les propriétés en traction des composites sont optimisées et compétitives par rapport à celles des composites issus de la littérature. Plusieurs voies de développement sont encore à affranchir pour optimiser ces propriétés. A l'échelle mèche, il serait nécessaire d'optimiser les traitements chimiques appliqués aux mèches pour les rendre, d'un point de vue environnementale, plus écologique, mais aussi plus compatible au type de matrice utilisée. Le guipage des mèches de chanvre à base de multi-filaments de PA11 nécessite encore des optimisations afin de produire des fils plus léger et moins retordus. Il est possible alors d'envisager ce guipage sur un mélange de chanvre/PA11 pour améliorer l'imprégnation des fibres et diminuer la torsion de guipage. Ainsi, une étude de l'effet de tissage sur le comportement des fils guipés chanvre/PLA est à faire. A l'échelle tissu, la caractérisation des renforts hybrides en cisaillement et emboutissage est à envisager pour compléter ces travaux. Ainsi, pour ces renforts hybrides, il serait intéressant de tisser des renforts quasi-unidirectionnels afin de garantir un meilleur alignement des fils et de diminuer l'ondulation au sein de ces structures.

A l'échelle composite, une étude des propriétés de ces matériaux en flexion et à l'impact est à envisager également pour alimenter la base de données sur ces matériaux mais aussi pour étudier leur comportement face à ces sollicitations. Pour les renforts à base de fils guipés, il serait intéressant d'optimiser le procédé de fabrication, notamment en termes de nombre de plis et orientations afin d'augmenter leurs propriétés en traction. Enfin, l'amélioration des propriétés en traction des composites à base de renforts en chanvre et polymère biosourcé PA11 pourrait être envisageable en utilisant le procédé de film stacking. En alternant des plis de renforts de chanvre et des plis de film thermoplastiques en PA11 comme illustré en Figure P-112. Ce procédé permet d'atteindre des performances mécaniques supérieures à celles des composites à base de fils guipés. Une première série de développements a été effectuée en utilisant comme renfort un quasi-unidirectionnel de chanvre (OUD1) et comme matrice des films de PA11 d'une épaisseur de 100 µm. Trois matériaux ont été produits par ce procédé en utilisant le même nombre de plis (9 plis de PA11 et 2 plis de renforts). Les conditions de préparation de ces matières en termes de temps et température d'étuvage est le même (24h à 60°C). Seule la variation de la pression appliquée lors de la mise en œuvre est étudiée (Table P-38). Les résultats ainsi obtenus montrent des performances en contraintes et rigidités (Figure P-113, Figure P-114 et Figure P-115) proches de celles obtenues avec des composites imprégnés de résine thermodurcissable et dépassent largement celles obtenues avec les composites à base de fils guipés chanvre/PA11 et chanvre/PLA. Ainsi, la pression de mise en œuvre impacte les propriétés obtenues, plus particulièrement le taux de porosité. Une étude plus approfondie sur ce procédé et sur l'influence des paramètres de mise en œuvre (pression, température, temps, étuvage) est à envisager pour obtenir des composites optimisés et plus adaptés aux applications finales.

	CPA11_FS1	CPA11_FS4	CPA11_FS5		
Renfort	Qu	asi-unidirectionnel cha	nvre		
Matrice	Film	de PA11 d'épaisseur 10	00 µm		
Orientations	$0^{\circ}/0^{\circ}$ (sens trame)				
Taux de fibres (%)	50	50	50		
Taux de porosités (%)	4	6	2		
Pression de mise en œuvre (bars)	60	80	40		
Temps de mise en œuvre (min)	8	8	8		

Table P-38: Caractéristiques des matériaux élaborés par film stacking



Figure P-112: Principe de mise en œuvre des composites par film stacking



Figure P-113: Contrainte à rupture des composites obtenus par film stacking



Figure P-114: Module des composites obtenus par film stacking



Figure P-115: Déformation à rupture des composites obtenus par film stacking

## Annexes

Annexe A : Liste des communications	
Annexe B : Propriétés des fils	
Annexe C : Propriétés des renforts	
Annexe D : Propriétés des composites	

## **Annexe A : Liste des communications**

#### Présentation dans les Conférences à comités de lecture

C. Laqraa, M. Ferreira, D. Soulat, A-R Labanieh « Natural fibre composite manufacture using wrapped hemp roving with PA11 » - 5th International Conference on Natural Fibres, ICNF21 - Online conference, 17-18-19 May 2021.

C. Laqraa, M. Ferreira, D. Soulat, A-R Labanieh « Elaboration de matériaux bio-composites à base de fils hybrides chanvre/PA11 par thermocompression » - 22es Journées Nationales sur les Composites, JNC22 - 28-30 Juin 2021, Online Conférence.

C. Laqraa, D. Soulat, M. Ferreira, A-R Labanieh « Development of quasi-unidirectional woven fabrics with 100% hemp rovings for composite materials applications » - 20th World Textile Conference, Autex21 - 5-9 Septembre 2021, Online conference.

C. Laqraa, M. Ferreira, D. Soulat, A-R Labanieh « Experimental investigation on textiles and mechanical properties of quasi-unidirectional fabric hemp/epoxy composites » - The Fiber Society's spring 2022 Conference, 30-31 Mai au 1 Juin 2022, Leuven, Belgique.

C. Laqraa, M. Ferreira, A-R Labanieh, D. Soulat « Development of Quasi-Unidirectional Woven Fabrics with 100% Hemp Rovings for Composite Materials Applications » - 20th European Conference on Composites Materials, ECCM20 - 26-30 Juin 2022, Lausanne, Suisse.

C. Laqraa, M. Ferreira, A-R Labanieh, D. Soulat « Développement de renforts textiles quasiunidirectionnels à base de rovings de chanvre pour la réalisation de matériaux composites » -25<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, CFM22 – 29 Aout au 2 Septembre 2022, Nantes, France.

C. Laqraa, M. Ferreira, D. Soulat, A-R Labanieh « Etude comparative des propriétés textiles et mécaniques de renforts tissés à base de rovings de chanvre peignés et cardés pour matériaux composites » - Conférence Internationale Matériaux, 24-30 Octobre 2022, Lille, France.

M. Ferreira, C. Laqraa, A-R. Labanieh, D. Soulat « Réalisation de composites biosourcés à partir de fil hybride Chanvre/PLA » - Conférence Internationale Matériaux, 24-28 Octobre 2022, Lille, France.

D. Soulat, C. Laqraa, A-R. Labanieh, M. Ferreira « Développement de renforts quasiunidirectionnels à base de chanvre » - Comptes Rendus des Journées Nationales des Composites, JNC 23 –3-5 juillet 2023, Besançon.

#### Articles dans les revues à comités de lecture

C. Laqraa, M. Ferreira, A-R Labanieh, D. Soulat « Elaboration by wrapping process and multiscale characterisation of thermoplastic bio-composite based on Hemp/PA11 constituents » *Coatings 11*, 770 - 2021. <u>https://doi.org/10.3390/coatings11070770</u>

C. Laqraa, M. Ferreira, D. Soulat, A-R Labanieh « Natural Fibre Composites Manufacture using Wrapped Hemp Roving with PA11» *Materials Circular Economy* 4, 17 - 2022. https://doi.org/10.1007/s42824-022-00057-3 C. Laqraa, A-R Labanieh, D. Soulat, M. Ferreira « Development of woven and quasiunidirectional reinforcement fabrics with hemp fibers: study of mechanical and preforming behaviors» *International Journal of Material Forming* 16, 8 - 2023. https://doi.org/10.1007/s12289-022-01727-y

## Annexe B : Propriétés des fils

### Propriétés textiles

Fils	Type de fil	Composition	Titre (Tex)	Torsion (tours/m)	Régularité (%)	Pilosité H ± sh
CANAPA ST3	Mèche non traitée	Chanvre	316 ± 4	39 ± 2	18,21	19,2 ± 4,1
CANAPA T2	Mèche traitée	Chanvre	$282,4 \pm 4,7$	$30 \pm 5$	21,5	9,7 ± 3,34
CANAPA PSE	Mèche peignée sans encollage	Chanvre	332 ± 6	41,5 ± 2,5	18,32	14 ± 5
CANAPA PAE	Mèche peignée avec encollage	Chanvre	302,7 ± 2,4	36 ± 1	22,3	9,1 ± 4,2
CANAPA CAT	Mèche cardée traitée	Chanvre	316,7 ± 8,2	$61,9 \pm 6,1$	23,59	11,69 ± 7,28
HPA11_1	Fil guipé	48% Chanvre/52%PA11	512,5 ± 7,1	500	-	$10,05 \pm 2,86$
HPA11_2	Fil guipé	49% Chanvre/51% PA11	$502,3\pm9,5$	500	-	9,87 ± 1,21
HPA11_3	Fil guipé	50%Chanvre/50%PA11	$494,6\pm5,8$	400	-	11,15 ± 1,65
HPLA_1	Fil guipé	68%Chanvre/32PLA	562,4 ± 37,2	200	-	-
HPLA_2	Fil guipé	48% Chanvre/52% PLA	557 ± 16	200	-	-

Fils	Ténacité (cN/Tex)	Déformation à rupture (%)	Pente 1 (N)	Pente 2 (N)
CANAPA ST3	9,31 ± 1,42	$1,\!82\pm0,\!08$	12,81 ± 1,33	$20,01 \pm 2,86$
CANAPA T2	$24,36 \pm 2,12$	$5,16 \pm 2,41$	$4,70 \pm 1,14$	$16,81 \pm 1,14$
CANAPA PSE	$7,4 \pm 1,3$	$1,97\pm0,01$	$9{,}02\pm0{,}77$	$17,74 \pm 1,32$
CANAPA PAE	13,61 ± 1,59	$2,65 \pm 0,02$	$9{,}48\pm0{,}67$	$19,\!78\pm0,\!93$
CANAPA CAT	$7,\!67 \pm 1,\!09$	$2,15 \pm 0,05$	9,83 ± 1,55	$14,23 \pm 1,15$
HPA11_1	$9,76 \pm 1,09$	$3,5 \pm 0,1$	11,84 ± 1,12	$17,\!67 \pm 1,\!15$
HPA11_2	$14,78 \pm 1,22$	$6{,}99\pm0{,}02$	$5{,}55\pm0{,}58$	$11,\!66 \pm 0,\!71$
HPA11_3	$7,79 \pm 1,49$	$4,\!67\pm0,\!01$	$7,31 \pm 0,88$	$10,14 \pm 1,35$
HPLA_1	$8,\!39\pm1,\!57$	$15,13 \pm 2,08$	$4,3 \pm 0,9$	$6,02 \pm 1,08$
HPLA_2	$5,13 \pm 0,91$	19,31 ± 0,04	3,46 ± 1,48	$0,95 \pm 0,44$

### Propriétés mécaniques

## Propriétés textiles et mécaniques après tissage

Fils		Titre avant t	issage (Tex)	Titre après	tissage (Tex)	<b>Ténacit</b> (	é avant tissage cN/Tex)	T	énacité après (cN/Tex)	tissage
CANAPA	A ST3	316	± 4	280	±11	9,	31 ± 1,42		$6\pm 2$	
CANAPA	<b>PSE</b>	332	± 6	272	2 ± 5	7	7,4 ± 1,3		$7\pm2$	
CANAPA C métier à tisse	AT (Sur r manuel)	316,7	± 8,2	281	± 6	13	,61 ± 1,59		5 ± 1	
CANAPA C métier à automati	AT (Sur tisser ique)	316,7	± 8,2	265	5 ± 9	7,	67 ± 1,09		6 ± 2	
HPA11_ HPA11_	1_ch _1_tr	512,5	± 7,1	511 512	$\pm 6$ $2 \pm 7$	9,	76 ± 1,09			
HPA11_ HPA11_	2_ch _2_tr	502,3	± 9,5	500 501	) ± 8 ± 5	14	,78 ± 1,22			
HPA11_ HPA11_	3_ch _3_tr	494,6	± 5,8	489 492	$0 \pm 5$ $2 \pm 4$	7,	79 ± 1,49			
Fils	HP	PA11_1	HPA	.11_1	HPA	11_2	HPA	11_3	HPA	.11_3
Armure	Sergé chaine	Sergé trame	Satin 6 chaine	Satin 6 trame	Sergé 6 chaine	Sergé 6 trame	Satin 6 chaine	Satin 6 trame	Natté chaine	Natté trame
Ténacité	10 1	10 1	10 1	10 1	15 1	15 1	50 15	50 15	<b>7</b> 0 15	<b>7</b> 0 15

(cN/Tex)	$10 \pm 1$	$10 \pm 1$	$10 \pm 1$	$10 \pm 1$	$15 \pm 1$	$15 \pm 1$	7,8 ± 1,5	7,8 ± 1,5	7,8 ± 1,5	7,8 ± 1,5
Ténacité avant tissage (cN/Tex)	9,5 ± 2,3	9 ± 1	9,6 ± 1,7	9,2 ± 1,6	$16 \pm 2$	$15 \pm 2$	7,5 ± 1,5	$7\pm2$	$7\pm2$	7 ± 3

# **Annexe C : Propriétés des renforts**

### **Propriétés textiles**

Renforts tissés	Armure	Densité chaine (fils/cm)	Densité trame (fils/cm)	Masse surfacique (g/m²)	Epaisseur (mm)	Perméabilité à l'air (L/m²/s)
QUD1	Toile	0,6	20	$649,43 \pm 4,64$	$2,\!97\pm0,\!14$	$424 \pm 49$
QUD4	Toile	0,6	10	$424,71 \pm 21,33$	$2,1\pm0,1$	$603 \pm 89$
QUD5	Toile	0,6	18	$600 \pm 41$	$2,6\pm0,3$	$854\pm65$
QUD6	Toile	0,6	18	$579,33 \pm 10,87$	$2,\!45\pm0,\!09$	$1035\pm87$
QUD7	Toile	0,6	18	$557,\!62 \pm 24,\!27$	$2,\!36\pm0,\!06$	$1041 \pm 64$
QUD8	Toile	0,6	18	$580,\!64 \pm 17,\!67$	$2{,}48 \pm 0{,}08$	$873 \pm 117$
QUD9	Toile	0,6	18	$552,91 \pm 13,82$	$2{,}64 \pm 0{,}09$	$380\pm24$
F1_HPA11_1	Sergé 6	6	10	$827\pm15$	$2,\!19\pm0,\!5$	$605\pm91$
F2_HPA11_1	Satin 6	6,4	6	$583\pm16$	$2,\!13\pm0,\!04$	$3485\pm239$
F3_HPA11_2	Sergé 6	6	10	$773\pm18$	$2,\!37\pm0,\!36$	$773 \pm 114$
F4_HPA11_3	Satin 6	6,7	6,4	717 ± 15	$2,15 \pm 0,02$	$2899 \pm 486$
F5_HPA11_3	Natté 3	6,3	6,3	$646 \pm 20$	$2,\!18\pm0,\!12$	$2044 \pm 174$
F_HPLA_1	Satin 6	6,6	6,6	791 ± 44	$2{,}57 \pm 0{,}06$	$208\pm46$
F_HPLA_2	Satin 6	6	5,2	$594\pm21$	$2{,}52\pm0{,}15$	$461 \pm 48$

Renforts tissés	Effort maximal (N)	Effort maximal par fil (cN/fil/Tex)	Pente (N)	Perte d'ondulation (%)	Déformation à l'effort maximal (%)	Module de rigidité en flexion (MPa)
QUD1	$2493\pm259$	$9{,}01\pm0{,}96$	$727\pm40$	$0,6\pm0,1$	$\textbf{4,36} \pm \textbf{0,53}$	3,1 ± 0,2
QUD4	$1580 \pm 182$	$9{,}98 \pm 1{,}15$	$723\pm67$	$0,\!81\pm0,\!07$	$3{,}69 \pm 0{,}28$	$2,2\pm0,2$
QUD5	$1414 \pm 186$	$4,96 \pm 0,66$	$630 \pm 42$	$0,\!63\pm0,\!02$	$3,1 \pm 0,2$	4,71 ± 0,01
QUD6	$1812\pm311$	$6,36 \pm 1,09$	$711 \pm 72$	$0,\!67 \pm 0,\!1$	$2{,}57\pm0{,}32$	4,21 ± 0,53
QUD7	$2130\pm227$	$7,\!47\pm0,\!79$	$775\pm62$	$0,7\pm0,07$	$3,3\pm0,4$	$6,\!26\pm0,\!25$
QUD8	$2136 \pm 185$	$7{,}49 \pm 0{,}65$	$927\pm40$	$0,\!62\pm0,\!18$	$3{,}23\pm0{,}32$	$\textbf{7,2}\pm\textbf{0,9}$
QUD9	$2019 \pm 189$	$\textbf{6,85} \pm \textbf{0,64}$	$1143 \pm 87$	$0{,}53\pm0{,}05$	$2{,}51\pm0{,}11$	$\textbf{4,}4 \pm \textbf{0,}6$
F1_HPA11_1	$1914 \pm 150$ $2622 \pm 138$	$12,45 \pm 0,98$ 10 23 + 0 54	$593 \pm 18$ $486 \pm 42$	$1,32 \pm 0,14$ $3.57 \pm 0.13$	$5,10 \pm 0,38$ 10.04 + 0.42	$7,87 \pm 0,66$ 12 93 + 1 57
F2_HPA11_1	$     \begin{array}{r}       2322 \pm 130 \\       1332 \pm 115 \\       864 \pm 80 \\     \end{array} $		$430 \pm 42$ $448 \pm 37$ $357 \pm 16$	$\frac{3,37 \pm 0,13}{1,09 \pm 0,18}$ $1,82 \pm 0,31$	$   \begin{array}{r}     10,04 \pm 0,42 \\     4,34 \pm 0,21 \\     4,39 \pm 0,44   \end{array} $	$     \begin{array}{r}       12,95 \pm 1,97 \\       7,99 \pm 0,82 \\       4,77 \pm 0,78     \end{array} $
F3_HPA11_2	$2021 \pm 127$ $2144 \pm 369$	$13,41 \pm 0,91 \\ 8,53 \pm 1,47$	$\begin{array}{c} 560\pm60\\ 541\pm75\end{array}$	$3,68 \pm 0,23 \\ 2,18 \pm 0,29$	$7,86 \pm 0,79$ $7,13 \pm 1,41$	$2,4 \pm 0,3$ $7,8 \pm 2,1$
F4_HPA11_3	$\begin{array}{c} 1175 \pm 219 \\ 1849 \pm 245 \end{array}$	$7,09 \pm 1,48$ 11,68 $\pm 1,38$	$193 \pm 55$ $363 \pm 61$	$2,45 \pm 0,07$ $1,92 \pm 0,38$	$\begin{array}{c} 12,95 \pm 0,01 \\ 10,56 \pm 1,5 \end{array}$	$\begin{array}{c} 2,75 \pm 0,01 \\ 10,27 \pm 0,01 \end{array}$
F5_HPA11_3	$\begin{array}{c} 837\pm 69\\ 1261\pm 185\end{array}$	$\begin{array}{c} 5,37 \pm 1,19 \\ 8,09 \pm 0,44 \end{array}$	$\begin{array}{c} 238\pm39\\ 328\pm49 \end{array}$	$1,21 \pm 0,19$ $2,74 \pm 0,24$	$\begin{array}{c} 4,63 \pm 0,82 \\ 8,62 \pm 1,1 \end{array}$	$\begin{array}{c} 4,09 \pm 0,01 \\ 6,04 \pm 0,01 \end{array}$
F_HPLA_1	$\begin{array}{c} 1920 \pm 116 \\ 1416 \pm 131 \end{array}$	$\frac{10,34 \pm 0,62}{7,63 \pm 0,70}$	$506 \pm 24$ $444 \pm 16$	$2,53 \pm 0,37 \\ 3,71 \pm 0,19$	$6,87 \pm 1,06 \\ 8,58 \pm 1,2$	$\frac{1,6 \pm 0,1}{1,5 \pm 0,1}$
F_HPLA_2	$\begin{array}{c} 911 \pm 25 \\ 543 \pm 81 \end{array}$	$5,84 \pm 0,16 \\ 3,25 \pm 0,48$	$\begin{array}{r} 319 \pm 13 \\ 233 \pm 63 \end{array}$	$\begin{array}{c} 1,53 \pm 0,07 \\ 1,76 \pm 0,27 \end{array}$	$\begin{array}{c} 9,19 \pm 1,83 \\ 4,25 \pm 1,47 \end{array}$	$0,9 \pm 0,2 \\ 0,6 \pm 0,1$

### **Propriétés mécaniques**

Renforts tissés	Force maximale (N) Poinçon cubique	Force maximale (N) Poinçon hémisphérique	Avalement maximal (mm) Poinçon cubique	Avalement maximal (mm) Poinçon hémisphérique
QUD1	363	213	76	26
QUD4	380	115	69	28
QUD5	285	132	60	20
QUD6	332	128	62	17.3
QUD7	290	120	58	24
QUD8	281	123	61	25
QUD9	310	119	61	25

### Propriétés des renforts lors de la mise en forme (emboutissage)

# **Annexe D : Propriétés des composites**

### Propriétés mécaniques en traction

Composites	Orientation	Contrainte (MPa)	Module (GPa)	Déformation à rupture (%)
QUD1	Trame	$216\pm31$	$24 \pm 2$	$1,36 \pm 0,17$
QUD4	Trame	$300\pm20$	$25 \pm 2$	$1,79 \pm 0,11$
QUD5	Trame	$181 \pm 10$	$7\pm2$	$1,15 \pm 0,12$
QUD6	Trame	$207 \pm 9$	9 ± 1	$1,16 \pm 0,11$
QUD7	Trame	$203\pm12$	9 ± 1	$1,\!18\pm0,\!11$
QUD8	Trame	$209 \pm 9$	$22 \pm 2$	$1,2 \pm 0,1$
QUD9	Trame	$224\pm10$	$24 \pm 1$	$1,38 \pm 0,06$
F1_HPA11_1	Chaine Trame	$63,6 \pm 3,2$ $66,89 \pm 4,12$	$0,9 \pm 0,2 \\ 1,9 \pm 0,01$	$5,9 \pm 0,27$ $6,45 \pm 0,78$
F2_HPA11_1	Chaine Trame	$71,61 \pm 5,47 \\ 80,97 \pm 5,81$	$\begin{array}{c} 2,45 \pm 0,13 \\ 1,84 \pm 0,56 \end{array}$	$\begin{array}{c} 4,71 \pm 0,44 \\ 5,25 \pm 0,18 \end{array}$
F3_HPA11_2	Chaine Trame	$134,21 \pm 3,94 \\121,81 \pm 4,71$	$\begin{array}{c} 1,45 \pm 0,24 \\ 1,2 \pm 0,5 \end{array}$	$\frac{10,16\pm 0,3}{10,38\pm 0,23}$
F4_HPA11_3	Chaine Trame	$76,05 \pm 3,5$ $138,1 \pm 3,87$	$2,88 \pm 0,9 \\ 5 \pm 0,9$	$3,89 \pm 0,23 \\ 2,85 \pm 0,18$
F5_HPA11_3	Chaine Trame	$76,42 \pm 4,79 \\ 146,92 \pm 4,78$	$\begin{array}{c} 4,41 \pm 0,81 \\ 10,55 \pm 0,95 \end{array}$	$2,78 \pm 0,16 \\ 1,81 \pm 0,12$
F_HPLA_1	Chaine Trame	$79,69 \pm 2,47 \\ 61,86 \pm 0,22$	$\frac{11,48 \pm 0,12}{10,04 \pm 1}$	$\frac{1,96 \pm 0,24}{1,61 \pm 0,26}$
F_HPLA_2	Chaine Trame	$44,23 \pm 8,77 \\ 30,44 \pm 1,74$	$8,56 \pm 1,68$ $5,69 \pm 2,26$	$5,26 \pm 0,09 \\ 5,35 \pm 0,01$

# Elaboration de renforts textiles à base de chanvre pour composites bio-sourcés à propriétés optimisées

#### Résumé :

Le chanvre est une plante à croissance rapide utilisé dès l'antiquité pour la fabrication des tissus et cordages de navires et présente de nombreux avantages écologiques et techniques. Ce travail de thèse s'inscrit dans la continuité des travaux associés au projet européen SSUCHY et s'intéresse à la valorisation des mèches de chanvre en tant que renforts destinés à la fabrication de composites biosourcés au moyen d'une étude multi-échelle. Après une première étude des propriétés textiles et mécaniques des différents types de mèches disponibles et qui met en évidence la variabilité de ces propriétés, certaines mèches ne possèdent pas une résistance suffisante pour être tissée. Deux solutions sont alors proposées pour améliorer les performances de ces dernières : le mélange intime et le guipage. Les fils guipés obtenus ainsi que les mèches de chanvre sont utilisés pour produire deux types de renforts par tissage : des renforts quasi-unidirectionnels à base de mèches de chanvre et des renforts hybrides à base de fils guipés. L'influence du procédé et des paramètres de tissage sur les propriétés des mèches, renforts et composites est étudiée au moyen de différents types de caractérisations textiles et mécaniques. Ces caractérisations montrent l'influence du type de fil utilisé, du type d'armure ainsi que des densités chaine et trame sur les propriétés du produit final. Ainsi, les propriétés des composites obtenus dans ces travaux, notamment les composites quasi-unidirectionnels, présentent des résultats compétitifs par rapport à ceux des composites issus de la littérature.

**Mots clés :** mèches de chanvre, polymère biosourcé, guipage, renfort quasi-unidirectionnels, renforts tissés, IFBT, composites biosourcés.

# Development of hemp-based textile reinforcements for bio-based composites with optimized properties

#### Abstract:

Hemp is a fast-growing plant that has been used since ancient times for the production of fabrics and ship ropes, and it offers numerous ecological and technical advantages. This thesis work is part of the ongoing research associated with the European SSUCHY project and focuses on the valorisation of hemp fibres as reinforcements for the production of bio-based composites through a multi-scale study. After an initial investigation of the textile and mechanical properties of different available hemp fibres, which revealed their variability, it was found that some fibres do not possess sufficient strength for weaving. Two solutions are proposed to enhance the performance of these fibres: intimate blending and wrapping technology. The obtained hybrid yarns, along with the hemp fibres, are used to produce two types of woven reinforcements: quasi-unidirectional reinforcements based on hemp fibres and hybrid reinforcements based on hybrid yarns. The influence of the weaving process and weaving parameters on the properties of fibres, reinforcements, and composites is studied using various textile and mechanical characterizations. These characterizations demonstrate the impact of the type of yarn used, the weave structure, as well as the warp and weft densities on the properties of the final product. Consequently, the composites produced in this study, particularly the quasi-unidirectional composites, exhibit competitive results compared to those reported in the literature.

**Keywords:** hemp fibres, bio-based polymer, wrapping technology, quasi-unidirectional reinforcements, woven reinforcements, IFBT, bio-based composites.